

Opublikowano dnia 10 maja 1963 r.

CO 46d 55/46
BIBLIOTEKA

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46610

Kl. 12 p, 10

Kl. internat. C 07, d

Politechnika Łódzka *)
(Katedra i Zakład Wykończalnictwa)
Łódź, Polska

Sposób wytwarzania reaktywnego związku nadającego wyrobom włókienniczym hydrofobowość z równoczesną poprawą ich odporności na mięcie oraz sposób wykończania tych wyrobów przy pomocy tego związku

Patent trwa od dnia 29 marca 1962 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania reaktywnego związku nadającego wyrobom włókienniczym hydrofobowość z równoczesną poprawą ich odporności na mięcie oraz sposób wykończania tych wyrobów przy pomocy tego związku.

Znane są liczne związki nadające hydrofobowość materiałom włókienniczym, jak również znane są związki zwiększające odporność tych materiałów na mięcie, natomiast nie znane są związki nadające materiałom włókienniczym jednocześnie hydrofobowość i zwiększoną odporność na mięcie. W celu nadawania mate-

riałom włókiennym zarówno hydrofobowości jak i zwiększenia ich odporności na mięcie stosuje się dwa różne związki, przeważnie w dwóch odrębnych procesach technologicznych.

Istotą wynalazku jest wytwarzanie związków, które jednocześnie nadają materiałom włókienniczym hydrofobowość oraz zwiększają ich odporność na mięcie.

Sposób według wynalazku polega na tym, że 2,4 dwuchloro-6-alkiloaminę kondensuje się z dwuaminą, przy czym reakcja przebiega według wzoru ogólnego 1, w którym X oznacza rodnik dwuaminy alifatycznej o wzorze 2, lub rodnik dwuaminy aromatycznej według wzorów 3 i 4, albo rodnik karbonyldwuaminy według wzorów 5 i 6.

We wzorze 1 R₁ i R₂ oznaczają reszty węglowodorowe o łańcuchu węglowodorowym zawie-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. mgr inż. Józef Majzner, mgr inż. Andrzej Wawrzyniak i mgr inż. Zdzisław Jankowski.

rającym 10 — 20 atomów węgla. We wzorze 2 n oznacza liczbę od 2 do 6. We wzorze 3 i 4 grupy aminowe w pierścieniach benzenowych mogą znajdować się w położeniu orto, meta lub para, przy czym te idwuaminy mogą mieć różne podstawniki w pierścieniach, np. grupy OCH_3 , Cl lub OC_2H_5 . We wzorze 6 z_1 i z_2 oznaczają liczby grup metylenowych od 2 do 4.

W wytworzonych sposobem według wynalazku związkach wolne atomy chloru stanowią o reaktywności tych związków łączących się chemicznie z włóknem. Do wykończenia materiałów włókienniczych związkami wytwarzanymi sposobem według wynalazku stosuje się np. materiały z włókien celulozowych, z regenerowanej celulozy, z wełny lub włókien poliamidowych.

Do wykończenia materiałów włókienniczych opisanymi wyżej związkami stosuje się ich wodną emulsję, typu olej w wodzie, zawierającą dodatek zagęstnika, środka emulgującego oraz ewentualnie środka dyspergującego.

Jako zagęstniki stosuje się np. tragant, żelatynę lub alkohol poliwinylowy, jako zaś środki emulgujące i dyspergującego stosuje się środki niejonowe, np. Emulphor O, Peregál O, Dispersol AC lub Dispersol VL.

Wykończanie materiałów włókienniczych przy pomocy wyżej opisanych związków polega na tym, że materiał włókienniczy napawa się wodną emulsją tego związku, typu olej w wodzie, o stężeniu 25 — 60 g/l, po czym odzyna, napawa wodnym roztworem węglanu dwusodowego, suszy i dogrzewa w temperaturze 120 — 160°C w ciągu 5 — 10 minut. Podczas procesu dogrzewania następuje trwałe połączenie pochodnych 1,3,5-trójazyny z włóknem.

Przykład I. Do roztworu 92,2 g chlorku cyjanuru w 1000 ml acetonu zawierającego 5% wody i ochłodzonego do temperatury 0°C wkrapla się 15 g etylenodwuaminy rozpuszczonej w 250 ml acetonu, po czym dodaje 108 g węglanu dwusodowego. Temperaturę masy reakcyjnej podnosi się do 7 — 10°C i utrzymuje ją w ciągu 3 godzin, a następnie wkrapla się w temperaturze 10°C roztwór 121 g heksadecyloaminy w 750 ml acetonu, przy czym temperatura masy reakcyjnej podnosi się samorzutnie do 20°C. W tej temperaturze dodaje się następnie 108 g węglanu dwusodowego i miesza w ciągu godziny podnosząc temperaturę do 40°C. Po 2-ch godzinach mieszania podwyższa się temperaturę masy reakcyjnej do 50°C, a po upływie 3 godzin odsącza i osad przemywa acetonem. Wydzielony osad traktuje się 2000

ml wody, która rozpuszcza produkty uboczne, po czym ponownie sączy i przemywa wodą, a osad suszy się w temperaturze 40°C pod prężnią.

Otrzymuje się 160 g N,N'-dwu[2-(4-chloro-6-heksadecyloamino)-1,3,5-trójazynylo] etylenodwuaminy w postaci białego proszku. Synteza przebiega według wzoru 7.

Jest rzeczą możliwą prowadzenie procesów kondensacji w odmienną kolejność, przy czym nie wpływa to ujemnie na wydajność procesu ani na właściwości wytwarzanego produktu.

50 g wyżej wytworzonego związku rozpuszcza się w 70 ml benzenu, a otrzymany roztwór wkrapla do uprzednio przygotowanego roztworu 5 g Emulphor O, 10 g alkoholu poliwinylowego oraz 2 g Dispersolu AC w 200 ml wody. Otrzymuje się gęstą, białą emulsję, którą przed użyciem rozcieńcza się wodą do żądanego stężenia. Emulsją, o stężeniu 50 g/l zawierającą pochodną 1,3,5-trójazyny, napawa się wyrób włókienniczy, który następnie odzyna się, napawa wodnym roztworem dwuwęglanu sodowego, suszy i dogrzewa w temperaturze 120 — 160°C w ciągu 5 — 8 minut. Tak potraktowany materiał włókienniczy uzyskuje dobre i trwałe właściwości hydrofobowe oraz poprawę kąta mięcia od 60 do 100% w stosunku do materiałów nie wykończonych.

Należy podkreślić, że materiały włókiennicze wykończone przy pomocy związków wytwarzanych sposobem według wynalazku uzyskują poza tym dobry chwyt.

Przykład II. Do roztworu 92,2 g chlorku cyjanuru w 1000 ml acetonu technicznego i ochłodzonego do temperatury 0°C wkrapla się 27 g fenylenodwuaminy rozpuszczonej w 400 ml acetonu, po czym dodaje się 108 g węglanu dwusodowego. Temperaturę masy reakcyjnej podnosi się do 7 — 10°C i utrzymuje ją w ciągu 3 godzin, a następnie wkrapla się w temperaturze 10°C roztwór 93 g dodecyloaminy w 500 ml acetonu, przy czym temperatura masy reakcyjnej samorzutnie podnosi się do 20°C. Następnie dodaje się 108 g węglanu dwusodowego i miesza w ciągu godziny podnosząc temperaturę do 40°C. Po dwóch godzinach mieszania podwyższa się temperaturę masy reakcyjnej do 50°C, po upływie dwóch godzin odsącza i przemywa osad acetonem. Wydzielony osad traktuje się 2000 ml wody, odsącza i suszy.

Otrzymuje się 147 g N,N'-dwu[2-(4-chloro-6-dodecyloamino)-1,3,5-trójazynylo] - fenylenodwuaminy w postaci żółtawego proszku. Synteza przebiega według wzoru 8.

Otrzymywanie z tego związku emulsji i dalsze traktowanie nią materiałów włókienniczych przebiega według przykładu I.

Przykład III. Do roztworu 92,2 g chloru cyjanuru w 1000 ml acetonu i ochłodzonego do temperatury 0°C wkrapla się roztwór 135 g okta-decyloaminy w 750 ml acetonu, po czym dodaje się 103 g węglanu dwusodowego. Temperaturę masy reakcyjnej podnosi się do 7 — 10°C i utrzymuje ją w ciągu trzech godzin. Masę reakcyjną przesącza się, a osad przemywa acetonem. Do przesączu stanowiącego roztwór 2-okta-decyloamino-4,6-dwuchloro-1,3,5-trójazyny, o temperaturze 12 — 15°C, wkrapla się podczas mieszania 350 g wodnego roztworu 5%-go amoniaku. Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się następnie do temperatury 30°C i utrzymuje ją w ciągu 4 godzin, po czym dodaje się 1300 ml wody. Wydziela się przy tym osad, który odsącza się i przemywa wodą. Otrzymaną pastę zarabia się 1500 ml wody i poddaje fosgenowaniu wiążąc wydzielający się chlorowódor wodnym roztworem węglanu dwusodowego. Reakcję fosgenowania przeprowadza się w temperaturze 30 — 35°C utrzymując wartość pH środowiska w granicach 6 — 7. Otrzymaną zawiesinę po zakończeniu reakcji fosgenowania odsącza się, przemywa wodą i suszy w temperaturze 50°C pod próżnią.

Otrzymuje się 157 g N,N'-dwi-[2-(4-chloro-6-okta-decyloamino-)-1,3,5-trójazynylo] - karbonylo-dwuaminy w postaci białego proszku. Synteza

przebiega według wzoru 9. Otrzymywanie z tego związku emulsji i dalsze traktowanie nią materiałów włókienniczych przebiega według przykładu I.

Zastrzeżenia patentowe

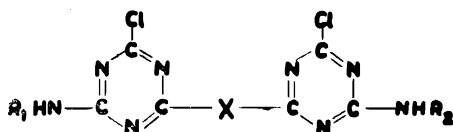
1. Sposób wytwarzania reaktywnego związku nadającego materiałom włókienniczym hydrofobowość z równoczesną poprawą ich odporności na mięcie, znamieny tym, że 2,4-dwuchloro-6-alkilooaminy kondensuje się z dwuaminą, przy czym otrzymuje się produkt kondensacji o wzorze I, w którym dwuamina oznaczona literą x ma znaczenie według wzorów 2 — 6.
2. Sposób wykończania materiałów włókienniczych przy pomocy związku wytwarzanego sposobem według zastrz. 1, znamieny tym, że ze związku tego wytwarza się wodną emulsję, typu olej w wodzie, z dodatkiem zagęstnika, środka emulgującego i ewentualnie środka dyspergującego, po czym wytworzoną emulsją napawa się materiał włókienniczy, odżywa go, napawa wodnym roztworem dwuwęglanu sodowego, suszy i do-grzewa w temperaturze 120 — 160°C.

Politechnika Łódzka

Katedra i Zakład Wykończalnictwa

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samużyło
rzecznik patentowy

WZÓR 1.



WZÓR 2.

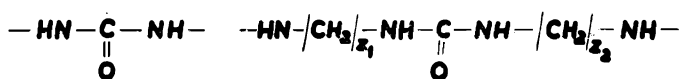
WZÓR 3.

WZÓR 4.

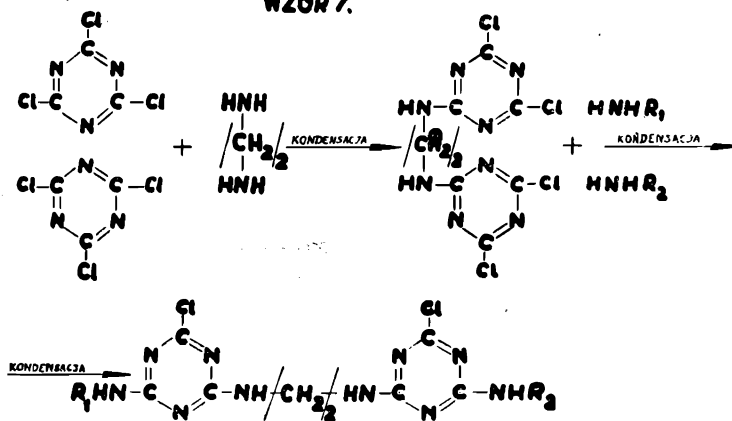


WZÓR 5.

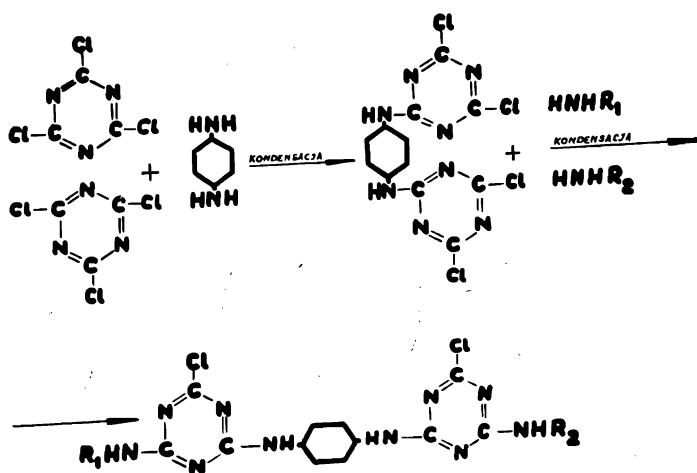
WZÓR 6.



WZÓR 7.



WZÓR 8.



WZÓR 9.

