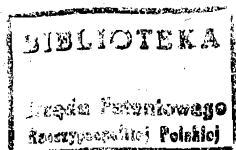


Warszawa, dnia 15 lutego 1952 r.



D01f 5/08

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 34674

Kl. 29 b, 3/50

N. V. Onderzoekingsinstituut »Research«

(Arnhem, Niderlandy)

Sposób uodporniania włókien białkowych na czynniki kwaśne

Udzielono z mocą od dnia 25 listopada 1947 r.

Pierwszeństwo: 2 grudnia 1946 r. (Niderlandy)

Świeżo uprzedzone nici kazeinowe, niezależnie od tego, czy wyprodukowane są na drodze suchej, czy na drodze mokrej, np. przy zastosowaniu kąpieli przedzalniczej zawierającej sól i kwas nie posiadają odpowiednich właściwości koniecznych do dalszej przeróbki. Aby móc świeżo uprzedzone nici kazeinowe przerabiać dalej, należy je poddać hartowaniu wstępnemu do czego zwykle stosuje się aldehyd mrówkowy w temperaturze zwykłej lub podwyższonej. W ten sposób zmniejsza się rozpuszczalność wytwarzanego włókna w wodzie, a nawet w zimnych lub ogrzanych roztworach o odczynie zasadowym, co jest konieczne przy dalszej obróbce.

To hartowanie wstępne nie uodpornia jednak gotowej nici na działanie rozcieńczonych kwasów lub kąpieli kwaśnych stosowanych na przykład do barwienia włókien barwnikami kwaśnymi i powodujących rozpuszczanie i znaczną stratę białka przy czym zmniejsza się w dużej mierze wytrzymałość nici, która staje się

twardą, łamliwą i nie nadaje się do dalszej przeróbki włókienniczej. Z tego względu należy nici poddać dalszej obróbce, która spowodowała by odporność ich na czynniki kwaśne. Tego rodzaju obróbki dodatkowe są już znane i polegają na przykład na tym, że nici traktowane wstępnie aldehydem mrówkowym poddaje się powtórnej obróbce aldehydem mrówkowym w temperaturze podwyższonej lub też nici potraktowane aldehydem mrówkowym ogrzewa się do stosunkowo wysokiej temperatury, leżącej powyżej 100°C.

Według innego sposobu na nici lub włókna traktowane jedynie wstępnie działa się następnie roztworem azotynu, przez co osiąga się do pewnego stopnia ich odaminowanie.

Inny dawno znany sposób polega na tym, że nici kazeinowe wstępnie hartowane, poddaje się działaniu roztworów soli trójwartościowych metali, np. soli chromowych, glinowych lub żelazowych.

Nici kazeinowe wstępnie hartowane próbowano także acetylować, jak również traktować je fenolami podstawionymi alkoholami o jednej lub dwóch grupach wodorotlenowych.

Tego rodzaju czynności dodatkowe, wywierające korzystny wpływ na nici, nazywano przeważnie dodatkowym hartowaniem lub garbowaniem, ponieważ istotne procesy chemiczne zachodzące przy tym nie są do dziś całkowicie wyjaśnione w szczegółach.

Stwierdzono, że wspomniane wyżej zwiększenie wytrzymałości na działanie rozcieńczonych, gorących roztworów kwaśnych bez wymienionych ujemnych następstw osiąga się przez dodatkowe traktowanie nici produktem wstępnej kondensacji rezorcyny, ewentualnie podstawionej, z aldehydem, korzystnie z aldehydem mrówkowym. Przekonano się, że do tego celu zwłaszcza nadaje się produkt wstępnej kondensacji, otrzymywany w środowisku kwaśnym, ponieważ może on być łatwo przechowywany przez czas konieczny do obróbki włókien w stadium wstępnej kondensacji, a także dlatego, iż dzięki swej budowie chemicznej nadaje się szczególnie do dodatkowego traktowania włókien kazeinowych w celu nadania im żądanych właściwości.

Wprawdzie można kondensować rezorcynę z aldehydem mrówkowym w środowisku zasadowym, jednak taki produkt kondensacji wstępnej trudniej jest przechowywać bez zmian przez czas dłuższy, gdyż produkt ten ma skłonność do dalszej niepożądanego kondensacji, uniemożliwiającej stosowanie do wskazanego celu. Ponadto budowa chemiczna produktów kondensacji wstępnej w środowisku zasadowym jest zmienna.

Wytwarzanie i stosowanie produktów wstępnej kondensacji w środowisku kwaśnym jest następujące.

Rezorcynę rozpuszcza się w kwaśnym roztworze aldehydu mrówkowego, po czym roztwór ogrzewa się, a następnie chłodzi i rozcieńcza wodą. Do otrzymanego roztworu wprowadza się włókna kazeinowe i pozostawia w ciągu pewnego czasu w temperaturze pokojowej. Produkty kondensacji, znajdujące się w roztworze, prawie całkowicie zostają wchłonięte przez włókna kazeinowe, dzięki czemu przy dalszym ogrzewaniu włókna nie skleją się i nie traca zdolności barwienia się barwnikami bezpośrednimi. Następnie włókna kazeinowe wyjmuje się z kąpeli reakcyjnej, odwirowuje, suszy i ogrzewa w ciągu określonego czasu w temperaturze 105°C.

Stwierdzono również, że sposób dodatkowego hartowania można łączyć ze znanym proce-

sem ożywiania dodając do rozcieńczonego roztworu produktów wstępnej kondensacji rezorcyny z aldehydem mrówkowym kwasoodpornych środków ożywiających. W ten sposób traktowane nici utrzymywane w ciągu godziny we wrzącej kąpeli kwaśnej o kwasowości stosowanej w kąpeli farbiarskiej tracą tylko bardzo nieznaczna ilość białka, a podczas barwienia w kwaśnych kąpielach farbiarskich o zwykłej kwasowości i w zwykle stosowanej przy tym temperaturze strata białka jest jeszcze mniejsza. Na skutek wyżej opisanej obróbki, wytrzymałość suchych lub wilgotnych nici kazeinowych, praktycznie biorąc nie zmniejsza się, a włókna barwione na gorąco zachowują swą pierwotną giętkość i pełny chwyt.

Wyniki osiągane przy traktowaniu włókien kazeinowych sposobem według wynalazku są tym bardziej zastanawiające, że włókna te traktowane produktami wstępnej kondensacji fenolu lub mocznika z aldehydem mrówkowym nie wykazują tak dużej odporności na działanie gorących rozcieńczonych kwasów lub kąpeli farbiarskich.

Najkorzystniej jest wytwarzać produkt wstępnej kondensacji rezorcyny z aldehydem mrówkowym przy wartości pH mniejszej niż 6, korzystnie między 5 i 2,8. Stosunek rezorcyny do aldehydu mrówkowego najlepiej jest dobrać tak aby na 1 mol rezorcyny przypadało co najmniej 6 moli aldehydu mrówkowego. Kondensacja wstępna następuje natychmiast po zmieszaniu rezorcyny z aldehydem mrówkowym, jednak przy stosowaniu nie podstawionej rezorcyny pożądaną produkt kondensacji wstępnej wytwarza się dopiero po ogrzaniu mieszaniny reakcyjnej w temperaturze 60°C w ciągu pół godziny. Przy stosowaniu wyższej lub niższej temperatury czas ogrzewania winien być odpowiednio skrócony lub przedłużony, co w poszczególnych przypadkach może być ustalone przy pomocy równoległe prowadzonych prób.

Przy stosowaniu produktów kondensacji z rezorcyną podstawioną kondensację przeprowadza się w każdorazowo dobranych warunkach. Zwłaszcza korzystne produkty kondensacji otrzymuje się przy stosowaniu 1-chloro-2,4-dwuhydroksybenzenfu, 1-metoksy-2,4-dwuhydroksybenzenfu lub 1-karboksy-2,4-dwuhydroksybenzenfu.

Dodatkowe hartowanie sposobem według wynalazku może być stosowane nie tylko do hartowania nici i włókien kazeinowych, ale również do zwiększenia trwałości wszelkiego rodzaju sztucznych produktów białkowych pochodzenia zwierzęcego, np. z żelatyny, lub ro-

ślinnego, np. białka z soi lub orzecha ziemnego. Korzyści osiągane przy tym są jakościowo takie same jakie otrzymuje się przy traktowaniu włókien kazeinowych.

Przy stosowaniu sposobu według wynalazku do ciągłego procesu wytwarzania włókien kazeinowych wilgotne nici kazeinowe otrzymywane w postaci pasma w zwykły sposób i wstępnie hartowane, tnie się na wiązki, które rozbija się, a następnie włókna w postaci kłaczków rozprzestrzenia na taśmie przenośnej, sicie przenośnym lub poruszającym się drewnianym ruszcie lub podobnym urządzeniu, przesyła dalej i po wymyciu traktuje się rozcieńczonym roztworem produktów wstępnej kondensacji rezorcyny z aldehydem mrówkowym, np. przez natryskiwanie. Do roztworu produktów kondensacji również dodaje się konieczną, odpowiednio obliczoną ilość środka ożywiającego, odpornego na kwas. Obróbka warstwy kłaczków włókna może odbywać się w przeciwnym kierunku w ten sposób, że świeży roztwór produktów wstępnej kondensacji doprowadza się w ostatnim miejscu obróbki, np. przez zraszanie warstwy kłaczków, podczas gdy ciecz nieco zużyta jest gromadzona i zrasza się nią w przedostatniej fazie, a ciecz jeszcze bardziej zużyta stosuje się do zraszania świeżo pociętych nitek.

W ten sposób można również i w pracy ciągłej wykorzystać całkowicie roztwór produktów wstępnej kondensacji.

Włókna obciążone produktem wstępnej kondensacji, a niekiedy i środkiem ożywiającym, uwalnia się następnie dokładnie od cieczy w sposób mechaniczny, np. przez odwirowywanie, po czym suszy się na taśmie w umiarkowanej temperaturze, np. 70°C, i wreszcie ogrzewa dodatkowo w ciągu około 15 minut w temperaturze 105°C w suszarce pracującej systemem ciągłym.

Przykład I. 10 kg włókien kazeinowych napawano w ciągu pół godziny w temperaturze pokojowej, w 40 litrach wstępnie kondensowanego roztworu rezorcyny z aldehydem mrówkowym. Roztwór ten otrzymano w ten sposób, że 0,5 kg rezorcyny rozpuszczono w 3 litrach

33%-owego aldehydu mrówkowego i następnie utrzymywano w ciągu pół godziny w temperaturze 60°C, przy czym wartość pH wynosiła 3,5. Po ostudzeniu dodano 37 l wody. Napawane włókna kazeinowe odwirowano, wysuszono w temperaturze 70°C, a następnie ogrzewano pół godziny w temperaturze 105°C.

Przykład II. Postępowano jak w przykładzie pierwszym, lecz stosując zamiast rezorcyny 1-chloro-2,4-dwuhydroksybenzen.

Przykład III. 0,5 kg rezorcyny rozpuszczono w 6 litrach 33%-owego aldehydu mrówkowego i utrzymywano roztwór w ciągu pół godziny w temperaturze 60°C, przy czym wartość pH nastawiono na 3,5. Po ostudzeniu dodano 34 l wody oraz 0,8 l normalnego roztworu środka ożywiającego i dobrze wymieszano. Normalny wodny roztwór ożywiający zawierał oprócz emulgatora, w 1 litrze 0,16 kg lanoliny i 0,3 kg oleju parafinowego. Następnie 10 kg wstępnie hartowanych i wysuszonych włókien kazeinowych zanurzono do otrzymanej cieczy, po czym odwirowano i ogrzewano 15 minut w temperaturze 105°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób uodporniania włókien białkowych na czynniki kwaśne przez nasycanie tych włókien produktami wstępnej kondensacji żywic syntetycznych i nagrzewanie wysuszonych włókien, znamienny tym, że do nasycania włókien stosuje się produkty wstępnej kondensacji rezorcyny z aldehydem mrówkowym w środowisku kwaśnym.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do wytwarzania produktów wstępnej kondensacji stosuje się rezorcynę podstawioną.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że do rozcieńczonego roztworu produktów wstępnej kondensacji dodaje się środka ożywiającego odpornego na działanie kwasów.

N. V. Onderzoekingsinstituut
„Research“

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych