

Warszawa, 26 marca 1934 r.

D06m 13/20

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 19564.

Kl. 8 k, 3.

Richard Lant
(Wiedeń, Austria).

Sposób traktowania wszelkich wyrobów włókienniczych pochodzenia roślinnego.

Zgłoszono 20 stycznia 1931 r.

Udzielono 17 stycznia 1934 r.

Wynalazek niniejszy dotyczy traktowania wyrobów włókienniczych pochodzenia roślinnego, a zwłaszcza z włókien sztucznie otrzymanych, chlorkami wyższych kwasów tłuszczowych.

Użyte w niniejszym opisie wyrażenie „estry wyższych kwasów tłuszczowych błonnika” oznacza estry błonnika kwasów tłuszczowych, które w postaci ich glicerydów tworzą główne składniki olejów i tłuszczów. Jako przykład takich estrów kwasów tłuszczowych mogą służyć estry kwasu stearynowego, palmitynowego, laurostearynowego i oleinowego błonnika, posiadające stosunkowo niski stopień estryfikacji i wogóle estry błonnika kwasów tłuszczowych, o ośmiu lub więcej atomach węgla.

Wiadomo, że błonnik w obecności piry-

dyny można estryfikować przy pomocy chlorków wyższych kwasów tłuszczowych, których rodniki posiadają osiem lub więcej atomów węgla, przyczem otrzymuje się ciała, rozpuszczające się w zwykłych lotnych rozpuszczalnikach organicznych.

Grün i Wittka stwierdzili, że przez estryfikowanie błonnika w bawełnie przy pomocy takich chlorków kwasów w obecności pirydyny można było otrzymywać produkty, nierozpuszczalne w zwykłych rozpuszczalnikach organicznych i mające wygląd dość kruchej masy włóknistej.

Analiza tych produktów wykazała, że zasadniczo odpowiadały one jedno- lub dwu-stearynowi albo jedno lub dwu-laurenowi błonnika, a wynik analizy dał 58,6% kwasu stearynowego w porównaniu z 66,3% (obliczonych dla jedno-stearynu)

i 74,81% kwasu stearynowego w porównaniu z 81,9% (obliczonych dla dwustearynu).

Z powyższego więc widać, że wynikiem przeprowadzonego przez nich niższego stopnia estryfikowania był produkt, którego budowa zbliżała się do mono-stearynu błonnika.

W patencie francuskim Nr 582390 proponowano estryfikowanie tkanin i nitok z błonnika, dla nadania im własności nieprzepuszczania wody.

W rzeczonym opisie patentowym omówiono przebieg tego stopnia estryfikacji przez użycie bezwodnika octowego i stosowanie pirydyny, jako czynnika zgęszczającego, przyczem stwierdzono, iż w charakterze czynników estryfikujących zamiast bezwodników kwasów tłuszczowych można zastosować ich chlorki.

Wynalazca, przeprowadzając doświadczenia nad estryfikowaniem wszelkiego rodzaju surowców i tkanin pochodzenia roślinnego w sposób, ujawniony przez Grüna i Wittka, otrzymał produkty, nieposiadające użytecznego stopnia wytrzymałości.

Celem zapewnienia niesięgającej tak daleko destrukcji tkaniny przy estryfikowaniu jej przy pomocy odczynników, stosowanych przez Grüna i Wittka, estryfikowanie powinno być przeprowadzane w t. zw. warunkach łagodnych, np. przez użycie roztworów czynników estryfikujących, i zasad słabszych od pirydyny, przyczem obniżenie temperatury, w której przeprowadza się estryfikowanie, i zwiększenie okresu estryfikowania pokrywają spadek szybkości reakcji, która prawdopodobnie następuje wskutek zwiększenia rozcieńczenia chlorku kwasu w cieczy estryfikującej i obniżenie temperatury reakcyjnej.

We francuskim opisie patentowym Nr 693803 Nathansohna proponowano wytwarzanie nieprzyjmujących wody włókien lub tkanin pochodzenia roślinnego, przez poddawanie ich łagodnemu traktowaniu zapo-

mocą estryfikujących pochodnych wyższych kwasów tłuszczowych celem zapewnienia wprowadzenia do tkanin pewnej proporcjonalnej ilości rodników kwasowych, nieznacznie przekraczających ilość rodników, zawartych w naturalnym włóknie, oraz stosować bezwodniki lub chlorki kwasów w obecności czynników zgęszczających.

Patent ten wyjaśnia, że można użyć w wysokim stopniu rozcieńczony roztwór chlorku stearylowego, zawierający np. od $\frac{1}{2}$ do 1% bezwodnika, rozpuszczonego w rozpuszczalniku obojętnym, w temperaturze 70 — 100°C, przyczem traktowanie trwać powinno sześć godzin, albo też można estryfikowany materiał zanurzyć w kąpieli z bezwodników wyższych kwasów tłuszczowych i traktować tkaninę przez sześć godzin w temperaturze 70°C.

Pominąwszy, że podobne wyniki można otrzymać przez użycie chlorków takich kwasów tłuszczowych w nieobecności rozpuszczalników, w których utworzone estry błonnika będą nierozpuszczalne, to patent ten nie podaje żadnych wskazówek, w jakich warunkach należy przeprowadzać estryfikowanie.

W niemieckim opisie patentowym tego samego Nathansohna, zaznaczono jednak, że można użyć roztwór 5 — 10% chlorku wyższego kwasu tłuszczowego w połączeniu z dwu-etyloaniliną, przyczem nitki lub tkaniny traktuje się w roztworze w temperaturze 60 — 80°C w ciągu 24 godzin, co powoduje, jak to stwierdził wynalazca niniejszy, wprowadzenie zupełnie nieznacznej ilości rodników kwasu tłuszczowego do materiału błonnika i bardzo duże osłabienie wytrzymałości tkaniny.

Sposób ulepszania materiału włókienniczego pochodzenia roślinnego, przez estryfikowanie chlorkami wyższych kwasów tłuszczowych według niniejszego wynalazku, znamienny jest tem, że materiały włókiennicze poddaje się na okres czasu, nie

przekraczający jednej godziny, najlepiej w ciągu 30 minut, estryfikowaniu, w temperaturach, zawartych między 60 i 120°C, mieszaniną chlorków wyższych kwasów tłuszczowych i pirydyny o takim zgęszczeniu i w takich ilościach w stosunku do materiału wyjściowego, iż przez estryfikowanie otrzymuje się wzrost ciężaru materiału wyjściowego, nie przekraczający 25 % jego wagi początkowej.

Stężenie wyższego kwasu tłuszczowego w mieszaninie estryfikującej, proporcja, w której go użyto w stosunku do materiału wyjściowego i temperatury, w jakich przeprowadza się estryfikowanie, są czynnikami, wzajemnie od siebie zależnymi.

Np. w poszczególnym przypadku 1 część chlorku stearynowego, zmieszanego z 10 częściami pirydyny w danej temperaturze skuteczniały stopień estryfikacji, wyrażający się wzrostem wagi o 13 %, a w innych podobnych warunkach stosunek 1 części chlorku stearylowego do 7½ części pirydyny dawały wzrost ciężaru o 20 %, podczas gdy stosunek chlorku kwasu do pirydyny wynosił 1 : 15, wzrost ciężaru wynosił blisko 6 %.

Następnie stwierdzono, że w danej temperaturze i przy danym stężeniu chlorku stearylowego w roztworze pirydyny, wzrost ciężaru był tem większy, im większy był stosunek użytego chlorku stearylowego do traktowanego materiału, przy czem czas trwania estryfikowania pozostał ten sam.

Wskutek wzrostu stosunku chlorku stearylowego do traktowanego materiału w jednej grupie doświadczeń, w których stosuje się ilość chlorku stearylowego równą 130 % ciężaru materiału traktowanego, wzrost ciężaru wynosił do 5 % w temperaturze 60°, 20 % w temperaturze 70° i 30 % w temperaturze 75°, podczas gdy przy użyciu chlorku stearylowego w ilości równej 40 % materiału wzrost ciężaru o 20 % zapewniono przez przeprowadzenie procesu estryfikacji w

temperaturze 100°, podczas gdy stopień estryfikacji spadał szybko wraz ze spadkiem temperatury, w której przeprowadzano estryfikację.

Ogólnie mówiąc, jeżeli wzrost ciężaru, zapewniony przez estryfikację, przekracza 25 %, wtedy spadek wytrzymałości otrzymanego materiału, w porównaniu z materiałem wyjściowym, staje się coraz większy.

W jednym przypadku stwierdzono np., że przez estryfikowanie do zwiększenia ciężaru o 25 %, wytrzymałości traktowanych i nietraktowanych tkanin przedstawiały się w stosunku 90 do 100. Gdy estryfikowanie przeprowadzano w innych warunkach do wzrostu ciężaru o 50 %, wówczas wytrzymałość traktowanych tkanin, przedstawiała się w stosunku 60 do 100. W razie przeprowadzania estryfikacji celem zapewnienia jeszcze większego wzrostu ciężaru wytrzymałość spada proporcjonalnie. W ten sposób przy przeprowadzaniu estryfikacji celem zapewnienia wzrostu ciężaru o 70 % względna wytrzymałość traktowanych i nietraktowanych tkanin przedstawia się w stosunku 35 do 100.

Produkty, otrzymane według wynalazku, są bardziej odporne na działanie wody, niż materiał, z którego są wykonane i, we wszystkich przypadkach, wykazują znaczną różnicę przy chwycie.

W zastosowaniu do traktowania tkanin w sztukach okazało się konieczne utrzymywanie traktowanego materiału w ruchu w cieczy reakcyjnej, przez przeciąganie materiału w pojedynczej warstwie z jednego wałka na drugi.

Na rysunku uwidoczniło urządzenie do wykonania sposobu według wynalazku, a mianowicie na fig. 1 w rzucie poziomym, a na fig. 2 w przekroju poprzecznym.

Liczba 1 oznacza panew, umieszczoną w komorze 2, z płaszczem 3 dla kąpieli wodnej.

Podczas pracy płaszcz 3 zawiera zwy-

kle wodę, wrzącą pod ciśnieniem atmosferycznym, aby temperatura w komorze nie przekraczała 90°C.

Do dolnej połowy 2 komory jest przymocowana górna połowa 4 przy pomocy np. trzpieni przechodzących przez kołnierze 5 i 6.

W górnej połowie komory znajduje się wąż 7, wyposażony w przykrywą 8, która może być zaopatrzona w okienko z przezroczystego materiału, celem ułatwienia kontrolowania i dozorowania materiału, podawanego traktowaniu. Liczby 9 i 10 oznaczają wały, osadzone odpowiednio w łożyskach 11 — 11 i 12 — 12. Na wałach tych są osadzone koła zębate 13 i 14, zazębiające się z kołem zębatym 15, osadzonym na wale 16, umieszczonym w odpowiednich łożyskach 17 — 17. Wał ten może być obracany w obu kierunkach przez osadzony na nim tryb stożkowy 18 za pośrednictwem jednego z pary trybów stożkowych 19 i 20, osadzonych na wale 21, obracanym stale w tym samym kierunku przez koło napędowe 22.

Koła stożkowe, osadzone na wale 16, sprzęgnięte są ze sprzęgłem 23, osadzonym przesuwnie na wale zapomocą klina tak, iż może być przez nie obracane jedno lub drugie z kół stożkowych, powodując w ten sposób obracanie się wału 16 w jednym lub drugim kierunku w celu nawijania materiału 24 z bębna 25, osadzonego na jednym wale na bęben 26, osadzony na drugim wale, i z tego ostatniego bębna na pierwszy bęben.

Naturalnie z komorą i naczyniem reakcyjnym może być połączone urządzenie do regulowania dopływu do nich cieczy reakcyjnej i cieczy płóczonej podczas procesu traktowania materiału bez konieczności otwierania komory.

Podczas pracy urządzenia jeden koniec tkaniny jest przymocowany do jednego z bębnow i nawijany na niego, a drugi koniec jest przymocowany do drugiego bębna.

Tkanina musi być dokładnie wysuszona przed wprowadzeniem jej do urządzenia, lub w samym urządzeniu przed wprowadzeniem do niego mieszaniny reakcyjnej, poczem przeprowadza się estryfikację, przyczem mieszanina reakcyjna zostaje potem usunięta, a tkaninę płóczy się w tem samym urządzeniu.

W przykładach są podane szczegóły, wskazujące odpowiednie sposoby wykonania wynalazku.

Przykład I. 10 kg starannie wysuszonego batystu bawełnianego o wadze $1 \text{ m}^2 = 80 \text{ g}$, o szerokości 80 cm i długości około 160 m, traktuje się w omówionem urządzeniu, nawijając z jednego wałka na drugi, w temperaturze 60°C w ciągu pół godziny roztworem 10 kg chlorku stearylowego w 100 litrach starannie odwodnionej pirydyny. Następnie ciecz wylewa się z naczynia reakcyjnego, a tkaninę płóczy się w pirydynie, którą potem odciąga się z tkaniny możliwie dokładnie, pozostałe zaś reszty w tkaninie, usuwa się przez podniesienie temperatury w naczyniu reakcyjnym. Następnie tkaninę traktuje się 2%-owym roztworem mydła, zawierającym $\frac{1}{2}\%$ węglańu sodu, płóczy się i suszy. Wzrost ciężaru tkaniny może wynosić około 8 — 9%.

Przykład II. 5 kg viskozowej tkaniny jedwabnej traktuje się zasadniczo w podobny sposób, lecz w temperaturze 80°C, roztworem 2,5 kg chlorku stearylowego w 30 litrach starannie odwodnionej pirydyny w ciągu pół godziny, poczem tkaninę po uwolnieniu jej od pirydyny, przemywa się. Otrzymany w ten sposób wzrost ciężaru wynosi, w danym przypadku 7 do 8%.

Przykład III. 10 kg bawełniano-wełnianej tkaniny dzianej traktuje się przez pół godziny w wyżej wspomniany sposób, lecz w temperaturze 120°C, roztworem 4 kg chlorku stearylowego w 60 litrach starannie odwodnionej pirydyny. Następnie tkaninę uwalnia się z pirydyny i płóczy, przy-

czeniu wzrost ciężaru w tym przypadku wynosi około 20%.

Ogólnie biorąc dla celów praktycznych, pożądanem byłoby przeprowadzać estryfikowanie raczej chlorkiem stearylowym, niż chlorkiem oleinowym, wskutek np. jednolitości otrzymywanego w handlu kwasu stearynowego, w porównaniu z handlowym kwasem oleinowym, oraz wskutek większej łatwości, z jaką przeprowadza się estryfikację przy użyciu chlorku stearylowego i jaśniejszej barwy otrzymanych estrów kwasu stearynowego.

Sposobem według niniejszego wynalazku mogą być traktowane tkaniny i przędziwo mieszanane, to jest zawierające włókna i nieroślinne, o ile one nie zawierają materiałów, na które wpływa ujemnie traktowanie.

Wreszcie można zaznaczyć, że obecność nawet małych ilości wody w pirydynie powoduje stratę chlorków kwasów wskutek hydrolizy, jak to widać z faktu, że gdy użyto 50 litrów pirydyny, zawierającej 0,036% wody, ilość wody, obecna w pirydynie, wystarczyła do przeprowadzenia hydrolizy 600 g chlorku stearylowego.

Reasumując powyższe, we wszystkich przypadkach ilość użytej pirydyny przewyższa znacznie ilość chlorku stearylowego w mieszaninie reakcyjnej, wskutek czego, gdyby w pirydynie była obecna woda, wówczas znaczna ilość użytego chlorku stearylowego uległaby rozkładowi i nie od-

grywałaby żadnej roli w estryfikowaniu błonnika.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób traktowania wszelkich wyrobów włókienniczych pochodzenia roślinnego, w celu estryfikowania ich chlorkami wyższych kwasów tłuszczowych, znamieny tem, że materiały włókiennicze poddaje się nie dłużej niż w przeciągu jednej godziny, a najlepiej w ciągu 30 minut, estryfikowaniu w temperaturach pomiędzy 60° a 120°C mieszaniną chlorków wyższych kwasów tłuszczowych i pirydyny o takim stężeniu i w takich ilościach w stosunku do materiału włókienniczego, iż otrzymuje się dzięki estryfikowaniu wzrost jego ciężaru, nieprzekraczający 25% jego wagi początkowej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że stosuje się roztwór chlorków wyższych kwasów tłuszczowych w pirydynie, zawierający od 7,5 do 15 części wagowych pirydyny na 1 część chlorku kwasu tłuszczowego.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tem, że podczas przebiegu estryfikacji estryfikowany materiał utrzymuje się w cieczy reakcyjnej w ruchu.

Richard Lant.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.

