

2744-30/5.05-39

Aluminium Alcoholates
in the
Textile Industry

Aktenvermerk:
P.I.Dr. Wi. Me.

Freibstoffwerk, den 9.8.43.

Betrifft: ST 62 248 IVd/8k, Verfahren zur Veredelung von
Textilfasern (Ausscheidung aus St 60 817).

Es wurden verschiedene Fasern und Gewebe mit folgenden Lösungen
behandelt:

- 1) 300 g Aluminium-*sek.*-butylat in 600 g Butylalkohol.
- 2) 300 g Aluminium-*sek.*-Butylalkohol in 600 g Heptan.
Nach dem Verdunsten des Lösungsmittels wurden ver-
schiedene Nachbehandlungen vorgenommen:
a) Olivenölavivage, b) Erdnussölavivage, c) ~~Behandlung~~
mit Paraffin, d) Behandlung mit Paraffin und. oder
10%iger Marseiller-Seifenlösung.

Um eine Erhöhung der Wasserechtheit von substantiven Färbungen
mit Hilfe von Aluminium-Alkoholaten nachzuweisen, wurde mit
Sirius Lichtrot 4 Bl gefärbte Baumwolle, Viskosekunstseide sowie
Zellwolle mit Aluminiumbutylat behandelt (s.Anlage).

Weiterhin wurde Aluminiumalkoholat zur Mattierung von Kunstfaser-
erzeugnissen verwandt. Anliegend befindet sich ein Muster von
verschieden behandelter Viskosekunstseide, die den Mattierungs-
effekt klar erkennen lässt.

Der wasserabweisende Effekt nach der Alkoholbehandlung wird an Hand
von verschieden behandelter Kunstseide sowie Baumwollrohnessel
nachgewiesen (s.anliegende Kartons).

Hierbei zeigte sich insbesondere die Alkoholatimprägnierung mit
Paraffin und oder Marseiller-Seife eine besonders gute Wirkung,
wie nach üblichen Methoden nachgewiesen wurde (Muldenprobe und
Wasserdruckprobe).

Anlage:

13 Faser- u. Stoffmuster.

d/ Herrn Dr. Brunnert
z. d. Akten.

Aktenvermerk

Treibstoffwerk, den 1. Febr. 1941

Dr. Wi/Bi

Betr.: Besprechung mit Dr. zum Tobel, Chefchemiker der Textilausrüstungsgesellschaft Schroers & Co., Krefeld, am 28.1.41
Besprechung mit Dr. Stock, Staatliche Appretur- und Färbereischule, Krefeld.

Dr. zum Tobel zeigte großes Interesse für die Aluminium-Alkoholate, insbesondere für Butal, und ich erklärte ihm die Eigenschaften der Alkoholate sowie die Ergebnisse der Untersuchungen von Professor Weltzien über die Verwendung des Butals als Textilhilfsmittel. Er will hiervon folgende Verwendungsmöglichkeiten des Butals als Textilhilfsmittel nachprüfen:

- a) Als Mattierungsmittel für Kunstseiden,
- b) als wasserabstoßendes Mittel,
- c) zur Verbesserung der Waschechtheit.

Eine Verwendung als Textilhilfsmittel schien ihm nach seiner Überschlagsrechnung trotz Anwendung eines organischen Lösungsmittels, z.B. sek.-Butylalkohol zunächst nicht in Frage gestellt, da die Faser für Alkohole, insbesondere für die höheren, ein geringes Quellvermögen aufweist.

Als Proben hatte ich Butal und sek.-Butylalkohol mitgebracht. Dr. zum Tobel war erstaunt, daß wir sek.-Butylalkohol besitzen, und er gab an, den sek.-Butylalkohol von der Hiag zu beziehen. Ich klärte ihn über den wahrscheinlichen Ursprung des Alkohols bei der Hiag auf, und er will sich noch mit uns in Verbindung setzen. Ich konnte entnehmen, daß die TAG für den sek.-Butylalkohol über RM 1,50 pro kg bezahlt. Neben meinem Vorschlag anstatt Alkohol irgendeine passende Benzinfraktion als Lösungsmittel zu verwenden, erwähnte ich kurz unser Polymerbenzin (Dilenol), das ihn ebenfalls interessierte.

Wir kamen noch auf Kunstharz zu sprechen, und es stellte sich heraus, daß insbesondere die farblosen Polyacrylsäureester als Textilhilfsmittel eine immer wachsende Bedeutung besitzen. Die TAG bezieht Plexigum von Rhöm und Haas sowie von der I.G. in ca. 30%iger Lösung und bezahlt hierfür RM 2,20 pro kg. Dr. zum Tobel

bedauerte, daß beide Firmen s.St. nicht genügend Kunstharze liefern können. Ich erklärte ihm, daß wir ebenfalls nächstem farblos/plexigum-ähnliche Harze auf neuartiger Basis herstellen, wofür er großes Interesse zeigte (NB: dies wäre eine Anwendung unseres Polymethylisopropenylketons in Lösung!). Er erklärte mir das einseitige Aufbringen von Plexigum auf Viskose- oder Acetatkunstseide, zeigte einige Proben von auf diese Art wasserdicht gemachten, feingewebigen Seiden, die hauptsächlich für elegantere Regen-Damenkleidung verwendet werden (Stoffprobe beiliegend). Dr. zum Tobel will sich wegen größerer Versuchsmengen an Butal und Polymerbenzin eventuell auch Kunstharzlösungen mit uns noch in Verbindung setzen.

Anschließend suchte ich Dr. Stock auf, um mit ihm wegen der laufenden Probleme Rücksprache zu nehmen. Zunächst hatte Dr. Stock mit unserem partiell oxydierten Rohparaffin bei Verwendung verschiedener alkalischer Zusätze mehrere ausgezeichnete Emulsionen hergestellt, deren Verwendung als Anstrichstoffe er für sehr aussichtsreich hält. Die Emulsion war pastös, feinteilig (hell), und trocknete auf einer Glasplatte zu einem verhältnismäßig harten Film auf. Ich schlug vor, unser Emekalharz gemeinsam mit oxydiertem Paraffin, das als Weichmacher und Emulgator funktionieren soll, zu emulgieren. Dr. Stock scheint schon einige Firmen für derartige Paraffin-Anstrichstoffe interessiert zu haben. Zur Weiterentwicklung benötigt er jetzt größere Mengen an Rohparaffin ähnlicher Säurezahl wie die erste Probe.

Hierauf berichtete ich ihm über meine Versuche zur Verdickung von Lösungsmitteln mittels Carbutal und schlug ihm vor, in dieser Richtung die lacktechnische Verwendung des Carbutals weiter zu verfolgen. Er bestätigte mir, daß dies eventuell ein bedeutender Absatzmarkt sein könnte, da verdickte Lacklösungsmittel in großen Mengen gebraucht werden und außerdem heute die gebräuchlichen Verdicker wie Paraffin, Wachse etc. zu sehr bewirtschaftet sind. Das noch zu verlassene Verdickungsmittel, ein Salizyläther scheint außerordent-

lich teuer zu sein.

Was die Prüfung unseres Eichelharnses anbelangt, so sind die Versuche voll im Gange und Dr. Stock sieht in ihm ein hochwertiges Produkt.

H. Niedmann.

G.

Aktennotiz

Dr. Wi./Pi., den 18. Dezember 1940.

Betr.: Besprechung mit Dr. Stock, Staatliche Appretur- und Färbereischule, Krefeld, am 9. Dezember 1940.

Anwesend:

**Dr. Stock
Dir. Dr. Grimme
Dr. Wiedmann**

Dr. Stock hatte verschiedene Versuche mit unseren Alkoholaten, insbesondere mit Propal und Carbutal, durchgeführt. Mit Propal versuchte er die Verdickung einiger Öllacke und führte Anstrichproben mit Bleimennige aus. Nach den bisherigen Versuchen erreichte er noch keinen homogenen Anstrich, ausserdem war immer eine geringe Ausscheidung im Lack zu beobachten. Das Propal war in Kolophonium glatt löslich und dessen Säurezahl ging auf $\frac{1}{3}$ der gemessenen zurück. Farbe und Härte des Kolophoniums waren nicht beeinflusst worden. Er nahm an, dass mit der überschüssigen Säure ein Aluminiumresinat entstand. Das Produkt war in Lacklösungsmittel vollkommen löslich. Jedoch zeigten auch diese Lacke wieder geringe Ausscheidungen (wahrscheinlich Aluminiumhydroxyd, das noch untersucht werden soll). Es wurde vorgeschlagen, durch Wasserezugabe eine weitere Zersetzung absichtlich herbeizuführen und die Lacke durch Ausscheiden von Aluminiumhydroxyd zu verdicken.

Das Carbutal in Benzol gequollen ergab eine vollkommen beständige Gallerte, die zu weiteren Versuchen für die Lackverdickung verwendet werden soll. Es wurde ausserdem vorgesehen, anstatt des Propals zukünftig das Butal zu verwenden, das bedeutend bessere Löslichkeitseigenschaften aufweist.

Dr. Stock hielt das Propal für technische Zwecke infolge seiner stückigen Form für günstiger. Zusammenfassend ging aus diesen Vorversuchen mit den Alkoholaten hervor, dass sich die Wasserempfindlichkeit der Alkoholate für lacktechnische Zwecke störend auswirken kann.

Ein Versuch, mit unserem gebleichten Hartparaffinen beständige Emulsionen herzustellen, ist bisher nicht gelungen, jedoch verspricht sich Dr. Stock bei Anwendung eines Rohparaffins mit einem höheren Gehalt an niedrigschmelzenden Bestandteilen einen grösseren Erfolg. Vor allen Dingen zeigte er Interesse für die teilweise oxydierenden Paraffine, die durch ihren Fettsäuregehalt leichter emulgierbar sind.

Die bisherigen Vorversuche mit unserem Ketonharz haben die Gleichwertigkeit mit dem AW2-Harz der I.G. gegeben und Dr. Stock legte uns die Herstellung dieser Harze nahe, da nach seinem Wissen die I.G. derzeit keinesfalls der Nachfrage genügen kann. Er betonte, dass das AW2-Harz als Vertreter der Ketonharze heute eine besondere Bedeutung gewonnen hat, da seines Wissens für den Innenanstrich von Silos, in denen saure Lebensmittel, beispielsweise ^{gelagert werden,} Sauerkraut, nur AW2-Harz verwandt werden kann. Was die Farbe unseres Harzes anbelangt, so hält es Dr. Stock für wahrscheinlich, dass im grossen und bei Verwendung der geeigneten Apparatur noch bedeutend hellere Harze resultieren und er riet, zwecks Bau einer kleinen Versuchsanlage mit Firma Sommer-Schmidting, Düsseldorf, die auf diesem Gebiet grosse Erfahrungen aufzuweisen hat, in Verbindung zu treten. (Dr. Stock teilte am 13.12. das Resultat einer persönlichen Rücksprache mit einem Inhaber der Firma Sommer-Schmidting mit, aus dem hervorging, dass dem Bau einer Versuchsanlage von einigen 100 Kilogramm Kapazität auch eine Kennziffer nichts in Wege steht.)

Zunächst wünscht Dr. Stock für ausführliche Versuche (Anstrichproben, Bewitterung usw.) einige Kilogramm unseres Harzes in einem möglichst harten und hellen Zustand. Ebenso soll ihm Rohparaffin sowie partiell oxydiertes Hartparaffin übersandt werden. Als Decknamen für die Ketonharze schlug Dr. Wi.

- 3 -

"Mekal-Hars" vor (MEK (Amerik.) = Methyl Ethyl Ketone,
al = aldehyd; entsprechend den Kopalen).

liberianum. R.

Dr. Wiedmann

Stennotis
Wi/Ba. den 22.11.40

Betr.: Besprechung mit Prof. Dr. Weltzien u. Frau Dr. Windegg-Schultze, Textilforschungsanstalt, Krefeld am 20.11.40

Aluminium-Alkoholat als Textilhilfsmittel.

Prof. Weltzien zeigte entsprechend der fernmündlichen Vorbesprechung einige Baumwoll- u. Kunstseidestränge, die mit substantiven Farbstoffen gefärbt waren. Ein Teil der Proben war mit 6 %iger Butallösung im Butylalkohol behandelt und gedämpft worden. Diese Avivage ergab eine außerordentliche Erhöhung der Wasserechtheit, sowohl bei der Viskosekunstseide als auch Baumwollfärbung. Nach Weltziens Ansicht scheint diese Verbesserung der Echtheitseigenschaften heute eine große Rolle zu spielen, da in der Strangfärberei, z.B. von Krawatte-, Schirm- u. Futterstoffen, nicht die teuren Indanthrenfarben, sondern bedeutend billigere substantive Farbstoffe, die jedoch nicht wasserecht sind, Verwendung finden. Es wird hierbei nicht eine absolute Waschechtheit verlangt, sondern eine Wasserechtheit, die ein "Verlaufen" der Farben bei Einwirkung von weichem Wasser, z.B. Regen, verhindert. Nicht nur für die Strangfärberei, sondern auch für die Stückfärberei scheint eine solche Avivage infrage zu kommen.

Außer einer wesentlichen Verbesserung der Wasserechtheit war bei der Alkoholatbehandlung, wie zu erwarten, ein Matt-effekt zu erzielen, der allerdings modeabhängig ist, jedoch für die weitere Zukunft erwünscht erscheint, da auch für die Kunstfasern der matte Glanz der Naturfaser immer mehr angestrebt wird.

Das bisher angewandte Mittel zur Verbesserung der Wasserechtheit und zur Erzeugung eines Matteffekts war das Aluminiumtriformiat, das hauptsächlich von der Firma Zschimmer u. Schwarz, Greiz-Döhlau unter dem Namen "Altriform" in den Handel gebracht wird. Prof. Weltzien wollte die Herstellungsfirma zunächst nicht nennen, da er es nicht als seine Aufgabe ansah, die Güte zweier konkurrierenden Produkte gegen-

einander abzuwägen. Er wollte jedoch auf meine Veranlassung inoffiziell einige vergleichende Versuche mit Altriform durchführen.

Jedenfalls scheint das Altriform in sehr großen Mengen in der Textilindustrie gebraucht zu werden. Über den Preis desselben wußte Prof. Weltzien nicht Bescheid, da ihm diese Textilhilfsmittel kostenlos zur Verfügung stehen. Jedenfalls scheint das Altriform gegenüber unserem Butal in wirtschaftlicher und betriebstechnischer Beziehung einige Vorteile aufzuweisen:

- 1) Das Altriform ist wasserlöslich, wobei also das Lösungsmittel keine Kosten verursacht, während beim Alkoholat die Hauptkosten im Preis der Fracht des Lösungsmittels (Benzin oder Alkohol) liegen, dessen Rückgewinnung sich in der Textilindustrie kaum lohnt.

Demgemäß kann das Altriform in festem Zustand versandt werden, während das Alkoholat vorteilhaft ca. 5 %ig in einem unserer eigenen Lösungsmittel angeboten wird. Dies entspräche einem etwa 25-fachen Versandvolumen gegenüber dem Altriform.

Prof. Weltzien sah hierin keinen zu großen Nachteil, da das infolgekommende Textilindustriegebiet Krefeld-Wuppertal-Gladbach nahe am Produktionsort liegt.

- 2) Unsere Alkoholatlösung ist feuergefährlich, was bei wässrigen Aluminium-Formiatlösungen nicht der Fall ist. Gegen Benzin als Lösungsmittel besteht in der deutschen Textilindustrie heute noch eine Abneigung, sodaß man auf Alkohol angewiesen wäre. Die Amerikaner dagegen benutzen heute schon Lackfarben in organischen Lösungsmitteln zum Bedrucken von Geweben, welches Verfahren sicher früher oder später von der deutschen Industrie übernommen wird. Als

Als Preis für 100 kg 5 %iges Aluminium-sek.-Butylatlösung in sek.-Butylalkohol habe ich RM 75.- bis 80.- angenommen.

Was das Schutzrecht bezw. die Anmeldung zum Patent anbelangt, so macht Prof. Weltzien keine Rechte geltend u. er hält seine Tätigkeit nach Fertigstellung des Gutachtens für abgeschlossen. Auch betonte er, daß er ein endgültiges Werturteil nicht fällen und entscheidende Versuche der Praxis überlassen

möchte. Er schlug vor, nach Übersendung des Gutachtens
in 2 - 4 Wochen uns eine Zusammenkunft mit Dr. zum Tobel,
dem Chefchemiker der Textilausrüstungs-Gesellschaft. Gladbach.
zu vermitteln.

H. P. ...

A handwritten signature in dark ink, appearing to be a stylized 'P' or similar character, located at the bottom right of the page.

TEXTILFORSCHUNGSANSTALT KREFELD e.v.

WISSENSCHAFTLICHES LABORATORIUM

An das

Steinkohlenbergwerk
Rheinpreussen
Treibstoffwerk
z.Hd.v. Herrn Dr. Wiedmann

STEINKOHLBERGWERK
RHEINPREUSSEN
Posteingang
15. AUG. 1940

POSTANSCHRIFT: KREFELD, ADLERSTR. 18
(BITTE GENAU BEACHTEN)

FERNRUUF KREFELD 262 64

BANKKONTO:

DEUTSCHE BANK FILIALE KREFELD

H o m b e r g / N d r h .

IHRE NUMMER:

IHR DATUM:

UNSERE NUMMER: Pr.W/K. TAG: 14.8.40

BETRIFFT:

mg

Wir haben uns wegen der Verwendung von Aluminiumsalzen nochmals verschiedentlich umgesehen und dabei festgestellt, dass neuerdings Aluminiumtriformiat zum Nachbehandeln von Färbungen, insbesondere zur Verbesserung der Wasserechtheit substantiver Färbungen Verwendung findet. Es dürfte dies damit zusammenhängen, dass Aluminium in geringer Menge auf der Faser niedergeschlagen wird und so echtheitsverbessernd wirkt. Wenn wir uns im Augenblick auch noch kein genaueres Bild machen können, so wäre es doch vielleicht möglich, dass man auch Aluminium-Alkoholate zu ähnlichen Zwecken verwenden könnte, und wir möchten hiermit fragen, ob Sie Interesse daran haben, wenn auch diese Frage nochmals nachgeprüft wird. Die Verbesserung der Echtheit von substantiven Färbungen ist ein Gebiet von recht grosser Bedeutung, weil die Mehrzahl aller Färbungen auf Viskosekunstseide und Viskosezellwolle dieser Art sind und auf die Verbesserung der Echtheitseigenschaften heute ein erheblicher Wert gelegt wird.

Wir sehen Ihrer Stellungnahme entgegen und zeichnen mit

Heil Hitler!

TEXTILFORSCHUNGSANSTALT KREFELD e.v.

Der Direktor:

Weltzien
Prof. Dr. Weltzien

Aktennotiz

Wi/Ba. den 5.7.40

Betr.: Besprechung mit Prof. Weltzien und Frau Dr. W. Schöler, Textilforschungsanstalt Krefeld, über Verwendung von Al-Alkoholaten als Textilhilfsmittel.

Die Besprechung zeitigte folgendes Resultat:

Sowohl der porös-wasserabweisende Effekt bei Behandlung von Geweben mit der Kombination Al-Butylat-Paraffin- und Seifen-nachbehandlung als auch der Matteeffekt bei Behandlung der Faser mit Al-Butylatlösung-Ölavivage erschienen zunächst nicht ungünstig. Insbesondere die Mattierung der Faser mit Al-Alkoholat gelang bei Nachbehandlung mit Ölavivage (in Wasser emulgiert) recht gut, insbesondere, da eine außerordentlich feine Verteilung des Al-hydroxyds auf der Faser zu beobachten war. Die Waschunechtheit erschien Prof. Weltzien nicht als größter Mangel, da in der Industrie teilweise absichtlich waschunechte Mattierungsmittel verwandt werden, die nur bezwecken sollen, die Ware zu beschweren. Für diesen Zweck kommt jedoch das leichte Al-hydroxyd nicht in Frage und erscheint die Titanmattierung trotz des hohen Preises, der durch die Beschwerung leicht kompensiert wird, bei weitem günstiger. Außerdem zeigt Titandioxyd eine außerordentlich hohe Deckkraft. Die Al-oxyd-Mattierung käme also hauptsächlich nur für eine Halb-Mattierung in Frage, die jedoch weitgehend wieder von dem wechselnden Bedarf und der Mode abhängig ist. Ein grundlegender Nachteil der Al-Alkoholatbehandlung sah Prof. Weltzien in der Tatsache, die Alkoholate nur in Gegenwart von organischen Lösungsmitteln, hauptsächlich Alkohol und Benzin, anwenden zu können, da diese 1. die Quellung und das Dehnvermögen der Faser behindern und 2. ihre Einführung in der Textilindustrie aus wirtschaftlichen, betrieblichen und konservativen Gründen sehr schwierig erscheint. Trotzdem betonte Prof. Weltzien die amerikanische Textilforschung, die neuerdings auf der Basis von in organischen Lösungsmitteln gelösten Kunst- und Farbstoffen arbeitet, indem durch einfaches Bedrucken in einem Arbeitsgang das Gewebe hydrophobiert und gefärbt wird.

Meine Frage, ob außer dem Fixieren des Al-oxids durch Bügeln auf die Faser auch die Hydrolyse des Alkoholats durch Dämpfen versucht worden wäre, bejahte Frau Dr. W. Schultze und erklärte, keinen besseren Erfolg erhalten zu haben. Es erscheint auch naheliegend, da die Faser mit einem Wassergehalt von ungefähr 11 % genügend Feuchtigkeit zur Hydrolyse des Alkoholats liefert. Abschließend kamen wir zu dem Ergebnis, daß die Al-Butylat-Behandlung von Geweben zwecks Imprägnierung und Mattierung gegenüber den bisher angewandten Methoden keine überragenden Vorteile aufzuweisen hat, und daß insbesondere wegen der organischen Lösungsmittel zunächst keine Einführung in die Textilindustrie zu erwarten ist.

H. Gredemann.

An die
Textil-Forschungsanstalt e.V.,
K r e f e l d .
Adlerstr. 18

Gr/Ba.

26. April 1940

Aluminium-Alkoholatverbindungen.

Wir beziehen uns auf die Besprechung unserer Herren Direktor Dr. G r i m m e und Dr. Wiedmann am 25.4.40 bei Ihnen.

Bei dieser Gelegenheit teilten wir Ihnen mit, daß in unserem Betriebe mit der Erzeugung von Aluminium-Alkoholatverbindungen zu rechnen ist, die in Alkoholen und Kohlenwasserstoffen löslich sind. Neben anderen Verwendungszwecken verfolgen wir die Möglichkeit, diese Alkoholate für sich allein oder im Gemisch mit weiteren textiltechnisch wertvollen Produkten als Textilausrüstungsmittel zu verwenden. Aus den genannten Verbindungen der Alkoholate läßt sich Aluminiumhydroxyd leicht auf der Faser durch verschiedenartig durchführbare Hydrolyse in sauberster Form unter Rückgewinnung des Alkohols ausfällen. Es interessiert uns die Verwendungsmöglichkeit solcher Aluminiumoxyd-Imprägnierung als Grundlage für Farblacke. Ferner dachten wir an kombinierte Abscheidungen von Aluminiumoxyd und Paraffin aus paraffinhaltigen Lösungen der Alkoholate, um Gewebe wasserundurchlässig zu machen. Wir wiederholen daher unsere Bitte, diese Möglichkeiten in Ihrer Anstalt zu prüfen und erwarten die Mitteilung der Bedingungen, unter denen für Sie eine solche Prüfung möglich sein wird.

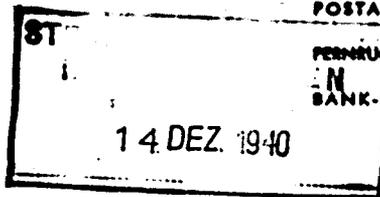
an Textil-Forschungsinstitut, Berlin.

Die zu einer Untersuchung benötigten Proben können wir Ihnen über die bereits bei Ihnen abgegebenen Proben der Alkoholat-Lösungen hinaus in jeder Menge zur Verfügung stellen.

An das

Steinkohlenbergwerk
Rheinpreussen
Treibstoffwerk

H o m b e r g / N d r h .



POSTANSCHRIFT: KREFELD, ADLERSTRASSE 16

PERNUM KREFELD 26234

BANK-KONTO: DEUTSCHE BANK, FILIALE KREFELD

IHRE NUMMER: Wi/Ba.

IHR DATUM: 16.8.1940 UNSERE NUMMER: J.U. 3925/0. TAG: 13.12.1940

Fortsetzung

Privates Gutachten.

R

Dieses Gutachten wird erstattet nach den Ihnen mit Schreiben vom 3.5.1940 bekanntgegebenen und von Ihnen mit Schreiben vom 9.5.1940 anerkannten Bedingungen. Danach darf dieses Gutachten nur zu Ihrer privaten Information und nur innerhalb Ihres Betriebes Verwendung finden. Es darf weder im Original noch in Abschrift oder auszugsweise an andere Firmen weitergegeben werden.

Dieses Gutachten befaßt sich lediglich mit den unten aufgeführten Fragen. Weitere Folgerungen können daraus nicht gezogen werden.

Betr.: Prüfung von Aluminiumbutylat, das in sekundärem Butylalkohol bzw. Heptan gelöst ist, auf seine textiltchnische Verwendbarkeit.

Untersuchungsmaterial:

- 1 Muster Aluminiumbutylat, gelöst in sekundärem Butylalkohol.
- 1 Muster Aluminiumbutylat, gelöst in Heptan (normal).
- 1 Muster Aluminiumbutylat und Paraffin, gelöst in Heptan.
- 1 Muster sekundärer Butylalkohol.

Untersuchung.

In Fortsetzung unserer früheren Untersuchungen wurde die Verwendbarkeit von Aluminiumbutylat, gelöst in sekundärem Butylalkohol, zur Verbesserung der Wasserechtheit von substantiven Färbungen auf Cellulosefasern wie Baumwolle, Kunstseide und Zellwolle geprüft.

Diesem Zwecke dienten die folgenden Versuche.

a) Ausfärbung verschiedener Cellulosefasern:

An Cellulosefasern kamen zur Anwendung: Gebleichte Baumwolle, Viskosekunstseide und Zellwollgarn. Diese Fasern wurden mit zwei substantiven Farbstoffen, dem Siriuslichtrot 4 BL und dem Benzobraun G in Strangform ausgefärbt. Die mit Siriuslichtrot 4 BL auf Cellulosefasern hergestellten Färbungen besitzen nur eine mässige bis genügende Wasserechtheit, die Färbungen mit Benzobraun G sind noch bedeutend wasserunechter.

Die Ausfärbungen erfolgten im Flottenverhältnis 1 : 40 mit 2 % Farbstoff unter Zusatz von 10 % wasserfreiem Natriumsulfat (bezogen auf das Gewicht der Faser) bei 80°C. Die Färbedauer war 20 Minuten.

b) Nachbehandlung der gefärbten Cellulosefasern mit

Aluminiumbutylat:

Ein Teil der gefärbten Baumwoll-, Viskosekunstseiden- und Zellwollsträngchen wurde 10 Minuten in der Lösung von Aluminiumbutylat in sekundärem Butylalkohol umgezogen. Nachdem das Lösungsmittel sich verflüchtigt hatte, wurden die Stränge zur Abscheidung von Aluminiumhydroxyd 10 Minuten einem Wasserdampfströme

ausgesetzt und anschliessend bei Raumtemperatur getrocknet.

Nach dieser Behandlung erschienen die Fasern, insbesondere die Kunstseide und Zellwolle deutlich mattiert (vgl. hierzu S.6 unseres Gutachtens I.U. 3925 vom 6.6.1940).

c) Nachbehandlung der mit Benzobraun G gefärbten Cellulosefasern mit einem Handelsprodukt ähnlicher Zusammensetzung (bezeichnet mit A).

Ein Teil der gefärbten Baumwoll-, Viskosekunstseiden- und Zellwollsträngchen wurde während 15 Minuten bei 35°C in einer 0,5 prozentigen wässrigen Lösung des Handelsproduktes A umgezogen. Vor dem Eingehen in das Nachbehandlungsbad wurden die Strängchen in destilliertem Wasser genetzt. Nach der Behandlung wurden sie gespült und bei Raumtemperatur getrocknet.

d) Prüfung auf Wasserechtheit:

Die mit Siriuslichtrot 4 BL gefärbten bzw. die mit diesem Farbstoff gefärbten und mit Aluminiumbutylatlösung nachbehandelten Färbungen wurden auf Grund der "Verfahren, Normen und Typen" der Echtheitskommission der Fachgruppe für Chemie der Farben- und Textilindustrie im Verein Deutscher Chemiker (8. Ausgabe; 1939) auf Wasserechtheit geprüft.

Bei der Wasserechtheitsprüfung der gefärbten Baumwolle wurden 3 Gewichtsteile Färbung mit je 1 Teil Baumwolle bzw. Viskosekunstseide, Wolle und Seide verflochten und über Nacht in Wasser von etwa 20°C (Flotte 1 : 20) eingelegt, ausgedrückt und bei gewöhnlicher Temperatur getrocknet.

Bei der Wasserechtheitsprüfung der gefärbten Viskosekunstfasern wurden 4 Gewichtsteile Färbung mit je 1 Teil Wolle, Baumwolle, Seide und Viskosekunstseide verflochten und 1 Stunde bzw. über Nacht in Wasser von etwa 20°C (Flotte 1 : 20) eingelegt, ausgedrückt und bei gewöhnlicher Temperatur getrocknet.

Nach Ablauf der Wasserechtheitsprüfung wurde die Veränderung der Farbtiefe des gefärbten Materials und vor allem die Anfärbung der mitverflochtenen ungefärbten Fasern beurteilt.

Diese selben Versuche wurden auch mit den mit Benzobraun G gefärbten bzw. den mit diesem Farbstoff gefärbten und mit Aluminiumbutylat und dem Handelsprodukte A nachbehandelten Färbungen ausgeführt.

Die beigelegten Mustertafeln veranschaulichen die Ergebnisse der Wasserechtheitsprüfungen.

Die verbessernde Wirkung der Wasserechtheit substantiver Färbungen durch eine Nachbehandlung mit Aluminiumbutylat ist bereits bei dem echteren Siriuslichtrot 4 BL zu erkennen. Ein Vergleich der unbehandelten mit den behandelten Proben zeigt eine deutliche Abnahme der Überfärbung auf die beigelegten ungefärbten Fasern bei dem mit Aluminiumbutylat nachbehandeltem Material. Diese wasserechtheitsverbessernde Wirkung von Aluminiumbutylat tritt noch viel deutlicher bei dem sehr unechten Benzobraun G in Erscheinung.

Auf der betreffenden Mustertafel sind ausser den Echtheitsprüfungen auch die Original-Färbungen im unbehandelten und behandelten Zustände nebeneinandergestellt. Es fällt auf, dass das

bei diesen Färbungen ebenfalls zur Anwendung gelangte Handelsprodukt A im Gegensatz zu dem Aluminiumbutylat die Fasern nicht matteniert, dagegen die Färbung farbtiefer aussehen lässt, ohne aber einen Farbumschlag herbeizuführen.

Was die wasserechtheitsverbessernde Wirkung des Handelsproduktes A anbetrifft, so muss diese dem Aluminiumbutylat als überlegen bezeichnet werden. Dies gilt besonders für die Färbungen auf Viskosekunstseide. Wenn auch die Wasserechtheit der mit Benzobraun G hergestellten Färbungen nach der Behandlung mit dem Handelsprodukte A noch nicht mit "sehr gut" bewertet werden kann, so ist doch die Anfärbung des weissen Fasermaterials bedeutend zurückgegangen.

Zusammenfassung.

Der Beschreibung unserer Versuchsergebnisse ist zu entnehmen, dass sich unsere Vermutung, Aluminiumbutylat zur Verbesserung der Wasserechtheit substantiver Färbungen verwerten zu können, durchaus bestätigt hat.

Wenn wir trotzdem noch Zweifel hegen, ob die Einführung dieser Verbindung in die Textilindustrie gelingen wird, so ist es vor allem wieder wegen der Notwendigkeit des Arbeitens mit organischen Lösungsmitteln, die eine Rückgewinnung erforderlich machen und bei den Verbrauchern daher wenig beliebt sind.

Hinzu kommt, dass bereits Produkte ähnlicher Art im Handel sind, die für den gleichen Verwendungszweck empfohlen werden. Wir haben ein solches Präparat, das das Aluminiumsalz einer orga-

nischen Säure darstellt, in unsere Untersuchungen mit einbezogen und hierbei feststellen müssen, dass dieses Produkt - abgesehen von seiner Wasserlöslichkeit - auch noch den Vorteil einer stärkeren Verbesserung der Wasserechtheit einer besonders unechten substantiven Färbung besitzt.

Über die Kosten dieses Handelsproduktes ist uns nichts bekannt, doch ist keinesfalls anzunehmen, dass es preislich ungünstiger als etwa Aluminiumbutylat mit sekundärem Butylalkohol als Lösungsmittel liegt.

Falls die Brauchbarkeit des Aluminiumbutylates zur Verbesserung der Wasserechtheit substantiver Färbungen weiter verfolgt werden soll, sind grössere Versuche in einer Färberei anzuraten.

TEXTILFORSCHUNGSANSTALT KREFELD e.V.

Der Direktor: *W- Sch*

Weltzien

Prof. Dr. Weltzien

TEXTILFORSCHUNGSANSTALT KREFELD WISSENSCHAFTLICHES LABORATORIUM

An das

Steinkohlenbergwerk
Rheinpreussen
Treibstoffwerk

H o m b e r g / N d r h .

POSTANSCHRIFT: KREFELD, ADLERSTRASSE 18

FERNRUF KREFELD 26254

BANK-KONTO: DEUTSCHE BANK, FILIALE KREFELD

IHRE NUMMER: Gr/Ba.

IHR DATUM: 26.4.40

UNSERE NUMMER: J.U. 3925 K TAG: 6.6.1940

STEINKOHLENBERGWERK
RHEINPREUSSEN
Posteingang
- 7. JUN. 1940

Privates Gutachten.

Dieses Gutachten wird erstattet nach den Ihnen mit Schreiben vom 3.5.1940 bekanntgegebenen und von Ihnen mit Schreiben vom 9.5.1940 anerkannten Bedingungen. Danach darf dieses Gutachten nur zu Ihrer privaten Information und nur innerhalb Ihres Betriebes Verwendung finden. Es darf weder im Original noch in Abschrift oder auszugsweise an andere Firmen weitergegeben werden.

Dieses Gutachten befaßt sich lediglich mit den unten aufgeführten Fragen. Weitere Folgerungen können daraus nicht gezogen werden.

Betr.: Prüfung von Aluminiumbutylat, das in sekundärem Butylalkohol bzw. Heptan gelöst ist, auf seine textiltechnische Verwendbarkeit.

Untersuchungsmaterial:

- 1 Muster Aluminiumbutylat, gelöst in sekundärem Butylalkohol.
- 1 Muster Aluminiumbutylat, gelöst in Heptan (normal).
- 1 Muster Aluminiumbutylat und Paraffin, gelöst in Heptan.
- 1 Muster sekundärer Butylalkohol.

Untersuchung.

Die zur Untersuchung erhaltenen Lösungen von Aluminiumbutylat in sekundärem Butylalkohol bzw. Heptan und in Heptan mit Paraffinzusatz sollten auf ihre textiltechnische Brauchbarkeit untersucht werden.

I.) Allgemeine Prüfung der Eigenschaften der Aluminiumbutylat-Lösungen:

Die drei Aluminiumbutylatlösungen zeigten eine schwache Opaleszenz. Schon nach kurzer Zeit liessen Proben, die den drei Mustern entnommen und der atmosphärischen Luft ausgesetzt worden waren, deutlich eine weisse Fällung von Aluminiumhydroxyd erkennen, das sich infolge der starken wasseranziehenden Eigenschaft dieser Lösungen gebildet hatte. Die Lösungsmittel des Aluminiumbutylats, der sekundäre Butylalkohol und das Heptan, verflüchtigten sich bei Zimmertemperatur und hinterliessen als Rückstand in einem sehr fein verteilten Zustande reines weisses Aluminiumhydroxyd.

II.) Prüfung der Aluminiumbutylatlösungen auf ihre textiltechnische Brauchbarkeit:

Die textiltechnische Anwendungsmöglichkeit von Aluminiumbutylatlösungen dürfte sich hauptsächlich auf zwei Arten von Veredlungsvorgängen beschränken, und zwar auf die porös-wasserabweisende bzw. wasserdichte Imprägnierung von Textilwaren und auf die Mattierung von Kunstfasererzeugnissen.

1a) Prüfung der Aluminiumbutylatlösungen auf ihre Eignung zur porös-wasserabweisenden bzw. wasserdichten Imprägnierung von Textilwaren.

Die Erzielung eines porös-wasserabweisenden Effektes bei Textil-

fasererzeugnissen wird vielfach durch Behandlung dieser Materialien mit löslichen Aluminiumsalzen, vorzugsweise Aluminiumacetat, erreicht, das sich nach dem Trocknen der Fasern als wasserunlösliches basisches Aluminiumacetat abscheidet.

Von diesem Gesichtspunkte aus wurde ein kunstseidener Kleidestoff mit den Lösungen Aluminiumbutylat-Butylalkohol bzw. Aluminiumbutylat-Heptan imprägniert. Die Lösungen kamen in unverdünntem Zustande zur Anwendung. Das nach dem Verdunsten der Lösungsmittel sich auf der Faser abscheidende Aluminiumhydroxyd wurde durch heisses Bügeln der Gewebeabschnitte in wasserunlösliches Aluminiumoxydhydrat übergeführt. Wie aus der unten ausgeführten Prüfung (Tabelle I) hervorgeht, wurde hierdurch nur ein geringer wasserabweisender Effekt erreicht.

Ein stärkerer wasserabweisender Effekt wird häufig dadurch erzielt, dass man stark hydrophob wirkende Kohlenwasserstoffe (z.B. Paraffin) zusammen mit dem Aluminiumoxydhydrat auf der Faser abscheidet. Wir haben deshalb den gleichen kunstseidenen Kleidestoff mit der aus Aluminiumbutylat-Paraffin-Heptan bestehenden Lösung, die diesen Voraussetzungen entspricht, in unverdünntem Zustande imprägniert. Durch heisses Bügeln der Gewebeabschnitte wurde das auf der Faser nach dem Verdunsten der Lösungsmittel niedergeschlagene Aluminiumhydroxyd in unlösliches Aluminiumoxydhydrat verwandelt (Vergl. hierzu Tabelle I).

Eine weitere Vergrößerung der Hydrophobie konnte dadurch ermöglicht werden, dass nach der Abscheidung von Aluminiumhydroxyd und einem gelinden Trocknen der Fasern, das lediglich zur Verflüchtigung des Lösungsmittels diente, eine Seifennachbehandlung mit ei-

ner 10 proz. Seifenlösung erfolgte. Bei diesem Imprägnierungsverfahren bildete sich die stark hydrophob wirkende, wasserunlösliche Aluminiumseife, die sich in fein verteiltem Zustande auf dem Gewebe niederschlug. Diese Versuche wurden mit der Aluminiumbutylat-Butylalkohol und der Aluminiumbutylat-Heptan-Paraffin-Lösung durchgeführt.

Die so erreichten porös-wasserabweisenden Effekte haben sämtlich den grossen Nachteil, dass sie nicht waschbeständig sind.

Zur Erzielung einer wasserdichten Imprägnierung von Textilwaren kam lediglich die paraffinhaltige Aluminiumbutylat-Lösung in Betracht, deren Paraffingehalt von uns zur Verstärkung des Imprägnierungseffektes auf 100 g erhöht wurde. Ausserdem wurde in einem weiteren Versuch eine Seifennachbehandlung des mit dieser Lösung imprägnierten Gewebes vorgenommen. Die diesbezüglichen Versuche wurden sämtlich mit ungebleichtem Baumwollnessel ausgeführt. Durch Prüfung der imprägnierten Gewebeabschnitte (siehe Tabelle II) wurde die verbesserte Wirkung des erhöhten Paraffinzusatzes mit und ohne Seifennachbehandlung festgestellt.

1b) Prüfung der Imprägnierungseffekte.

Zur Prüfung der Imprägnierungseffekte fanden folgende Verfahren Anwendung:

a) Auf sämtlichen Gewebeproben wurden kleine Mengen Wasser aufgetropft. Je stärker der Imprägnierungseffekt bei einem Gewebe war, desto kugelig war die Gestalt des Tropfens bzw. desto grösser war sein Randwinkel. Bei den Kleiderstoffproben wurde der günstigste Effekt bei dem Gewebeabschnitt erhalten, der mit Aluminiumbutylat-Heptan-Paraffinlösung imprägniert und mit Marseiller-

Seifenlösung nachbehandelt worden war.

b) Muldenprobe: Die zu prüfenden Gewebe wurden auf der offenen Seite eines Becherglases mit Hilfe eines Gummiringes glatt aufgespannt. Bei allen drei Proben war der Durchmesser der Bechergläser derselbe (5 cm). Durch Eindrücken der aufgespannten Gewebefläche bildete sich in allen drei Fällen eine kleine, gleichmässige Mulde. Diese Mulden wurden mit je 20 ccm Wasser gleichzeitig gefüllt und die Zeit vom Einfüllen des Wassers bis zum Durchlaufen des ersten Tropfens mit Hilfe einer Stoppuhr gemessen. Es wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Tabelle I

Material: Kunstseidener Kleiderstoff:

<u>Behandlungsart:</u>	<u>Durchlaufszeit:</u>
Aluminiumbutylat-Butylalkohol; ohne Seifennachbehandlung	10 Sekunden
Aluminiumbutylat-Butylalkohol; mit Seifennachbehandlung	5 Minuten
Aluminiumbutylat-Heptan; ohne Seifennachbehandlung	8 Sekunden
Aluminiumbutylat-Heptan-Paraffin; ohne Seifennachbehandlung	2 Minuten
Aluminiumbutylat-Heptan-Paraffin; mit Seifennachbehandlung	8 Minuten

c) Wasserdruckprobe: Die Wasserdruckprobe kommt vorwiegend zur Bestimmung der Wasserdichtigkeit von Geweben in Frage. Sie ist zur Feststellung des porös-wasserabweisenden Effektes weniger geeignet.

Die Prüfung wurde folgendermassen ausgeführt: Ein ca. 20 cm hohes und ca. 10 cm breites zylindrisches Rohr wurde einseitig

mit dem zu prüfenden Gewebeabschnitt glatt bespannt. Das so bespannte vertikal ausgerichtete zylindrische Rohr wurde frei hängend befestigt und langsam mit Wasser gefüllt.

Der Durchlauf des ersten Wassertropfens durch das Gewebe entspricht einer mit Hilfe einer Millimeterskala gemessenen Wassersäule. Es wurden folgende Resultate erhalten.

Tabelle II

Material: Ungebleichter Baumwollnessel:

<u>Behandlungsart</u>	<u>Höhe der Wassersäule</u>
Aluminiumbutylat-Heptan	3 cm
Aluminiumbutylat-Heptan-Paraffin (25 g)	5 cm
Aluminiumbutylat-Heptan-Paraffin (100 g)	8 cm
Aluminiumbutylat-Heptan-Paraffin (100 g) mit Seifennachbehandlung	9 cm

III. Prüfung der Aluminiumbutylatlösungen auf ihre Eignung zur

Mattierung von Kunstfasererzeugnissen.

Die Tatsache, dass das auf dem Fasermaterial niedergeschlagene Aluminiumhydroxyd in sehr feiner Verteilung vorliegt, lässt die Eignung dieses Produktes als Auflagemattierungsmittel, wie diese vorzugsweise für Kunstfasererzeugnisse Anwendung finden, vermuten.

Um zu entscheiden, inwieweit das Aluminiumbutylat für die Mattierung kunstseidener Fasererzeugnisse brauchbar ist, wurden folgende Versuche ausgeführt:

Ein ungebleichter Viskosekunstseidenstrang wurde mit Aluminiumbutylat-Butylalkohol-Lösung getränkt. Nach dem Verdunsten des Butylalkohols trat ein äusserst starker Matteffekt auf. Da die

Aluminiumhydroxydteilchen jedoch nur lose an der Fasersubstanz haften, ist die Mattierung für technische Zwecke unbrauchbar; sie staubt stark. Doch konnte das Stauben durch fetthaltige Bindemittel beseitigt werden! Z.B. wurden der Aluminiumbutylat-Heptan-Lösung geringe Mengen Erdnussöl zugesetzt. Der hierin behandelte Viskosekunstseidenstrang zeigte bei einem sehr guten Matteffekt eine kaum staubende Mattierung.

Anstelle des Erdnussöls liess sich durch Nachbehandlung des mit Aluminiumbutylat getränkten Viskosekunstseidenmaterials mit einer wässrigen Olivenölemulsion ebenfalls erreichen, dass die erzeugte Mattierung kaum noch staubte.

Inwieweit der mit Aluminiumhydroxyd erhaltene Mattierungseffekt gefärbtes Material beeinflusst, wurde an einem Viskosekunstseidensträngchen, das mit Brillantbenzoblau 6B gefärbt war, geprüft. Durch die Nachmattierung wurde der Farbton nicht wesentlich verschleiert.

Ebenso wie die Imprägnierung ist auch die durch Aluminiumbutylat bewirkte Mattierung nicht waschecht.

Zusammenfassung.

Wie die Versuche ergeben haben, ist das in sekundärem Butylalkohol bzw. Heptan gelöste Aluminiumbutylat, wenn es in Verbindung mit Seife angewandt wird, zur Herstellung von porös-wasserabweisenden Imprägniereffekten geeignet.

Bei Zusatz von grösseren Mengen Paraffin oder anderen hydrophob wirkenden Kohlenwasserstoffen lassen sich hiermit auch waserdichte Imprägnierungen auf Textilwaren erreichen.

Ferner konnte mit dem Aluminiumalkoholat eine Auflagemattierung (Entglänzung) von Kunstfasern hergestellt werden, wie diese vorwiegend bei Viskose- und Kupferkunstfasern häufig angestrebt wird.

Hierzu ist zu bemerken, dass die Abscheidung wasserunlöslicher Aluminiumverbindungen wie Aluminiumoxydhydrat oder Aluminiumseife auf der Faser an sich bekannte Imprägnierverfahren sind, die auch heute noch trotz des hierfür erforderlichen Zweibadverfahrens, besonders in der Strangfärberei Anwendung finden. Wenn uns die Einführung der Aluminium-Alkoholate als Imprägnierungsmittel in die Praxis trotzdem wenig aussichtsvoll erscheint, so liegt dies in der Waschunechtheit dieser Imprägnierungen und der Anwesenheit der organischen Lösungsmittel begründet, wie wir weiter unten noch näher ausführen werden.

Ebenso dürfte auch die Anwendung des Aluminiumbutylats in Verbindung mit Paraffin zum Wasserdichtmachen von Geweben industriell kaum in Frage kommen, da zur Ausführung derartiger Gewebeaufrüstungen heute vorwiegend neben Gummilatex Fettemulsionen in wässriger Lösung mit Erfolg Verwendung finden. Der Gebrauch eines Stoffes, der in einem organischen Lösungsmittel gelöst ist, ist in der Praxis nämlich nicht beliebt, da die hiermit ausgeführten "Trockenimprägnierungen" wegen der Rückgewinnung des Lösungsmittels weit kostspieliger sind als die im allgemeinen auch wesentlich bessere Effekte liefernden "Nassimprägnierungen".

Was die Eignung des Aluminiumbutylats als Mattierungsmittel anbetrifft, so ist besonders die äusserst gleichmässige und feine Verteilung des Aluminiumhydroxydes auf der Faser von Bedeutung. Der durch das Aluminiumhydroxyd erzeugte Matteffekt be-

wirkt zwar optisch eine geringere Glanzverminderung als das heute für diese Zwecke technisch allgemein eingeführte Titandioxyd. Da Aluminiumalkoholat dürfte daher nur für sogenannte Halbmattierungen angebracht sein. Bezüglich der Nachteile, die in dem Vorhandensein des organischen Lösungsmittels liegen, gilt wiederum das oben gesagte.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass sich das in verschiedenen Lösungsmitteln vorliegende Aluminiumbutylat weniger zur Hydrophobierung als zur Mattierung von Textilfasern eignet, aber auch hierin die bereits im Handel befindlichen Mattierungsmittel nicht erreicht.

Ein wesentlicher Nachteil der mit Aluminiumbutylat ausgeführten Faserveredlungen liegt in dem Mangel an Waschfestigkeit sowohl der Hydrophobierung als auch der Mattierung. Begründet ist dies wahrscheinlich in der Verwendung alkoholischer Aluminiumlösungen, die entquellend auf die Faser wirken.

Eine Aussicht, die Aluminiumalkoholate für färbereitechnische Zwecke zu verwenden, scheint uns ebenfalls nicht gegeben, da die Beizenfärberei heute nur wenig Anwendung findet und zum Färben von Cellulosekunstfasern wohl überhaupt nicht in Frage kommt.

TEXTILFORSCHUNGSANSTALT KREFELD e. V.

Der Direktor: *W. Weltzien*

W. Weltzien
Prof. Dr. Weltzien