

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

65941

Patent dodatkowy
do patentu _____

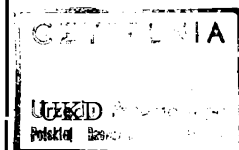
Kl. 39b⁵,9/30

Zgłoszono: 02.IV.1969 (P 132 729)

Pierwszeństwo: _____

MKP C08g 9/30

Opublikowano: 20.XII.1972



Współtwórcy wynalazku: Dominik Nowak, Zygmunt Hehn, Gertruda Staniec

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia Śląska (Polska)

Sposób wytwarzania melaminowej kationowo-czynnej żywicy do hydrofobowej impregnacji tkanin

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania melaminowej kationowo-czynnej żywicy do hydrofobowej impregnacji tkanin.

Znany jest sposób otrzymywania żywicy melaminowej do hydrofobowej impregnacji tkanin według patentu nr 49314 polegający na kondensacji 1 mola melaminy z 5—8 moli formaldehydu w temperaturze 80—90°C przy pH równym 8—9 w czasie 5—20 minut i następną eteryfikację otrzymanej polimetylolomelaminy alkoholem metylowym w wodnym środowisku w temperaturze 40—65°C przy pH równym 5—6,5 w ciągu 20—30 minut, ponownej kondensacji zetyfikowanej żywicy z formaldehydem przy zastosowaniu na 1 część wagową żywicy 0,2—2 części wagowych wodnego roztworu formaldehydu o stężeniu 36% w temperaturze 60—90°C przy pH równym 8—9 w czasie 5—30 minut, uwolnieniu dekontensowanej żywicy od wody i nieprzereagowanego formaldehydu przez odparowanie pod zmniejszonym ciśnieniem oraz ponownej eteryfikacji za pomocą metanolu przy zastosowaniu na 1 część wagową 0,5—6 części metanolu przy pH poniżej 2 w temperaturze normalnej lub nieprzekraczającej 50°C w czasie 5—30 minut, po czym powstałą żywicę po zobojętnieniu i oddzieleniu lotnych składników estryfikuje się kwasem stearynowym stosując na 1 część żywicy 0,6—1,4 części kwasu. Estryfikację prowadzi się pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze 160—200°C do uzyskania liczby kwasowej poniżej 10, po czym ester ten

2

rozkłada się za pomocą trójetanoloaminy w temperaturze 100—140°C w czasie poniżej 2 godzin.

Uzyskany na tej drodze produkt wykazuje wysoką zdolność do emulgowania, daje apreturę trwałą niespieralną i nieusztyniającą.

Celem wynalazku jest dalsze ulepszenie jakości produktu i rozszerzenie jego stosowania zwłaszcza do impregnacji tkanin namiotowych.

Sposobem według wynalazku 100 części wagowych żywicy zestyfikowanej kwasem stearynowym miesza się z 5—30 częściami wagowymi, korzystnie z 10 częściami wagowymi stearynianu trójetanoloaminy oraz 2—10 częściami wagowymi, korzystnie 3 częściami wagowymi trójetanoloaminy, całość ogrzewa się w temperaturze 100—135°C korzystnie w 120°C do uzyskania produktu o liczbie kwasowej do 30 mg KOH/g. Następnie do powstałego produktu dodaje się 25—30 części wagowych parafiny.

Produkt końcowy w normalnej temperaturze jest substancją woskową, koloru żółtego. W ciepłej wodzie z dodatkiem kwasu octowego tworzy stabilną białą emulsję.

Uzyskane w ten sposób emulsje są stabilne również wobec katalizatorów polikondensacji, a po naniesieniu na tkaninę i zahartowaniu nadają wysoką wodoodporność tkaninom bawełnianym, wiskozywym i mieszanym.

Przykład I. Do kolby okrągłodennej wlewa się 770 g formaliny 36%, zobojętnia się kwaśnym węglanem sodu do pH 8,5 po czym wsypuje się 220 g

melaminy. Zawartość kolby miesza się i ogrzewa do temperatury 85°C. Czas kondensacji w tej temperaturze wynosi 5 minut. Następnie produkt reakcji lekko chłodzi się i dodaje 1200 g metanolu i 12 g kwasu solnego 36%. Estryfikację prowadzi się w czasie 40 minut w temperaturze 55–60°C przy pH = 5,5. Po tym okresie eteryfikacji roztwór alkalizuje się kwaśnym węglanem sodu, filtruje i prowadzi oddestylowanie metanolu formaldehydu i wody.

Po odpędzeniu wody i innych lotnych składników miesza się jedną część wagową żywicy z jedną częścią wagową formaliny 36% nastawia pH na 8,5 i całość ogrzewa w temperaturze 85°C w czasie 15 minut. Następnie dokondensowaną w ten sposób żywicę odwadnia się pod próżnią. Starannie podgęszczoną żywicę rozpuszcza się w równowagowej ilości metanolu, potem dodaje się do tego roztworu stężony kwas solny w celu nastawienia na pH 1. Całość miesza się w normalnej temperaturze w czasie 30 minut, a następnie dodaje w celu zobojętnienia węglan sodu, przeprowadza filtrację i oddestylowuje metanol.

Uzyskaną żywicę miesza się z kwasem stearynowym stosując na 10 części żywicy 11 części kwasu stearynowego i ogrzewa pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze 180–200°C aż do zmniejszenia się liczby kwasowej do wartości poniżej 8. Czas ogrzewania wynosi około 2 godziny.

Otrzymany ester miesza się ze stearynianem trój-

etanoloaminy i trójetanoloaminą w następujących proporcjach: na 100 części estru 10 części stearynianu trójetanoloaminy i 3 części trójetanoloaminy. Mieszaninę tę ogrzewa się w temperaturze 120°C do uzyskania produktu łatwo emulgującego się w zakwaszonej wodzie. Reakcja trwa zwykle 1 godzinę. Następnie do powstałego produktu dodaje się 25 części wagowych parafiny taflowej.

Produkt wykazuje wodoodporność na tkaninie BH-103/2 w próbie Koszela ponad 24 godzin. Stalność kąpielii impregnacyjnej wynosi 10 godzin.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania melaminowej kationowo-czynnej żywicy do hydrofobowej impregnacji tkanin przez estryfikację wysoko skondensowanej i eteryfikowanej melaminy kwasem stearynowym i ogrzewanie z trójetanoloaminą według patentu nr 49314, **znamienny tym**, że 100 części wagowych żywicy zestryfikowanej kwasem stearynowym miesza się z 5–30 częściami wagowymi, korzystnie z 10 częściami wagowymi stearynianu trójetanoloaminy oraz 2–10 częściami wagowymi korzystnie 3 częściami wagowymi trójetanoloaminy, całość ogrzewa się w temperaturze 100–135°C, korzystnie w 120°C do uzyskania produktu o liczbie kwasowej do 30 mg KOH/g, po czym do otrzymanego produktu dodaje się 25–30 części wagowych parafiny.

Errata

Na pierwszej stronie opisu patentowego po: Patent dodatkowy do patentu **brak** nr 49314