

URZĄD PATENTOWY



C08g 9/02

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 35102

Kl. 39 ^{65 9/02} ~~1240~~

American Cyanamid Company

(New York, N. Y., Stany Zjednoczone Ameryki)

Sposób wytwarzania mieszanin zawierających aminotrójazynowoaldehydowe produkty kondensacji w stanie koloidalnego rozproszenia

Zgłoszono 30 listopada 1946 r.

Udzielono patentu 7 marca 1952 r.

Pierwszeństwo: 31 lipca 1942 r. (Stany Zjednoczone Ameryki)

Wynalazek dotyczy wytwarzania mieszanin zawierających aminotrójazynowoaldehydowe produkty kondensacji w stanie koloidalnego rozproszenia.

Aminotrójazynowoaldehydowe produkty kondensacji jak żywice melaminowoformaldehydowe, żywice amelinowoformaldehydowe oraz żywice, powstające przez kondensację aldehydu mrówkowego z guanaminami, wytwarzano już dawniej zarówno w postaci żywic wysoko spolimeryzowanych, jak też w postaci półproduktów rozpuszczalnych w wodzie albo w rozpuszczalnikach organicznych. Wynalazek dotyczy wytwarzania wodnych koloidalnych roztworów częściowo spolimeryzowanych produktów kondensacji tego typu.

Stwierdzono, że aminotrójazynowoaldehydowe produkty kondensacji, wytwarzane w obecności określonej ilości wolnego kwasu, albo też poddawane później działaniu tej samej ilości kwasu, można przeprowadzić w stan koloidalnego rozproszenia, przy czym z koloidalnymi cząst-

kami żywicy związane są dodatnie ładunki elektryczne i podczas elektroferazy cząstki te wykazują zdolność wędrówki do katody.

Roztwory koloidalne, otrzymywane sposobem według wynalazku, wytwarza się stosując jako materiały wyjściowe aminotrójazyny albo sole aminotrójazyn. Według każdego ze sposobów wytwarzania przygotowuje się najpierw aminotrójazynowoaldehydowe produkty kondensacji typu kwaśnego. Posiadają one następujące właściwości:

- 1) Świeżo przygotowane tworzą przezroczyste roztwory zarówno w wodzie jak i w kwasie.
- 2) Przezroczystą wodną roztwory, starzejąc się, przekształcają się najpierw w koloidy hydrofilowe, następnie przechodzą w stan żelu rozpraszalnego w wodzie, a wreszcie po odsączeniu i wysuszeniu dają żywicę nierozpuszczalną w wodzie.
- 3) W przypadku melaminowoaldehydowych produktów kondensacji mieszanina zawiera od

2 do 2,5 mola związanego aldehydu na każdy mol melaminy.

4) Wartość p_H 15%go wodnego roztworu jest zawsze mniejsza niż 4,0 a zwykle mniejsza od 3. Stosunek ilości kwasu do ilości aminotrójazyny w tych żywicach jest zmienny w zależności od rodzaju użytego kwasu, na ogół jednak większy jest dla kwasów słabych niż dla mocniejszych. Optymalne wartości p_H i stosunkowe ilości niektórych podano w przykładzie II.

Okazało się, że roztwory wodne aminotrójazynowoaldehydowych produktów kondensacji „typu kwaśnego“ podlegają stopniowej polimeryzacji, co polega na stopniowym wzroście wielkości cząstek aż do osiągnięcia rozmiarów rzędu koloidalnego. W takim stanie cząstki częściowo spolimeryzowanej żywicy aminotrójazynowoaldehydowej posiadają określony dodatni ładunek elektryczny, czego dowodem jest ich wędrówka ku katodzie podczas elektroforezy roztworu. Stanowi to bardzo doniosłą właściwość roztworu żywicy, ścinającej się pod wpływem ciepła, ponieważ dzięki temu można osadzać żywicę w postaci bardzo cienkiej błonki na po-

wierzchniach metalowych i na ujemnie naładowanych materiałach, np. takich jak włókna celulozowe. Tak więc osiąga się np. znaczne polepszenie wytrzymałości papieru w stanie mokrym dzięki dodaniu dodatnio naładowanych koloidalnych roztworów według niniejszego wynalazku do dobrze rozbitej miazgi papierowej.

Okres czasu, potrzebny do zestarzenia się przezroczystego roztworu aminotrójazynowoaldehydowych produktów kondensacji „typu kwaśnego“ aż do stanu koloidalnego, w którym cząstki posiadają dodatni ładunek elektryczny, zależy od warunków starzenia się.

Na ogół proces starzenia się ulega skróceniu przez podwyższenie temperatury, albo też przez zwiększenie stężenia roztworu żywicy „typu kwaśnego“, albo wreszcie przez obniżenie ilości obecnego kwasu. Efekt zmian tych czynników przedstawiono na załączonej tablicy, przy czym badana żywica była otrzymana według przykładu I ust. 1, rozpuszczona we wrzącej wodzie, oziębiona, po czym dodano do niej odpowiedniej ilości kwasu solnego.

Stężenie żywicy	Stosunek HCl do żywicy w molach	Starzenie się przy 70°C			Starzenie się przy 85°C	
		24 godz.	48 godz.	72 godz.	24 godz.	48 godz.
20	1 : 1	lekko zamglenie	błękitne zamglenie	żel	błękitne zamglenie	żel
10	1 : 1	przezroczyste	lekko zamglenie	błękitne zamglenie	lekko zamglenie	błękitne zamglenie
20	1 : 2	przezroczyste	lekko zamglenie	biały osad	biały żel	—
10	1 : 2	przezroczyste	przezroczyste	błękitne zamglenie	przezroczyste	lekko zamglenie
20	1 : 3	niewielki osad	ciężki osad	—	ciężki osad	—
10	1 : 3	przezroczyste	przezroczyste	biały osad	przezroczyste	biały osad
20	1 : 1	lekko zamglenie	błękitne zamglenie	żel	żel	—
10	1 : 1	przezroczyste	lekko zamglenie	błękitne zamglenie	lekko zamglenie	błękitne zamglenie

Wytwarzanie koloidalnego roztworu stwierdzono w pierwszym przypadku dzięki efektowi Tyndalla. Roztwór koloidalny jest nadzwyczaj wrażliwy na działanie kwasu i wrażliwość ta stanowi bardzo dokładny sprawdzian obecności w nim wszelkiej żywicy koloidalnej „typu kwaśnego“. Jeżeli do przezroczystego roztworu żywicy „typu kwaśnego“, nie poddawanej starzeniu się, dodać mocnego kwasu, np. 6n kwa-

su solnego, to nie następuje natychmiastowa zmiana, lecz jeżeli żywica „typu kwaśnego“ była najpierw poddana procesowi starzenia się w ciągu czasu dostatecznie długiego do przeprowadzenia choćby drobnej części cząstek żywicy w cząstki wielkości rzędu koloidalnego, to po dodaniu kwasu cząstki te zostaną strącone. Ta reakcja z mocnymi kwasami może być stosowana do oznaczania stopnia spolimeryzowania

roztworu żywicy, ponieważ ilość kwasu potrzebna do strącenia maleje w miarę starzenia się roztworu. W przypadku roztworów żywic melaminowoaldehydowych „typu kwaśnego“, np. zawierających melaminowoformaldehydowe produkty kondensacji, stan koloidalny łatwy jest do zaobserwowania, ponieważ pierwotnie przezroczysty roztwór wykazuje charakterystyczne błękitne zamglenie, skoro tylko powstanie roztwór koloidalny.

Chociaż powyższe próby stanowią doskonałe sposoby identyfikacji roztworów koloidalnych częściowo spolimeryzowanych żywic aminotrójazynowoaldehydowych według wynalazku, to jednak najbardziej przekonująca próba polega na przepuszczaniu prądu elektrycznego bezpośrednio przez roztwór. Gdy roztwory według wynalazku zostaną poddane w ten sposób elektroforezie, to istnienie określonego dodatniego ładunku elektrycznego ujawnia się dzięki wędrowce cząstek żywicy koloidalnej ku katodzie; cecha ta jest zasadniczą cechą charakterystyczną wspólną dla wszystkich roztworów żywicy według wynalazku. Kataforezę prowadzi się na ogół przepuszczając prąd stały o napięciu 90 — 120 V i stosując elektrody platynowe zanurzone w roztworze koloidalnym, co stanowi metodę typową opisaną w przykładzie III.

Do wytwarzania koloidalnie rozproszonych roztworów żywicy sposobem według wynalazku można stosować jakkolwiek aminotrójazynę zdolną do reakcji z aldehydem mrówkowym, octowym, propionowym albo innymi aldehydami i do wytworzenia rozpuszczalnej w wodzie żywicy „typu kwaśnego“. Do tego celu można stosować aminotrójazyny, zawierające jedną, dwie albo trzy reaktywne grupy aminowe takie jak: amelinę, amelid, formoguanaminę, acetoguanaminę, propionoguanaminę oraz guanamiiny podstawione przy azocie takie jak: 4*N*-metylo- albo 4*N*-etylo-2 acetoguanamiiny. Można również stosować rozpuszczalne w wodzie produkty, wytworzone przez ogrzewanie aldehydowych produktów kondensacji melaminy albo innych aminotrójazyn z niższymi alifatycznymi alkoholami, takim jak metanol, w obecności małych ilości katalizatora kwasowego. Chociaż roztwory żywicy można wytwarzać z aldehydowych produktów kondensacji z którąkolwiek z pośród tych aminotrójazyn, to jednakże najlepszymi materiałami do wytwarzania roztworów żywicy o dodatnio naładowanych cząstkach są melaminowoaldehydowe produkty kondensacji, a zwłaszcza żywice melaminowoformaldehydowe o $p_H = 0,5 - 3,5$, ponieważ me-

lamina jest stosunkowo tania i dostępna w dużych ilościach. Z tego względu większość danych doświadczalnych w podanych poniżej przykładach dotyczy melaminowoformaldehydowych produktów kondensacji. Roztwór żywicy melaminowej o dodatnio naładowanych cząstkach odpowiada na rysunku polu, oznaczonemu nazwą „błękitne roztwory koloidalne“, ograniczonemu z obu stron polami, odpowiadającymi białym osadom, które powstają przy dodaniu zbyt małej albo zbyt dużej ilości kwasu.

Wszelką żywicę aminotrójazynowoaldehydową można wytworzyć w postaci — albo też przeprowadzić w postać — koloidalnego roztworu o dodatnio naładowanych cząstkach, zachowując warunki zaznaczone na rysunku. W każdym przypadku należy stosować optymalne ilości kwasu, zawarte w granicach od około 0,5 do 3 moli na mol aminotrójazyny i otrzymane przezroczyste roztwory poddać procesowi starzenia się, w celu osiągnięcia stopnia spolimeryzowania mniejszego od stopnia polimeryzacji, charakteryzującego stan nierozpraszalnego żelu i wytwarzanie osadu, lecz dostatecznego do przeprowadzenia cząstek żywicy w stan koloidalny.

P r z y k ł a d I. Przez ogrzewanie w ciągu około 30 minut 3 moli melaminy z 10-ma mola-
mi aldehydu mrówkowego w postaci 30%-go roztworu przy $p_H = 9,0$, otrzymano metylo-
melaminę, w której stosunek ilości aldehydu
mrówkowego do melaminy wynosił 3,33:1, po
czym mieszaninę reakcyjną oziębiono, oddzielo-
no oraz wysuszono otrzymane kryształy.

Sześciometylolomelaminę wytworzono za pomocą ogrzewania 1 mola melaminy oraz 8-miu moli aldehydu mrówkowego w postaci 32%-go wodnego obojętnego roztworu na wrzącej ką-
pieli wodnej aż do otrzymania przezroczystego
roztworu, następnie jeszcze ogrzewano w ciągu
10 minut, po czym pozwolono produktowi wy-
kryształizować. Po dwóch dniach odsączono kry-
ształy, przemyto je alkoholem i suszono w ciągu
6 godzin w temperaturze 60°C.

Przygotowano 15%-owe wodne roztwory tych
żywicy i dodano do nich takich ilości stężonego
kwasu solnego, żeby 1 mol kwasu solnego przy-
padał na każdy 1 mol związanej melaminy. Za-
kwaszone roztwory ogrzewano w temperaturze
50° C w ciągu 4 godzin, pobierając w ciągu
pierwszej godziny próbki co 15 minut, a w cią-
gu następnych godzin co godzinę, i miareczko-
wano je w celu oznaczenia wolnego nie zwią-
zanego aldehydu mrówkowego. Wykryto, że obie
żywice w ciągu pierwszej godziny ogrzewania
uwalniały znaczne ilości wolnego aldehydu,

w ciągu drugiej godziny ogrzewania już tylko drobne ilości, a podczas ostatnich dwóch godzin ogrzewania nie stwierdzono już obecności wolnego aldehydu mrówkowego. Po ogrzewaniu w ciągu dwóch godzin ilość związanego aldehydu mrówkowego w obu żywicach była prawie identyczna i wynosiła w przybliżeniu 2,5 mola na 1 mol melaminy.

Następnie do każdej z dwóch świeżo przygotowanych mieszanin, zawierających 1 mol melaminy oraz odpowiednio 3 i 6 moli aldehydu mrówkowego w postaci 32%-go roztworu, dodano po 1 molu HCl i mieszaniny te ogrzewano w ciągu 4 godzin w temperaturze $50^{\circ}C$.

Oznaczenie wolnego aldehydu mrówkowego w mieszaninie, zawierającej 6 moli aldehydu mrówkowego, wykazało, że po dwugodzinnym ogrzewaniu związało się z melaminą zaledwie $2\frac{1}{2}$ mola aldehydu, a po dalszym ogrzewaniu w ciągu dwóch godzin dalsze ilości aldehydu nie wiązały się już z melaminą. W drugim roztworze, zawierającym tylko 3 mole aldehydu mrówkowego na każdy mol melaminy, po pierwszych dwóch godzinach ogrzewania zostały związane w przybliżeniu 2 mole aldehydu, a podczas dalszego okresu ogrzewania już tylko bardzo niewielka ilość aldehydu uległa związaniu.

Z powyższego wynika, że skutkiem działania równocząsteczkowych ilości kwasu solnego na żywicę melaminoaldehydową jest wytworzenie produktu ostatecznego, zawierającego w przybliżeniu 2 — 2,5 mola związanego aldehydu na każdy mol melaminy.

Doświadczenie powyższe powtórzono z kwasem fosforowym, octowym, siarkowym oraz innymi kwasami rozpuszczalnymi w wodzie, przy czym stosowano je w ilościach wystarczających do wytworzenia pH roztworu od około 0,5 do około 3,5. We wszystkich przypadkach wyniki były takie same, jako opisano wyżej. Wynika stąd, że przez dodanie tych ilości kwasów zostaje uwolniona z metylolomelanin ilość aldehydu mrówkowego przekraczająca 2 — $2\frac{1}{2}$ mola oraz że w obecności tych kwasów nie można z melaminą związać więcej niż wyżej podaną ilość aldehydu mrówkowego.

Jeżeli z jednym molem melaminy wprowadzi się w reakcję mniej niż 2 mole aldehydu mrówkowego w obecności ilości kwasu, wystarczającej do wytworzenia pH od około 0,5 do około 3,5, to otrzymuje się pasty i roztwory o przemijającej trwałości, a nie żele ani też żywice przezroczyste. Wyniki identyczne z powyższymi, otrzymywanymi w roztworach wodnych,

osiąga się również, prowadząc reakcję w roztworach alkoholowych, pod warunkiem obecności w nich co najmniej 10% wody. Reakcja metylolomelanin i suchego chlorowodoru w środowisku alkoholowym prowadzi do produktów rozpuszczalnych, które nie mają charakterystycznych cech produktów wytworzonych w środowisku wodnym i po zesterzeniu się nie tworzą koloidalnych roztworów żywicy dodatnio naładowanych.

Przykład II. Przy wytwarzaniu dodatnio naładowanych aminotrójazynowoaldehydowych produktów kondensacji o cząstkach koloidalnych, które podczas elektroforezy będą wędrowały do katody, stosunek cząsteczkowy ilości kwasu do ilości aminotrójazyny ma znaczenie zasadnicze i zależy od typu użytego kwasu oraz od czasu trwania i temperatury reakcji kondensacji. Na rysunku przedstawiono wpływ wzrostu dodawanych ilości kwasu solnego do roztworu żywicy melaminowej, zawierającej 15% substancji stałych. użytą żywicą była żywica melaminowoformaldehydowa, zawierająca 3,3 mola aldehydu mrówkowego na każdy mol melaminy, wytworzona jak opisano w pierwszym ustępie przykładu I. Po dodaniu stosunkowo małych ilości kwasu solnego do roztworu następuje strącenie białej bezpostaciowej żywicy, przy czym ten stan produktu utrzymuje się dopóty, aż wartość pH osiągnie 3,5 co odpowiada 0,5 mola kwasu solnego na 1 mol melaminy. Następnie osiąga się strefę przejściową, w której otrzymuje się roztwory mętne, ścinające się na mętne albo nieprzezroczyste żywice podobne do żelu, zwłaszcza po długim stanie. Przy nieco zwiększonej ilości kwasu produkt stanowi przezroczysty roztwór, który po zesterzeniu się przechodzi w błękitny roztwór koloidalny, a następnie w przezroczysty błękitnawy rozpraszalny w wodzie żel, który można ponownie przeprowadzić w dodatnio naładowany koloidalny roztwór za pomocą rozcieńczenia wodą i długotrwałego mieszania. Te żele w miarę starzenia się stają się nierozpraszalne i po wysuszeniu zestalają się na przezroczyste żywice. Dalsze zwiększenie ilości kwasu powoduje wytworzenie roztworów przezroczystych, które przechodzą przez stan częściowej polimeryzacji, w którym cząstki żywicy są naładowane dodatnio, lecz w końcu po stanie w ciągu kilku dni tworzą nieprzezroczyste żele. Przy użyciu znacznego nadmiaru kwasu, np. ilości szeregu 3 lub więcej moli HCl na jeden mol melaminy, otrzymuje się układ dwufazowy (zawierający ciecz razem z bezpostaciowym osadem), który jest nieco po-

dobny do osadu, obserwowanego przy niedostatecznej ilości kwasu.

Rozumie się, że stosunki cząsteczkowe kwasu, podane na rysunku, zmieniają się zależnie od rodzaju kwasu. Na ogół potrzebne są większe ilości kwasów słabszych, takich jak octowego i fosforowego, niż kwasu solnego, lecz we wszystkich przypadkach przedział pH w którym istnieją roztwory koloidalne o dodatnio naładowanych cząstkach, leży pomiędzy około 0,5 i około 3,5. Optymalne wartości pH i ilości kwasu dla niektórych kwasów podano w poniższej tabeli.

Kwas	Ilość moli kwasu na 1 mol melaminy	Optymalne pH (15% roztwór)
HCl	0,7 - 1,3	1,5
HCOOH	1,6 - 2,5	3
CH ₃ COOH	2 - 3+	3
H ₃ PO ₄	2 - 3+	1,5
H ₂ SO ₄	0,5 - 1	3

Przykład III. Roztwory żywic melaminowoformaldehydowych wytworzono następującymi sposobami.

Zywica 1. Mieszanie 126 części wagowych melaminy (1 mol), 100 części wagowych 30%-go roztworu aldehydu mrówkowego (3,3 mola) oraz 36,5 części wagowych HCl (1 mol), użytego w postaci stężonego kwasu solnego, mające początkową wartość $pH = 0,4$ poddano 30 minutowej reakcji w temperaturze 25°C, rozcieńczono wodą do zawartości 10% ciał stałych i poddano starzeniu się w ciągu 5 dni w temperaturze pokojowej.

Zywica 2. 1 mol melaminy, 3 mole aldehydu mrówkowego w postaci 32%-go wodnego roztworu oraz 1 mol HCl ogrzewano w temperaturze 100°C w ciągu godziny, a następnie poddano starzeniu się w ciągu 24 godzin w temperaturze pokojowej.

Zywica 3. 5 g żywicy, opisanej w przykładzie I, rozpuszczono w 20 cm³ wody i dodano 1,8 cm³ stężonego kwasu solnego, aby otrzymać $pH = 1,6$. Następnie poddano roztwór starzeniu się w ciągu 24 godzin w temperaturze pokojowej.

Zywica 4. Mieszanie 1 mola melaminy i 3 moli aldehydu mrówkowego, w postaci 37%-go wodnego roztworu zobojętnionego do $pH = 7,2$, ogrzewa się w ciągu 30 minut do temperatury 60°C, przy czym pH wzrosło do 9,5. Ten roztwór zawierał w przybliżeniu 59% substancji stałych.

Wymienione roztwory żywicy poddano następnie elektroforezie pomiędzy elektrodami platynowymi. Doświadczenie wstępne wykonano najpierw z żywicą 1. Otrzymano wyniki pozytywne, ponieważ błękitny odcień koloidalnego roztworu żywicy melaminowoformaldehydowej przesunął się rzeczywiście ku katodzie, dostrzegalna zaś ilość żywicy osadziła się na samej elektrodzie. Poza tym obecność kwasu solnego spowodowała wydzielenie się chloru na anodzie oraz wytrącenie żywicy z roztworu w postaci kłaczkowatej.

Następnie zbudowano komorę zmodyfikowaną, w której błękitny roztwór żywicy pokryto warstwą przezroczystą wody destylowanej, aby ułatwić obserwację wędrowki żywicy, a także aby zapobiec zbyt wielkiej szybkości elektrolizy, spowodowanej obecnością elektrolitu w roztworze. Wszystkie powyższe roztwory żywicy poddano katarozie w tej komorze, stosując elektrody platynowe o powierzchni w przybliżeniu 6,45 cm² przy napięciu 120 V. Natężenie prądu zmieniało się znacznie na skutek obecności zmiennych ilości elektrolitów zawartych w roztworze.

Następująca tabela zawiera wyniki powyższych prób:

Zywica nr	1	1	2	3	4
Czas trwania (godzin)	6	23	65	16	17
Wędrowka ku	kato-	kato-	kato-	kato-	anod-
oddzielenie	tak	tak	tak	tak	nie
pH roztworu początkowe			1,1	1,6	8,75
końcowe			1,1	—	8,75

W każdym przypadku, gdy stosowano zakwaszony i poddany starzeniu się roztwór żywicy, stwierdzono, że koloidalne cząstki żywicy wędrowały ku katodzie, a zatem posiadały dodatni ładunek elektryczny. Cząstki żywicy nr 4, która nie była zakwaszona i miała wartość $pH = 8,75$, wędrowały ku anodzie, jak to wynika z analizy na azot.

Przy wykonaniu tej próby należy unikać nadmiaru elektrolitów, ponieważ w razie obecności znacznych ilości soli mineralnych albo mocnego kwasu one, a nie żywice, będą przewodziły prąd.

Przykład IV. Mieszanie 1 mola melaminy, 6 moli 32%-go wodnego roztworu aldehydu

mrówkowego i 3 moli kwasu fosforowego ogrzewano przez 5 minut w temperaturze 90°C z dodatkiem takiej ilości wody, aby w roztworze ostatecznym otrzymać 40% substancji stałych. Otrzymana żywica amelinowoformaldehydowa zawierała w przybliżeniu 3,2 mola związanego aldehydu mrówkowego, a p_H roztworu (elektroda szklana) wynosiło 0,9. Po starzeniu się w ciągu 24 godzin w temperaturze pokojowej roztwór wykazywał błękitnawy odcień koloidalny, który potęgował się i pogłębiał aż do wytworzenia rozpraszalnego żelu po staniu w ciągu 7 dni. Podczas elektroforezy koloidalnego roztworu, poddanego starzeniu się w ciągu jednego dnia, pomiędzy platynowymi elektrodami, jak opisano w przykładzie III, cząstki żywicy wykazywały określony ładunek dodatni i wędrowały do katody.

Przygotowano drugą żywicę amelinową, ogrzewając pod chłodnicą zwrotną 1 mol ameliny, 10 moli wodnego roztworu aldehydu mrówkowego i 0,8 mola kwasu siarkowego w temperaturze 50°C w ciągu 2 i pół godzin pod ciśnieniem atmosferycznym. Otrzymany roztwór żywicy miał $p_H = 0,9$ i pozostał przezroczysty w ciągu tygodnia. Po starzeniu się w ciągu jednego dnia poddano go elektroforezie, przy czym okazało się, że cząstki żywicy były naładowane dodatnio.

Przykład V. Mieszaninę 1 mola aceto-guanaminy, 3 moli aldehydu mrówkowego w postaci roztworu wodnego i 1 mola HCl ogrzewano pod chłodnicą zwrotną w ciągu 1,5 godzin, pod ciśnieniem atmosferycznym, aż do otrzymania w roztworze 48% substancji stałych. Otrzymany

roztwór wykazywał $p_H = 0,9$ (elektroda szklana) i zawierał w przybliżeniu 2½ mola związanego aldehydu mrówkowego oraz był trwały w ciągu tygodnia w temperaturze pokojowej. Po starzeniu się w ciągu jednego dnia, poddany elektroforezie, jak opisano w przykładzie III, wykazywał cząstki żywicy posiadające ładunek dodatni.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania mieszanin, zawierających aminotrójazynowoaldehydowe produkty kondensacji w stanie koloidalnego rozproszenia, znamienny tym, że aminotrójazynowoaldehydowe produkty kondensacji podczas wytwarzania lub po wytworzeniu poddaje się działaniu kwasów, co powoduje ustalenie się p_H od 0,5 do 3,5 przy zawartości 15% żywicy stałej, po czym mieszaninę poddaje się starzeniu, aby spowodować polimeryzację żywicy aminotrójazynowoaldehydowej, aż do wytworzenia cząstek, których wielkość jest równa wielkości cząstek roztworu koloidalnego i które mają dodatni ładunek elektryczny.
2. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że kondensuje się aminotrójazynę z aldehydem mrówkowym.
3. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że kondensacji z aldehydem poddaje się melaminę.
4. Sposób według zastrz. 3 i 4, znamienny tym, że stosuje się około 0,7 do 1,3 mola kwasu solnego na każdy mol melaminy.

American Cyanamid Company
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

