



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45820

Kl. 39 ^{659/34}
5

Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej*)

Blachownia Śląska, Polska

Sposób otrzymywania stabilnej, eteryfikowanej żywicy melaminowej do druku pigmentowego i szlachetnej impregnacji tkanin

Patent trwa od dnia 28 października 1960 r.

Ciekle żywice melaminowe stosowane do druku pigmentowego i szlachetnej impregnacji tkanin zawierają jako główny składnik eteryfikowane produkty kondensacji melaminy z aldehydem mrówkowym.

Procesy eteryfikacji wodnych kondensatów polimetylolomelaminowych prowadzi się przeważnie z dużym nadmiarem metanolu wynoszącym od 10—30 moli na jeden mol melaminy przy $\text{pH} = 5-6,5$ w temperaturze od $30-60^\circ\text{C}$ i w czasie od 10—50 minut. Otrzymywane produkty w tych warunkach pozwalają się zagęszczać, są ciekle, jednolite przy różnym stężeniu, trwale na przechowywanie jak też na warunki istniejące w kąpielach

impregnacyjnych (katalizatory polikondensacyjne, pH poniżej 7 itp.).

Według wynalazku otrzymuje się żywicę odznaczającą się wyżej podanymi właściwościami, przez eteryfikację wodnych roztworów polimetylolomelamin znacznie mniejszą ilością metanolu w porównaniu ze znanymi sposobami, tj. 4—10 moli na 1 mol melaminy, w temperaturze około 75°C , w czasie kilkunastu minut, w środowisku o $\text{pH} = 5-6$.

Reakcję eteryfikacji przerywa się w momencie gdy jedna część produktu reakcji rozpuszcza się jeszcze w jednej części wagiowej stężonego roztworu octanu sodowego.

Dla zapobieżenia niepożądanym dalszym przemianom chemicznym zeteryfikowaną żywicę traktuje się ługiem lub węglanem sodu, do $\text{pH} = 8-11$ dodaje się około 10 procent mocznika, licząc na melaminę i całość ogrzewa się do temperatury wrzenia. W celu otrzy-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Dominik Nowak, Zenobia Góral, Halina Mazurek i Edward Franczak.

masina żywicy o wyższej koncentracji oddestylowuje się pod próżnią wolny metanol oraz formaldehyd z częścią wody.

Uzyskana sposobem według wynalazku żywica melaminowa jest dobrze rozpuszczalna w wodzie, wykazuje wysoką stabilność na magazynowanie i jest wystarczająco trwała w kąpielach impregnacyjnych. Stanowi ona bardzo cenny środek pomocniczy dla przemysłu włókienniczego, ponieważ dzięki swym właściwościom może być stosowana do szlachetnych impregnacji tkanin, do otrzymywania apretury „no-iron”, jak również do druku pigmentowego. Pozwala na wysoką poprawę jakości tkanin i na wprowadzenie szeregu nowych rodzajów apretur.

Przykład. Do mieszalnika wlewa się 6 moli wodnego roztworu formaldehydu, po zalkalizowaniu do $\text{pH} = 8-8,5$ dodaje 1 mol melaminy, całość mieszając ogrzewa się w temperaturze 85°C w ciągu około 10 minut. Do otrzymanego w ten sposób wodnego roztworu żywicy melaminowo-formaldehidowej dodaje się około 6 moli zakwaszonego metanolu i masę posiadającą $\text{pH} = 5,5-6$ ogrzewa w temperaturze 75°C w czasie od 20 do 30 minut, to jest umożliwiające uzyskanie produktu jeszcze rozpuszczającego się, jednej jego części w jednej części wodnego roztworu octanu sodu. Masę porażającą alkaliczuje się do $\text{pH} = 8-9$, dodaje do niej mocznik w ilości około 10% wagowych, licząc na melaminę,

ogrzewa w temperaturze wrzenia w ciągu 1,5 godziny i po ochłodzeniu oddestylowuje z niej pod zmniejszonym ciśnieniem nadmiar metanolu i formaldehyd z częścią wody. W wyniku otrzymuje się klarowny, stężony roztwór żywicy eteryfikowanej, stanowiący gotowy artykuł sprzedaży.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania stabilnej żywicy melaminowej do druku pigmentowego i szlachetnej impregnacji tkanin przez kondensację melaminy z formaldehydem w stosunku 1:4-6, w temperaturze $80-90^{\circ}\text{C}$ przy $\text{pH} = 8-9$, w krótkim czasie i eteryfikację produktu kondensacji metanolem w roztworze wodnym, znamienny tym, że eteryfikację prowadzi się, stosując na 1 mol melaminy 4-10 moli metanolu w temperaturze $70-80^{\circ}\text{C}$, przy $\text{pH} = 5-6$ w czasie 10-40 minut, po czym produkt alkaliczuje się do $\text{pH} = 8-11$, ogrzewa się w temperaturze wrzenia z 0,1-0,3 mólami mocznika przez 1,5 godziny, a w końcu zagęszcza przez destylację.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że eteryfikację przerywa się, gdy 1 część produktu rozpuszcza się w 1 części stężonego wodnego roztworu octanu sodowego.

Instytut Ciężkiej Syntezy
Organicznej