

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 63 773

Patent dodatkowy
do patentu _____

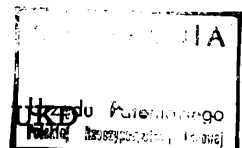
Zgłoszono: 19.X.1968 (P 129 630)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 2.III.1972

Kl. 39 b⁵, 9/32

MKP C08g. 9/32



Współtwórcy wynalazku: Halina Szopa, Ignacy Jakobson, Stefan Szczepański, Tadeusz Wojtowicz, Lubomir Horyl, Andrzej Jakubowicz, Stanisław Pawlak

Właściciel patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób wytwarzania żywicy do apretury niemnącej tkanin z włókien celulozowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żywicy do apretury niemnącej tkanin z włókien celulozowych przez reakcję mocznika z glikolem dwuetylenowym, a następnie z formaldehydem. Wiadomo, że działając na mocznik ekwimolarną ilością dwualkoholu, ogrzewając mieszaninę tę do utworzenia w niej odpowiedniej ilości dwukarbaminianu o symetrycznych grupach uretanowych i poddając otrzymany stop reakcji z formaldehydem otrzymuje się utwardzalne produkty kondensacji.

Według znanych sposobów mieszaninę mocznika i pierwszorzędowego dwualkoholu, w stosunku 1 mol mocznika na każdą grupę hydroksylową, ogrzewa się aż do utworzenia w mieszaninie reakcyjnej 40—70% wagowych dwukarbaminianu. Proces ten prowadzi się pod zmniejszonym ciśnieniem, stosując ewentualnie 5—10% nadmiar dwualkoholu w stosunku do użytej ilości mocznika. Temperaturę tego procesu utrzymuje się na takim poziomie, by wydzielanie się amoniaku w czasie reakcji kondensacji mocznika z dwualkoholem było intensywne, to jest w zakresie 150—170°C. Stopień przereagowania mieszaniny na dwukarbaminian wyznacza się z ilości wydzielonego w czasie reakcji amoniaku. Po zlikwidowaniu próżni wlewa się do gorącego stopu zawierającego 40—70% wagowych dwukarbaminianu taką ilość wodnego 30—40%-owego roztworu formaldehydu, by stosunek molowy grupy uretanowej do formaldehydu wynosił od 1:1 do 1:3.

2

Roztwór stopu dwukarbaminianu w roztworze wodnym formaldehydu gotuje się pod chłodnicą zwrotną. Proces otrzymywania utwardzalnych produktów kondensacji może przebiegać w środowisku obojętnym, kwaśnym lub alkalicznym. Końcowy kondensat poddaje się zagęszczaniu przez odparowanie wody i ewentualnie estryfikacji alkoholem jednowodorotlenowym. Otrzymane produkty mają wielorakie zastosowanie, między innymi jako środki pomocnicze do uszlachetniania tkanin z włókien celulozowych.

W większości znanych sposobów wytwarzania żywic na bazie dwukarbaminianów o symetrycznych grupach uretanowych, otrzymanych z mocznika i dwualkoholi, na skutek stosunkowo małej koncentracji dwukarbaminianu w masie, stosuje się dodatkowo zagęszczanie pod zmniejszonym ciśnieniem oraz często eteryfikację alkoholami jednowodorotlenowymi. Istotną wadą znanych sposobów, w których stosuje się proces zagęszczania i eteryfikacji, jest trudność utrzymania standardu jakościowego produktu pod względem zawartości suchej substancji, w niektórych przypadkach i stabilności w czasie.

Apretura tkanin z włókien celulozowych, otrzymanymi według znanych sposobów żywicami dwukarbaminianowo-formaldehidowymi o symetrycznych grupach uretanowych, na przykład żywicą 1,4-butandiolodwukarbaminianową, daje wprowadzić efekt zwiększenia kątów mięcia tkaniny na

mokro i sucho, jednak efekt ten jest nietrwały i szybko zanika podczas kolejnych prań tkaniny.

Celem wynalazku jest wytworzenie żywicy do apretury niemnącej tkanin o trwałych własnościach.

Stwierdzono, że można uniknąć wad znanych sposobów i otrzymać żywicę dwukarbaminianowo-formaldehydową o symetrycznych grupach uretanowych, poddając mieszaninę reakcyjną, uzyskaną w wyniku reakcji mocznika z glikolem etylenowym i zawierającą co najmniej 80% wagowych dwukarbaminianu, działaniu wodnego roztworu formaldehydu. Dzięki stosunkowo wysokiej koncentracji dwukarbaminianu w stopie otrzymanym z mocznika i glikolu dwuetylenowego, produkt uzyskany w wyniku kondensacji stopu dwukarbaminianowego z formaldehydem nie wymaga dodatkowego zagęszczania, ani też eteryfikacji alkoholi jednowodorotlenowymi. Proces kondensacji z formaldehydem stopu o zawartości powyżej 80% wagowych dwukarbaminianu o symetrycznych grupach uretanowych, prowadzi się przez ogrzewanie mieszaniny reakcyjnej pod chłodnicą zwrotną w temperaturze około 100°C do osiągnięcia lepkości poniżej 100 cP, najlepiej 10–50 cP oznaczonej w temperaturze 20°C.

Otrzymana tym sposobem żywica zastosowana do apretury niemnącej tkanin, na przykład bawełnianych, daje znacznie lepsze efekty pod względem wielkości kątów mięcia na mokro i sucho, w porównaniu z żywicami otrzymanymi według znanych sposobów. Ważne jest przy tym, że apretura jest odporna na pranie. Żywica otrzymana sposobem według wynalazku posiada dużą stabilność w czasie i bardzo dobrze ciągnie na włóknie bawełnianym.

Sposób według wynalazku polega na zmieszaniu glikolu dwuetylenowego z mocznikiem i ogrzewaniu całości pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze 167±2°C w ciągu 3–4 godzin, do uzyskania w mieszaninie reakcyjnej co najmniej 80% wagowych dwukarbaminianu. Następnie wprowadza się do otrzymanego gorącego, wstępnego produktu reakcji wodny roztwór formaldehydu i ogrzewa mieszaninę pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia w ciągu 2–4 godzin.

Produkt tej reakcji nie wymaga zagęszczania, ani też dodatkowych operacji w rodzaju eteryfikacji alkoholami jednowodorotlenowymi. Stanowi on lekko żółtawą, klarowną ciecz o bardzo długim okresie stabilności i o zawartości około 50% wagowych suchej substancji. Produkt ten może być z powodzeniem stosowany do apretury niemnącej tkanin, na przykład tkanin bawełnianych, w obecności odpowiednich katalizatorów, przy stężeniu

żywicy w kąpeli apreterskiej na przykład 300 gramów na litr. Tkanina zaapretowana żywicą otrzymaną sposobem według wynalazku wykazuje stosunkowo bardzo wysokie kąty mięcia, zarówno w stanie wilgotnym jak i na sucho, które obniżają się bardzo nieznacznie w trakcie 20-tu kolejnych prań tkaniny.

Przykład I. W kolbie z chłodnicą zwrotną i mieszadłem umieszcza się 270 g glikolu dwuetylenowego i 378 g mocznika. Mieszaninę ogrzewa się pod ciśnieniem 100 mm słupa rtęci, kierując wydzielające się opary amoniaku poprzez chłodnicę zwrotną do pompy próżniowej, ciągle mieszając, w temperaturze około 167±2°C, do chwili uzyskania w mieszaninie zawartości co najmniej 80% wagowych dwukarbaminianu. Proces ten trwa praktycznie 3–4 godziny. Miara stopnia przereagowania mocznika z glikolem dwuetylenowym jest ilość wydzielonego amoniaku w czasie reakcji kondensacji. Po zlikwidowaniu próżni do gorącego stopu wlewa się 600 g 30%-owego wodnego roztworu formaldehydu, uprzednio zalkalizowanego do wartości pH 7,5–8,0 i prowadzi proces w dalszym ciągu nie przerywając mieszania. Mieszaninę utrzymuje się we wrzeniu pod chłodnicą zwrotną w ciągu 2 godzin. Po oziębieniu mieszaniny do temperatury około 20°C proces produkcji żywicy jest zakończony. Z podanych wyżej ilości substratów otrzymuje się około 1000 g żywicy do apretury niemnącej tkanin. Przeciętne własności tej żywicy: gęstość w 20°C = 1,18–1,20 g/cm³, lepkość w 20°C = 10–20 cP, zawartość suchej masy = 50–53% wagowych, pH w 20°C = około 5–6.

Żywica do apretury niemnącej wytwarzana tym sposobem ma lepsze właściwości użytkowe w porównaniu, do innych żywic o tym samym przeznaczeniu. Naniesiona na tkaninę daje własności niemnące i przeciwkurezliwe, wyrażające się w lepszych kątach odprężania na sucho średnio około 36% na osnowie i o 42% na wątku tkaniny, oraz zdecydowany spadek kurezliwości rzędu 160%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania żywicy do apretury niemnącej tkanin celulozowych przez reakcję mocznika z glikolem dwuetylenowym, a następnie z formaldehydem, **znamienny tym**, że mocznik z glikolem dwuetylenowym ogrzewa się pod zmniejszonym ciśnieniem do uzyskania w mieszaninie reakcyjnej zawartości co najmniej 80% wagowych dwukarbaminianu o symetrycznych grupach uretanowych, a następnie mieszaninę tę poddaje się reakcji z wodnym roztworem formaldehydu do uzyskania lepkości poniżej 100 cP oznaczonej w temperaturze 20°C.