

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

90892

Patent dodatkowy
do patentu nr 63902

Zgłoszono: 16.05.73 (P. 162594)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.06.74

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1977

MKP C08g 22/04

Int. Cl.² C08G 18/16

Twórcy wynalazku: Wiesław Olczyk, Wiesław Kalinowski, Władysław Skwarcz
Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Organicznego,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych

Wynalazek dotyczy syntezy tworzyw sztucznych. Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania roztworów elastomerów uretanowych stosowanych dla uszlachetniania różnego rodzaju tkanin odzieżowych i technicznych.

Znany jest sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych opisany w patencie 63902, polegający na reakcji toluenu dwuizocyjanianu z poliestrami zawierającymi co najmniej 40% poliestru z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego. Reakcja prowadzona jest w środowisku benzenu w obecności 2-etylokaproonianu cynawego jako katalizatora. Otrzymane w podany sposób elastomery nie wykazują jednak wysokiej elastyczności wymaganej dla większości uszlachetnionych tkanin odzieżowych. Z tego względu stosowanie tych elastomerów jest obecnie ograniczone. Drugą ujemną cechą tych elastomerów jest zbyt wolne wysychanie uszlachetnianych nimi tkanin, co także ogranicza ich przemysłowe stosowanie.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania elastomerów o większej elastyczności i szybszym okresie wysychania, dostosowanych do obecnie stosowanych technologii uszlachetniania na szybkich maszynach.

Sposób według wynalazku polega na zastąpieniu poliestru z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego, poliestrem o podobnej budowie, ale posiadającym w łańcuchu cząsteczkowym wbudowany człon tereftalowy. Człon tereftalowy wbudowany w cząsteczkę elastomeru zmienia korzystnie jego własności. Elastomer staje się bardziej elastycznym, nieoczekiwanie nabiera cech większej przyczepności, a przez to przy procesach powlekania otrzymuje się bardziej równo nałożone powłoki, odznaczające się większą przyczepnością. Własności te pozwalają rozszerzać zakres uszlachetniania tkanin, pozwalając operować bardziej stężonymi roztworami elastomerów poliuretanowych. Osiąga się przez to dobre efekty uszlachetniania nawet na bardzo rzadkich tkaninach, czego przy stosowaniu dotychczasowych preparatów nie można było osiągnąć. Przez zwiększenie przyczepności dzięki wbudowaniu członu tereftalowego można produkty otrzymane według wynalazku stosować do uszlachetniania tkanin o zmniejszonej przyczepności, np. po obróbce poprzedniej silikonami.

Według wynalazku można również zastąpić poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego, podobnym poliestrem z wbudowanym rozgałęzieniem w postaci grupy metylowej lub etylowej w członie glikolu etylenowego. Poliestru ten podobnie zmienia korzystnie własności preparatu, dając większą przyczepność i elastyczność.

Z tych względów dla otrzymania optymalnych własności preparatu korzystnie jest stosować jednocześnie i poliester z wbudowanym członem tereftalowym oraz poliester z rozgałęzieniem w członie glikolu etylenowego. Dla otrzymania żądanych własności dodatkowych np. zwiększenia wytrzymałości mechanicznej, stosuje się dodatki innych poliestrów.

Sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych będący przedmiotem wynalazku ilustrują przykłady.

Przykład I. 100 g poliestru wytworzonego z kwasu adypinowego z dodatkiem kwasu tereftalowego, oraz z glikolu etylenowego, o liczbie wodorotlenowej 60 i ciężarze cząsteczkowym około 2000 umieszcza się w kolbie reakcyjnej dodaje 130 g benzenu i oddestylowuje 20 g benzenu w celu odwodnienia poliestru. Następnie dodaje się 0,1 g 2-etylokapronianu cynowego i 8,5 g tolilennodwuzocyjanianu i ogrzewa się w temperaturze 85–90 °C w ciągu 5 godzin. Następnie zawartość kolby oziębia się do temperatury 60 ° i dodaje stopniowo 110 g octanu etylu, ochładzając roztwór do temperatury 40 °C wylewa się z kolby.

Produkt reakcji nadaje się do powlekania i impregnacji tkanin po zmieszaniu z polizocyjanianowymi preparatami sieciującymi.

Przykład II. 20 g poliestru wytworzonego z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 58 i ciężarze cząsteczkowym około 2000, 50 g poliestru wytworzonego z kwasu adypinowego z dodatkiem politereftalanu etylenowego i glikolu etylenowego z dodatkiem gliceryny, o liczbie wodorotlenowej 60 i ciężarze cząsteczkowym około 2000 i 30 g poliestru wytworzonego z kwasu adypinowego i glikolu dwuetylenowego o liczbie wodorotlenowej 40 i ciężarze cząsteczkowym około 2100 wprowadza się do kolby dodając 130 g benzenu. Oddestylowuje się 20 g benzenu dla odwodnienia mieszaniny poliestrów, po czym w temperaturze 80–90 °C dodaje się 0,05 g 2-etylokapronianu cynowego oraz 8,2 g tolilennodwuzocyjanianu. Całość ogrzewa się w temperaturze 80–90 °C w ciągu 4 godzin, po czym produkt reakcji oziębia się do temperatury 80 °C, dodaje 110 g octanu etylu i po ochłodzeniu całości do temperatury 40 °C wylewa się z kolby.

Produkt reakcji nadaje się do powlekania i impregnacji tkanin, po zmieszaniu z polizocyjanianowymi preparatami sieciującymi.

Przykład III. 40 g poliestru otrzymanego z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 58 i ciężarze cząsteczkowym około 2000 oraz 60 g poliestru otrzymanego z kwasu adypinowego i glikolu 1,2-propylenowego oraz glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 55 i ciężarze cząsteczkowym około 1900 wprowadza się do kolby dodając 200 g benzenu. Oddestylowuje się 20 g benzenu dla odwodnienia mieszaniny poliestrów, po czym dodaje 0,5 g 2-etylokapronianu cynowego i 8,8 g tolilennodwuzocyjanianu, ogrzewając w temperaturze 70 °C w ciągu 3 godzin. Następnie zawartość kolby oziębia się do 80 °C dodaje 50 g octanu etylu i po dalszym oziębieniu do 40 °C wylewa z kolby.

Produkt reakcji nadaje się do powlekania i impregnacji tkanin po zmieszaniu z polizocyjanianowymi preparatami sieciującymi.

Przykład IV. 20 g poliestru z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 58 i ciężarze cząsteczkowym około 2000, 20 g poliestru z kwasu adypinowego i glikolu dwuetylenowego o liczbie wodorotlenowej 40 i ciężarze cząsteczkowym około 2100, oraz 60 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu 1,2-butylenowego o liczbie wodorotlenowej 50 i ciężarze cząsteczkowym około 2000, wprowadza się do kolby dodając 230 g benzenu. Oddestylowuje się 30 g benzenu dla odwodnienia mieszaniny poliestrów i w temperaturze 80–85 °C wprowadza 0,2 g 2-etylokapronianu cynowego oraz 8,8 g tolilennodwuzocyjanianu. Po 3 godzinnym ogrzewaniu zawartość kolby w temperaturze 80–85 °C produkt reakcji oziębia się do temperatury 50 °C, dodaje 50 g acetonu i po wymieszaniu produktu w ciągu 0,5 godziny wylewa się go z kolby.

Produkt reakcji nadaje się do powlekania i impregnacji tkanin po zmieszaniu z polizocyjanianowymi preparatami sieciującymi.

Przykład V. 100 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu 1,2-propylenowego oraz etylenowego o liczbie wodorotlenowej 55 i ciężarze cząsteczkowym około 1900 wprowadza się do kolby dodając 130 g benzenu i oddestylowuje 20 g benzenu dla odwodnienia poliestru. Dodaje 0,1 g 2-etylokapronianu cynowego oraz 8,3 g tolilennodwuzocyjanianu, ogrzewając w ciągu 4 godzin w temperaturze 85–90 °C. Po tym czasie produkt reakcji oziębia się do temperatury 70 °C, dodaje 110 g octanu etylu i po oziębieniu do temperatury 40 °C wylewa się z kolby.

Produkt reakcji nadaje się do powlekania i impregnacji tkanin po zmieszaniu z polizocyjanianowymi preparatami sieciującymi.

Przykład VI. 60 g poliestru otrzymanego z kwasu adypinowego i glikolu 1,2-propylenowego i etylenowego o liczbie wodorotlenowej 55 i ciężarze cząsteczkowym około 1900 oraz 40 g poliestru otrzymanego z kwasu adypinowego z dodatkiem politereftalanu etylenowego oraz glikolu etylenowego o liczbie

wodorotlenowej 60 i ciężarze cząsteczkowym około 2000 wprowadza się do kolby, dodaje 130 g benzenu i odwadnia poliestry przez oddestylowanie 20 g benzenu. Następnie dodaje się 0,1 g 2-etylokapronianu cynawego oraz 8,8 g tolilennodwuzocyjanianu i ogrzewa w temperaturze 85–90 °C w ciągu 5 godzin. Następnie zawartość kolby oziębia się do 70 °C, dodaje 110 g octanu etylu i po dalszym ochłodzeniu do temperatury 40 °C wylewa z kolby.

Produkt reakcji nadaje się do powlekania i impregnacji tkanin po zmieszaniu z poliizocyjanianowymi preparatami sieciującymi.

Przykład VII. 20 g poliestru otrzymanego z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 58 i ciężarze cząsteczkowym około 2000, 40 g poliestru otrzymanego z kwasu adypinowego z dodatkiem politereftalanu etylenowego glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 60 i ciężarze cząsteczkowym około 2000, oraz 40 g poliestru otrzymanego z kwasu adypinowego i glikolu 1,2-propylenowego oraz glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 55 i ciężarze cząsteczkowym około 1900 wprowadza się do kolby dodaje 130 g benzenu i dla odwodnienia oddestylowuje 20 g benzenu. Do kolby dodaje się 0,2 g 2-etylokapronianu cynawego oraz 8,6 g tolilennodwuzocyjanianu i ogrzewa w ciągu 6 godzin w temperaturze 80–85 °C po czym ochładza do temperatury 70 °C i dodaje 110 g octanu etylu i po następnym schłodzeniu do 40 °C wylewa z kolby.

Produkt reakcji nadaje się do powlekania i impregnacji tkanin po zmieszaniu z poliizocyjanianowymi preparatami sieciującymi.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych z poliestrów lub mieszaniny polioli zawierających co najmniej 40% poliestru otrzymanego z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o ciężarze cząsteczkowym 1800–2300 poddawanych reakcji z tolilennodwuzocyjanianem w roztworze benzenu z dodatkiem 0,05 do 0,5 a korzystnie 0,1 do 0,2 części 2-etylokapronianu cynawego na 100 części polioli z następnym rozproszaniem produktu reakcji w octanie etylu według patentu nr 63902, z n a m i e n n y t y m , że do reakcji otrzymania elastomeru stosuje się poliester kwasu adypinowego i glikolu etylenowego modyfikowany politereftalanem i/lub poliestry kwasu adypinowego posiadające w członie glikolowym wbudowane rozgałęzienie w postaci grupy metylowej lub etylowej, w ilościach zastępujących częściowo lub całkowicie poliester z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego.