

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

76 621

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 39b⁵, 9/32

Zgłoszono: 31.07.1973 (P. 164456)

Pierwszeństwo: _____

MKP C08g 9/32

Zgłoszenie ogłoszono: 01.08.1974

Opis patentowy opublikowano: 03.03.1975

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Jan Płandowski, Marianna Zdyb, Bogdan Zarychta,
Krzysztof Bedyński, Dorota Osóbka, Urszula Malara, Krystyna Tarka
Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”,
Kędzierzyn (Polska)

Sposób wytwarzania żywicy melaminowo-formaldehidowej do uszlachetniania wyrobów włókienniczych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żywicy melaminowo-formaldehidowej do uszlachetniania wyrobów włókienniczych modyfikowanej specjalnymi preparatami.

Znane sposoby wytwarzania żywic melaminowych według polskich patentów nr 38688 i nr 45820 przez kondensację melaminy z formaldehydem i eteryfikację metanolem znajdują szerokie zastosowanie w przemyśle włókienniczym. Dotychczasowe żywice melaminowe charakteryzują się niską trwałością magazynowania, często po dwóch miesiącach magazynowania zanika ich rozpuszczalność w wodzie, co wiąże się praktycznie z utratą własności użytkowych tego produktu. Dużym mankamentem dotychczasowych żywic melaminowych do uszlachetniania tkanin włókienniczych jest ich nietrwałe wiązanie się z włóknem, co powoduje, że po 2–3 praniach tkaniny uszlachetnione tymi żywicami tracą nadane im własności przeciwnące i przeciwkurczeniowe.

Celem wynalazku było uzyskanie żywicy melaminowo-formaldehidowej odpornej na starzenie i pozbawionej wymienionych wad żywic obecnie produkowanych.

Podstawione zadanie rozwiązano modyfikując żywicę wyprodukowaną znanymi sposobami dwumetylołokoetylenomocznikiem lub innymi pochodnymi cykloetylenomocznika.

Żywica jest wytwarzana poprzez kondensację jednego mola melaminy z 2–6 mólami formaliny w temperaturze 60–70°C w środowisku alkalicznym i następnie estryfikowana niskimi alkoholami w temperaturze 80–90°C w środowisku kwaśnym. Tak wytworzona żywicę modyfikuje się następnie dwumetylołocykloetylenomocznikiem w ilości 0,1–1,5 inola lub innym związkiem cykloetylenomocznika w czasie 5–60 minut. Otrzymana sposobem według wynalazku żywica charakteryzuje się bardzo dobrymi własnościami fizykochemicznymi i użytkowymi oraz dużą trwałością na magazynowanie.

Kąpiel apreterska sporządzona z otrzymanej według wynalazku żywicy odznacza się bardzo wysokimi stabilnościami w szerokim zakresie pH wobec katalizatorów chlorku magnezu, azotanu cynku, chlorku amonu i innych.

Żywica mocznikowo-formaldehidowa wytwarzana według wynalazku jest łatwo rozpuszczalna w wodzie i nadaje wyrobom włókienniczym wysoką odporność na gnecenie i kurczenie przy wielokrotnym praniu.

Przykład wytwarzania żywicy. Na 250 części wagowych formaliny około 36% dodaje się ług sodowy do

otrzymania pH = 9–10 i następnie dodaje 60 części wagowych melaminy. Całość ogrzewana jest do temperatury 70°C przy intensywnym mieszaniu. Reakcję kondensacji prowadzi się w temperaturze 70°C do chwili uzyskania strącalności wodnej 5–20. Po uzyskaniu odpowiedniej tolerancji wodnej zawartość reaktora schładza się do temperatury 50°C i dozjuje się 100 części wagowych metanolu zakwaszonego do pH 2–3. Proces eteryfikacji prowadzi się w temperaturze wrzenia przez okres 60 minut. Po tym czasie reaktor schładza się do temperatury 30°C, alkalizuje do pH 9–10, a następnie powoli dozjuje 400 części wagowych 50% roztwór dwumetylolocykloetylenomocznika intensywnie mieszając w czasie 15 minut. Po tym okresie należy skorygować pH za pomocą 40% wodorotlenku sodu do zawartości 9–10 i przefiltrować od części nierozpuszczalnych w wodzie.

Otrzymany produkt jest cieczą jednolitą, klarowną, całkowicie rozpuszczalną w wodzie, zawierający poniżej 1% wodnego formaldehydu. Zarówno kąpiel apreterska sporządzona z żywicy otrzymanej sposobem według wynalazku jak i sam produkt charakteryzują się bardzo dobrymi trwałościami w czasie. Wyroby włókiennicze z celulozy impregnowane żywicą według wynalazku odznaczają się trwałą odpornością na gnecenie nawet po wielokrotnym praniu oraz praktycznie nie kurczą się. Przykładowo podano poniżej zastosowanie żywicy otrzymanej sposobem według wynalazku do uszlachetniania tkaniny w porównaniu do żywicy melaminowej.

Przykład zastosowania. Próbki tkaniny wiskozowej napawano wodnymi roztworami zawierającymi 150 g/l żywicy otrzymanej sposobem według wynalazku lub żywicą melaminową, które zawierały 10 g/l wodnego roztworu azotanu cynku o gęstości 1,4 g/cm³. Po napawaniu, tkaniny wysuszono w temperaturze 100°C a następnie dogrzewano w temperaturze 150°C w czasie 5 minut.

Własności fizyko-chemiczne produktów oraz ich efekty użytkowe na tkaninie podano w tabeli 1. Wysokie kąty odprężania po apreturze i po wielokrotnych praniach oraz niskie kurczliwość uzyskano na tkaninie wiskozowej przy pomocy żywicy według wynalazku wskazując na bardzo dobre i trwałe własności użytkowe tej żywicy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania żywicy melaminowo-formaldehydowej do uszlachetniania wyrobów włókienniczych otrzymanej poprzez kondensację 1 mola melaminy z 2–6 molami formaldehydu i eteryfikację alkoholem, **znamienny tym**, że proces prowadzi się z dodatkiem 0,1–1,5 mola dwumetylolocykloetylenomocznika lub innej pochodnej cykloetylenomocznika.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces dozowania dwumetylolocykloetylenomocznika prowadzi się w środowisku alkalicznym w temperaturze 20–60°C w czasie 5–60 minut.

T a b e l a 1

Czas prze- chowy- wania	Produkt	Własności fizyko-chemiczne				Kąt odprężenia $\frac{O + W}{2}$ w %			Kurczliwość W/O w %	
		Wolny formal- dehyd % wago- wy	Lepkość w stop- niach Eng- lera	Sucha masa % wagowy	Stabil- ność kąpieli go- dzin	przed apre- turą	po apre- turze	po X pra- niach	przed apre- turą	po apre- turze
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	Żywica wg wynalazku	0,5	1,8	50	>48	35,4	69,8	69,5	7,8 9,2	1,2 2,2
	Żywica melaminowa	1,0	2,3	50	19	35,4	61	41	7,8 9,2	2,1 3,2
Po 2-ch miesiącach	Żywica wg wynalazku	0,6	1,8	50	>48	—	—	—	—	—
	Żywica melaminowa									
Po 6-ciu miesiącach	Żywica wg wynalazku	0,55	1,9	50	>48	35,4	70,1	69,8	7,8 9,2	1,3 2,0
Po 9-ciu miesiącach	Żywica wg wynalazku	0,5	1,95	50	38	35,4	69,9	69,6	7,8 9,2	2,5 2,7