



Patent dodatkowy
do patentu nr 75044

Zgłoszono: 04.09.74 (P. 173867)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 24.04.76

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1978

MKP D06p 5/04

Int. Cl.² D06P 5/04

CZYTELNIJA

Urzedu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Kazimierz Poreda, Dominik Nowak, Irmgarda Joszko

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Bla-chownia”, Kędzierzyn, (Polska)

Sposób wytwarzania środka do utrwalania wybarwień barwnikami siarkowymi

1

Przedmiotem patentu głównego nr 75 044 jest sposób wytwarzania środka do utrwalania wybarwień na tkaninach barwionych barwnikami siarkowymi przez kondensację 1 mola dwucyjandwuamidu z 1,0—1,9 mola aldehydem mrówkowym, podgrzewanie mieszaniny w obecności kwasu organicznego, oraz 0,2—0,5 mola soli amonowej mocnego kwasu, ogrzewanie całości w czasie 1—2 godzin w temperaturze do 85°C, po czym wprowadzenie do kompozycji 18—30 g soli alkoholu winylowego i ogrzewanie w ciągu 30—60 minut w temperaturze 85—95°C.

W procesie według patentu nr 91 628 otrzymuje się najpierw kompozycję środka według patentu 46 776, a następnie do środowiska reakcji wprowadza się polialkohol winylowy i ogrzewa mieszaninę reakcyjną do temperatury 85—95°C utrzymując całość w tej temperaturze w ciągu 30 do 60 minut. Tak sporządzony środek w stosunku do znanych środków wykazuje lepsze od nich zdolności do utrwalania wybarwień na tkaninach barwionych barwnikami bezpośrednimi zwłaszcza siarkowymi, oraz wykazuje większą odporność wybarwień na działanie potu oraz na tarcie mokre i suche.

Otrzymany według patentu nr 75 044 środek do utrwalania wybarwień mimo bardzo korzystnych właściwości jego w oddziaływaniu na tkaniny, kłopotliwy jest w stosowaniu, ze względu na jego wysoką lepkość. Produkt ten w normalnych wa-

2

runkach jest gęstą mleczną cieczą o lepkości mierzonej w temperaturze 20°C, wynoszącej 15.000—30.000 cP, który po czasie około 1 miesiąca ulega częściowemu zżelowaniu rozdzielając się na dwie warstwy.

Celem wynalazku było zmodyfikowanie dotychczasowego sposobu wytwarzania środka do utrwalania wybarwień, dobierając takie warunki procesu, w wyniku których otrzymany produkt posiadałby niską lepkość przy zachowaniu poprzednio posiadanych korzystnych właściwości użytkowych, a jednocześnie był trwały w czasie. Stwierdzono, że cel ten może być osiągnięty jeżeli przed wprowadzeniem alkoholu poliwinylowego do procesu, obniży się temperaturę do 60—75°C a następnie wprowadzi do środowiska alkohol poliwinylowy wraz z wodą i przeprowadzi reakcję w tej temperaturze w czasie 60—120 minut, po czym obniży temperaturę do około 50°C i wprowadzi dodatek alkoholu metylowego.

Obniżenie temperatury procesu, dodatek wody i alkoholu metylowego oraz wydłużenie czasu reakcji powoduje zmiany reakcji. W takich warunkach powstają przy prawie tym samym składzie komponentów niższe polimery, a otrzymany produkt wykazuje korzystniejsze właściwości użytkowe, to jest odporność na tarcie mokre i suche i stanowi jednorodną przezroczystą ciecz o lepkości w granicy 1000—5000 cP, nie rozwarstwiającej się w trakcie magazynowania po okresie 6-ciu miesięcy.

Sposobem według wynalazku środek do utrwalania wybarwień na tkaninach barwionych barwnikami siarkowymi wytwarza się przez kondensację dwucyjandwuamidu z alkoholem mrówkowym, stosując na 1 mol dwucyjandwuamidu 1,0—1,9 mola aldehydu mrówkowego.

Do mieszaniny wprowadza się 0,04—0,07 mola kwasu organicznego i ogrzewa do temperatury 70—80°C utrzymując tę temperaturę w czasie 30—60 minut. Następnie do środowiska reakcji dodaje się 0,2, 0,5 mola chlorku amonowego oraz 0,0004—0,001 mola siarczany glinowego i ogrzewa całość do temperatury 85°C utrzymując ją w czasie 1—2 godzin.

Następnie obniża się temperaturę procesu do 60—80°C, i wprowadza się do środowiska reakcji 18—30 g alkoholu poliwinylowego oraz 2—5 moli wody. Reakcję prowadzi się, w tej temperaturze w czasie 1—2 godzin otrzymując jednorodny produkt. Następnie obniża się temperaturę do 45—60°C, dodaje 0,2—2,0 moli alkoholu metylowego i miesza zawartość reaktora w czasie 10 minut.

Środek do utrwalania wybarwień na tkaninach otrzymany sposobem według wynalazku w normalnych warunkach jest przezroczystą cieczą rozpuszczającą się łatwo w wodzie o lepkości średniej mierzonej w temperaturze 20°C w granicy 1000—5000 cP. Produkt naniesiony w postaci roztworu wodnego na tkaniny barwione barwnikami siarkowymi, poprawia odporność na tarcie suche i mokre w granicy 0,5—2,0 stopni według szarej skali.

Przykład I. 1 mol dwucyjandwuamidu, 1 mol aldehydu mrówkowego, 0,04 mola kwasu octowego ogrzewa się 30 minut w temperaturze 75°C, następnie dodaje się 0,2 mola chlorku amonowego, 0,1 mola aldehydu mrówkowego, 0,0004 mola siarczany, glinowego, 18 g alkoholu poliwinylowego i 2 mole wody, całość ogrzewa się 60 minut w temperaturze 60°C. Następnie obniża się temperaturę do 45°C, dodaje 2 mole metanolu i miesza w czasie 10 minut. Otrzymany produkt posiada dobre własności utrwalające, poprawia odporność wybarwień na tarcie na sucho i na mokro od 0,5—2,0 stopnia według skali szarej.

Przykład II. 1 mol dwucyjandwuamidu, 1,5 mola aldehydu mrówkowego, 0,55 mola kwasu octowego ogrzewa się 45 minut w temperaturze 80°C, następnie dodaje się 0,35 mola chlorku amonowego, 0,25 mola aldehydu mrówkowego, 0,0007 mola siarczany glinowego, 24 g alkoholu poliwinylowego, 3 mole wody, całość ogrzewa się 90 minut w temperaturze 70°C, po czym obniża

się temperaturę do 50°C i dodaje 1,3 mola metanolu i miesza w czasie 10 minut. Otrzymany produkt posiada dobre właściwości utrwalające, poprawia odporność wybarwień na tarcie suche i mokre od 0,5—2,0 stopnia według szarej skali.

Przykład III. 1 mol dwucyjandwuamidu, 1,9 mola aldehydu mrówkowego, 0,07 mola kwasu octowego, ogrzewa się 60 minut w temperaturze 60°C, następnie dodaje się 0,5 mola chlorku amonowego, 0,4 mola aldehydu mrówkowego, 0,001 mola siarczany glinowego, 30 g alkoholu poliwinylowego i 4 mole wody, całość ogrzewa się 120 minut w temperaturze 80°C. Po zakończeniu reakcji obniża się temperaturę do 50°C, dodaje 0,6 mola metanolu i miesza w czasie 10 minut. Otrzymany produkt posiada dobre właściwości utrwalające, poprawia odporność wybarwień na tarcie suche i mokre od 0,5—2,0 stopnia według szarej skali.

Przykład IV. 1 mol dwucyjandwuamidu, 1,5 mola aldehydu mrówkowego, 0,2 mola kwasu siarkowego ogrzewa się 40 minut w temperaturze 75°C, następnie dodaje się 0,35 mola aldehydu mrówkowego, 0,0005 mola siarczany glinowego, 24 g alkoholu poliwinylowego i 5 moli wody, całość ogrzewa się 90 minut w temperaturze 70°C, po czym obniża się temperaturę środowiska reakcji do 50°C dodaje 0,2 mole metanolu i miesza w ciągu 10 minut.

Otrzymany produkt posiada dobre właściwości utrwalające poprawia odporność wybarwień na tarcie suche i mokre od 0,5—2,0 stopnia według szarej skali.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania środka do utrwalania wybarwień barwnikami siarkowymi, przez kondensację 1 mola dwucyjandwuamidu z 1—1,9 mola aldehydu mrówkowego w środowisku lekkokwasnym w wyniku podgrzewania obu składników w obecności kwasu organicznego, wprowadzenie do mieszaniny 0,2—0,5 mola soli amonowej mocnego kwasu, 0,0004—0,001 mola siarczany glinu i powtórzone podgrzewanie całości w ciągu 1—2 godzin, a następnie wprowadzenie 18—30 g polialkoholu winylowego według patentu nr 75 044, **znamienny** tym, że polialkohol winylowy wprowadza się do środowiska reakcji razem z 2—5 moli wody w temperaturze 60—80°C, utrzymuje proces w tej temperaturze w czasie 1—2 godzin, po czym obniża temperaturę do 45—60°C i dodaje 0,2—2,0 moli alkoholu metylowego.