

2

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y PATENTU TYMCZASOWEGO

74109

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 39b⁵,9/00

Zgłoszono: 23.11.1971 (P. 151713)

Pierwszeństwo: _____

MKP C08g 9/00

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1975



Twórcy wynalazku: Bogdan Zarychta, Marianna Zdyb, Krzysztof Budzyński, Urszula Kuciewicz

Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”,
Kędzierzyn (Polska)

Sposób wytwarzania żywicy do uszlachetniania wyrobów włókienniczych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania reaktywnej żywicy do trwałego uszlachetniania wyrobów włókienniczych z włókien celulozowych.

Ogólnie do impregnacji wyrobów włókienniczych są stosowane żywice termoutwardzalne i żywice reaktywne. Pierwsze są otrzymywane przez kondensację mocznika lub melaminy z formaldehydem. Natomiast żywice reaktywne wiążące się trwale z celulozą są pochodnymi etylenomocznika, propylenomocznika, karbaminianów i trójazonów.

Jeden ze sposobów wytwarzania żywic do uszlachetniania wyrobów włókienniczych podaje opis patentu USA 3049446 z 1962 roku.

Żywica według tego patentu wytwarzana jest poprzez kondensację 1 mola mocznika z 1 molem gliksalu i 2–2,5 molami formaldehydu przy pH=4–6 w temperaturze 25–95°C przez okres czasu 0,5–72 godzin.

Wadą tego sposobu jest konieczność stosowania skomplikowanej aparatury automatycznej do utrzymywania wymaganej stałej wartości pH w czasie kondensacji oraz duża ilość niezwiązanego w żywicy formaldehydu, dochodząca do 5% wagowych. Z uwagi na wydzielanie się wolnego formaldehydu przy napawania i suszeniu tkanin, żywica ta praktycznie nie ma zastosowania przy obecnie używanym parku maszynowym we włókiennictwie.

Ogólnie, żywice termoutwardzalne otrzymywane znanymi sposobami mają małą stabilność w czasie magazynowania i w kąpielach impregnacyjnych

2

wobec katalizatorów oraz w niewielkim stopniu łączą się z celulozą podczas kondensacji na włóknie. Ta ostatnia wada powoduje, że nadane wyrobom własności niekurcziwe i niemnące zanikają po kilkakrotnym praniu.

Natomiast żywice reaktywne jakkolwiek nie posiadają wad żywic termoutwardzalnych jednak na ogół są przydatne tylko do określonych technologii wykończalniczych.

Celem wynalazku jest wytworzenie żywicy do trwałego uszlachetniania wyrobów włókienniczych z włókien celulozowych, odznaczającej się dużą stabilnością podczas magazynowania i w kąpielach impregnacyjnych z katalizatorami, zawierającej znikomą ilość wolnego formaldehydu oraz przydatnej do różnych technologii wykończalniczych we włókiennictwie.

Postawione zadanie rozwiązuje sposób wytwarzania żywicy do impregnacji wyrobów z włókien celulozowych będących przedmiotem wynalazku. Polega on na wytworzeniu żywicy reaktywnej poprzez kondensację mocznika z gliksalem i formaldehydem w obecności dwucyjanodwuamidu oraz usunięciu wolnego formaldehydu z żywicy za pomocą acetonu.

Do mieszaniny 1 mola mocznika, 1 mola gliksalu i 2 mol formaldehydu dodany jest dwucyjanodwuamid w ilości do 1 mola. Reakcja kondensacji prowadzona jest przy pH=4–6 w temperaturze 25–95°C przez okres czasu 0,5–72 godzin.

Dodatek dwucyjanodwuamidu umożliwia utrzymywanie stałej wartości pH w czasie kondensacji, częściowo wiąże wolny formaldehyd oraz podwyższa stabilność żywicy podczas magazynowania i odporność wybarwień impregnowanych wyrobów włókienniczych na czynniki mokre takie jak woda, pot, pranie. Dalsze wiązanie wolnego formaldehydu w żywicy przeprowadzone jest w środowisku alkalicznym przez dodanie acetonu w ilości około 1% wagowego w stosunku do masy produktu. Wolny formaldehyd może być również wiązany przez dodanie azotanu amonu lub siarczynu sodu w ilościach stechiometrycznych do wolnego formaldehydu.

Sposób wytwarzania żywicy do impregnacji włókien celulozowych według wynalazku jest szczegółowo opisany w poniższym przykładzie.

Przykład I. Do kolby zaopatrzonej w mieszadło i chłodnicę zwrotną wlewo 50 g wodnego roztworu gioksalu o stężeniu 40% i 56 g wodnego roztworu formaldehydu o stężeniu 37%. Następnie dodano stężony ług sodowy do uzyskania w mieszaninie pH = 5,5 oraz dodano 2 g dwucyjanodwuamidu. Całą zawartość mieszało do uzyskania jednorodnej cieczy, dodano 20,5 g mocznika i podgrzano kolbę do temperatury 80°C utrzymując w tej temperaturze przez 2 godziny. Następnie temperaturę obniżono do 60°C zalkalizowano całość ługiem sodowym do pH = 9 i dodano 1,5 g acetonu. Całą zawartość utrzymywano w temperaturze 60°C przez 15 minut, po czym zakwaszono kwasem

siarkowym do pH = 6. Następnie dodano 0,1 g węglu aktywnego i po 15 minutach mieszania produkt filtrowano.

Otrzymany produkt przedstawiał 50% klarowny wodny roztwór żywicy o zabarwieniu lekko słomkowym i ciężarze właściwym 1,2 g/cm³, zawierający poniżej 1% wolnego formaldehydu.

Żywica do impregnacji tkanin celulozowych otrzymana sposobem według wynalazku nie ulega zmianie nawet po roku magazynowania. Może być ona używana do różnych technologii wykończeniowych, jak np.: klasyczna z dogrzewaniem, wilgotno-nawojowa, mokronawojowa lub permanent-press.

Wyroby włókiennicze z celulozy impregnowane żywicą według wynalazku odznaczają się trwałą odpornością na gnecenie w stanie suchym i mokrym oraz praktycznie nie kurczą się po wielokrotnym praniu.

Zastosowanie żywicy do impregnacji tkanin oraz własności użytkowe tkanin impregnowanych przedstawiono w przykładach II i III.

Przykład II. Próbkę tkaniny bawełnianej i wiskozowej wybarwione Błękitem bezpośrednim B6 napawano wodnym roztworem zawierającym 150 g/l żywicy według wynalazku i 10 g/l wodnego roztworu azotanu cynku o gęstości 1,4 g/cm³. Po napawaniu tkaninę wysuszono w temperaturze 100°C i następnie dogrzano w temperaturze 150°C w przeciągu 5 minut. Własności użytkowe tkanin impregnowanych podano poniżej w tablicy.

Rodzaj oznaczenia		Tkanina bawełniana	Tkanina wiskozowa
Kąty odprężenia w stanie suchym $\frac{0 + W}{2} \%$	przed apreturą	39,8	35,4
	po apreturze	78,2	77,5
	po X praniu	78,0	77,2
Kąty odprężenia w stanie mokrym $\frac{0 + W}{2} \%$	przed apreturą	37,4	33,7
	po apreturze	78,5	77,8
	po X praniu	78,3	77,5
Kurczliwość przed apreturą w %	osnowa	4,8	7,8
	wątek	5,4	9,2
Kurczliwość po apreturze w %	osnowa	1,8	2,4
	wątek	2,0	2,9

Oprócz wysokich własności niemnących i niekurczliwych, uzyskano wzrost odporności wybarwień na czynniki mokre takie jak woda, pot i pranie średnio o 2°, przy czym nie stwierdzono spadku wytrzymałości impregnowanych tkanin na zrywanie i przecieranie.

Przykład III. Niebarwione próbki tkaniny bawełnianej i wiskozowej napawano roztworem wodnym zawierającym 300 g/l żywicy według wynalazku, 2 g/l zwilżacza niejonowego i 25 g/l kwa-

su siarkowego o stężeniu 48%. Następnie tkaniny podsuszono do wilgotności 7–8% dla bawełny i 12–14% dla wiskozy, opakowano w folię i pozostawiono w temperaturze pokojowej na 24 godziny.

Po tym czasie tkaniny wypłukano w zimnej wodzie, wyprano w kąpieli o temperaturze 50°C zawierającej 5 g/l mydła i 2 g/l węglanu sodu, wypłukano w ciepłej i zimnej wodzie oraz wysuszono w stanie nienapężonym w temperaturze pokojowej. W trakcie suszenia, tkaniny rozprostowały się, znikły wszelkie załamania i fałdy.

Rodzaj oznaczenia		Tkanina bawełniana	Tkanina wiskozowa
Kąty odprężenia w stanie suchym $\frac{0 + W}{2} \%$	przed apreturą	39,8	35,4
	po apreturze	79,2	76,3
	po X praniu	78,8	76,1
Kąty odprężenia w stanie mokrym $\frac{0 + W}{2} \%$	przed apreturą	37,4	33,7
	po apreturze	89,4	90,6
	po X praniu	89,3	90,3
Kurczliwość przed apreturą w %	osnowa	4,8	7,8
	wątek	5,4	9,2
Kurczliwość po apreturze w %	osnowa	0,3	0,9
	wątek	0,6	0,8

Tak impregnowane tkaniny charakteryzują się następującymi własnościami użytkowymi.

Wysokie kąty odprężenia szczególnie w stanie mokrym uzyskane w tej technologii wykończenia zwanej technologią wilgotno-nawojową, wskazują na bardzo cenną własność żywicy według wynalazku, a mianowicie nadają wyrobom włókienniczym z celulozy efekt samowygładzania się po praniu w stanie mokrym, co praktycznie eliminuje konieczność prasowania. Stwierdzono również tylko kilkuprocentowy spadek wytrzymałości tkanin na zrywanie, co jest dużą zaletą żywicy otrzymanej według wynalazku w porównaniu do innych

reaktantów, które w tego typu wykończeniu powodują duże spadki wytrzymałości.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania żywicy do uszlachetniania wyrobów włókienniczych przez kondensację 1 mola mocznika z 1 molem gliksalu i 2—2,5 molami formaldehydu, **znamienny tym**, że kondensacja prowadzona jest z dodatkiem dwucyjanodwuamidu w ilości do 1 mola, a po jej zakończeniu nadmiar wolnego formaldehydu wiązany acetonem w środowisku alkalicznym.