

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49461

Patent dodatkowy
do patentu nr 46610

Zgłoszono: 18. II. 1963 (P 100 787)

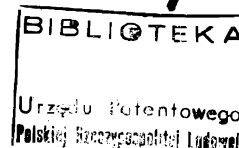
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 22.V.1965

Kl. 12p, 10

MKP C 07 d

UKD



Współtwórcy wynalazku: doc. mgr inż. Józef Majzner, mgr inż. Andrzej
Wawrzyniak, mgr inż. Zdzisław Jankowski

Właściciel patentu: Politechnika Łódzka (Katedra i Zakład Wykończal-
nictwa), Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania reaktywnych związków nadających wyrobom włókienniczym hydrofobowość z równoczesną poprawą ich odporności na mięcie

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania reaktywnych związków nadających wyrobom włókienniczym hydrofobowość z równoczesną poprawą ich odporności na mięcie.

W opisie patentu głównego nr 46610 podany jest sposób wytwarzania reaktywnych związków, nadających materiałom włókienniczym hydrofobowość z równoczesną poprawą ich odporności na mięcie, przez kondensację 2,4-dwuchloro-6-alkiloamino-1, 3, 5-trójazyny z dwuaminą alifatyczną lub aromatyczną. Reakcję tę przeprowadza się w środowisku rozpuszczalników organicznych, np. w benzenie lub acetonie.

Do przeprowadzenia tej reakcji używa się bardzo dużych ilości rozpuszczalników organicznych. Odzyskiwanie tych rozpuszczalników jest dość kłopotliwe i związane z nieuniknionymi ich stratami, co podnosi koszty produkcji związków reaktywnych. Poza tym rozpuszczalniki te są łatwo palne, a ich pary są szkodliwe dla zdrowia obsługi.

Stwierdzono nieoczekiwanie, że wspomniana kondensacja wyżej wymienionych związków przebiega również dobrze w środowisku wodnym, przy czym reakcja przebiega nawet z większą niż w środowisku rozpuszczalników organicznych wydajnością, sięgającą 96—98% wydajności teoretycznej.

Przykład I. Do naczynia zaopatrzonego w mieszadło wlewa się zimnej wody z lodem w ilości 1500 ml i przy intensywnym mieszaniu dodaje się 92,2 g chlorku cyjanumu, a następnie wkrapla się

2

roztwór 15,02 g etylenodwuaminy w 100 ml zimnej wody, po czym dodaje 20 g wodorotlenku sodowego rozpuszczonego w 200 ml wody. Temperaturę masy reakcyjnej utrzymuje się w granicach od -3 do $+2^{\circ}\text{C}$ w ciągu 90 minut, przy czym wartość pH waha się 5—6. Następnie temperaturę masy reakcyjnej podnosi się w ciągu 20 minut do $+10^{\circ}\text{C}$ i ogrzewa w ciągu 15 minut. Po zakończeniu reakcji wartość pH roztworu winna wynosić 6—6,5. Następnie produkt kondensacji odsąca się, przemywa wodą w ilości 3000 ml i suszy w temperaturze 20°C . Otrzymuje się 173 g N,N'-dwi-[2-(4,6-dwuchloro-1, 3, 5-trójazynylo-)]-etylenodwuaminy. Wydajność 97% wydajności teoretycznej. Synteza przebiega według wzoru 1.

Przykład II. Do naczynia zaopatrzonego w mieszadło wlewa się 1000 ml wody, a następnie dodaje 93 g dodecyloaminy i podgrzewa zawartość do temperatury 60°C po uzyskaniu tej temperatury, włącza się mieszadło, a po 5 minutach dodaje lodu w takiej ilości, aby temperatura spadła do 17°C , przy czym uzyskuje się emulsję aminy w wodzie. Do tak przygotowanej emulsji wodnej dodecyloaminy dodaje się dobrze rozbełtanego w zimnej wodzie produktu wytworzonego według przykładu I. Po zmieszaniu tych dwóch substratów, temperaturę masy reakcyjnej podnosi się w ciągu 25 minut do 35°C i utrzymuje w tych warunkach do chwili, gdy wartość pH wyniesie 5—6, następnie wkrapla się 26,5 g węglanu dwusodowego rozpusz-

czonego w 200 ml wody, tak aby wartość pH nie przekraczała 6, przy czym temperaturę mieszaniny reakcyjnej stopniowo podnosi się do 40°C. Po wkropleniu temperaturę powoli podnosi się do 50°C mieszając jeszcze w ciągu dalszych 30 minut. Wytworzony produkt kondensacji sączy się, przemywa ciepłą wodą w ilości 4000 ml i suszy w temperaturze 40°C. Otrzymuje się 314 g N,N'-dwu[2-(4-chloro-6-dodecyloamino)1, 3, 5-trójazynylo]-etylenodwuaminy o temperaturze topnienia 167–168°C. Wydajności 96% wydajności teoretycznej. Synteza przebiega według wzoru 2.

Analiza elementarna dla wzoru $C_{32}H_{58}N_{10}Cl_2$ obliczono: 58,78% C, 8,94% H, 21,44% N, 10,84% Cl otrzymano: 58,97% C, 9,01% H, 21,28% N, 10,75% Cl

50 g wyżej wytworzonego związku rozpuszcza się w 50 ml chlorobenzenu, podgrzewa, a otrzymany roztwór wkrapla do uprzednio przygotowanego roztworu 3 g Emulphoru O, 10 g alkoholu poliwinylowego oraz 1 g Dispersolu AC rozpuszczonych w 250 ml wody. Przy intensywnym mieszaniu otrzymuje się gęstą, białą emulsję, którą przed użyciem rozcieńcza się wodą dożądanego stężenia. Emulsją, o stężeniu 15–40 g/l zawierającą pochodną 1, 3, 5 trójazyny napawa, natryskuje lub powleka wyrób włókienniczy, który następnie odżyma się, napawa wodnym roztworem węglanu dwusodowego, suszy i dogrzewa w temperaturze 120–160°C w ciągu 5–8 minut. Tak potraktowany materiał włókienniczy uzyskuje dobre i trwałe własności wodoodporne oraz poprawę kąta mięcia. W zależności od stężenia pochodnych 1, 3, 5-trójazyny w emulsji uzyskuje się efekt niemięcia od 60 do 100% w stosunku do materiałów nie wykończonych.

Należy podkreślić, że materiały włókiennicze, wykończone przy pomocy związków wytwarzanych sposobem według wynalazku uzyskują poza tym dobry chwyt.

Przykład III. Do naczynia zaopatrzonego w mieszadło wlewa się 1000 ml wody, a następnie dodaje 135 g oktaacyloaminy i podgrzewa zawar-

tość do temperatury 90°C. Następnie włącza mieszadło, a po upływie 3–5 minut dodaje 800 g rozdrobnionego lodu, tak aby temperatura spadła do 22°C. Uzyskuje się w ten sposób emulsję aminy w wodzie. Do tak przygotowanej emulsji wodnej oktaacyloaminy dodaje się dobrze rozbełtany w zimnej wodzie biały produkt kondensacji otrzymany według przykładu I. Po wymieszaniu tych dwóch substratów, temperaturę masy reakcyjnej podnosi się w ciągu 30 minut do 40–42°C i utrzymuje w tych warunkach do chwili, gdy wartość pH wyniesie 5–6, następnie wkrapla się 26,5 g węglanu dwusodowego rozpuszczonego w 200 ml wody, tak aby wartość pH nie przekraczała 6, przy czym temperaturę stopniowo podnosi się do 50°C. Po wkropleniu roztworu węglanu dwusodowego, temperaturę powoli podnosi się do 55°C mieszając w ciągu 30 minut. Następnie wyłącza się mieszadło, a produkt kondensacji sączy się, przemywa ciepłą wodą w ilości 4000 ml i suszy w temperaturze 40°C. Otrzymuje się 395 g N,N'-dwu[2-(4-chloro-6-oktaacyloamino)1, 3, 5-trójazynylo]-etylenodwuaminy o temperaturze topnienia 156–158°C. Wydajność 96% teoretycznej. Synteza przebiega według wzoru 3.

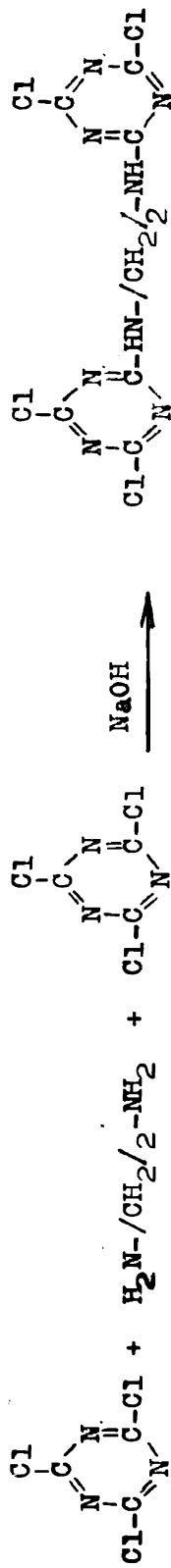
Analiza elementarna dla wzoru $C_{44}H_{82}N_{10}Cl_2$ obliczono: 64,28% C, 10,05% H, 17,04% N, 8,63% Cl otrzymano: 64,32% C, 9,78% H, 17,18% N, 8,48% Cl

Otrzymanie z tego związku emulsji i dalsze traktowanie nią materiałów włókienniczych przeprowadza się według przykładu II.

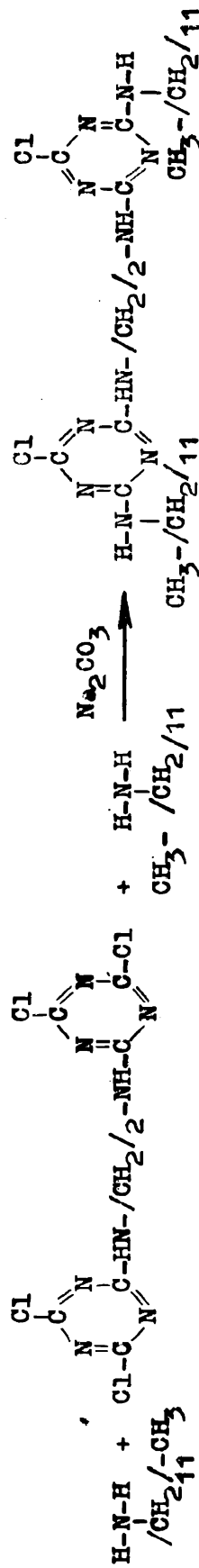
Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania reaktywnych związków nadających wyrobom włókienniczym hydrofobowość z równoczesną poprawą ich odporności na mięcie, według patentu nr 46610, przez kondensację 2,4-dwuchloro-6-alkiloamino-1, 3, 5-trójazyny z dwuaminą alifatyczną lub aromatyczną, **znamienny tym**, że reakcję kondensacji przeprowadza się w środowisku **wodnym**.

W Z 0 R 1.



W Z 0 R 2.



W Z 0 R 3.

