

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

55878

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 25. VII. 1966 (P 111 153)

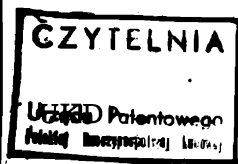
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15. X. 1968

Kl 39 ~~5~~

65,9/10

MKP C 08 g 9/10



Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Jan Potocki, mgr inż. Wojciech Dmowski, dr inż. Jerzy Bielawski

Właściciel patentu: Centrala Wytwórczo-Usługowa „Libella” Sp. z o. o.,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania środka do przeciwogniowej impregnacji wyrobów włókienniczych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania środka do przeciwogniowej impregnacji wyrobów włókienniczych, zwłaszcza tkanin wełnianych, bawełnianych, jedwabnych i z włókien sztucznych.

Jako środki do impregnowania tkanin w celu uodpornienia ich na działanie ognia stosuje się wodne roztwory nieorganicznych soli, a zwłaszcza fosforanu amonowego lub fosforanu potasowego. Środki te mają jednak szereg wad, a mianowicie nie wnikają w głąb włókna, mają małą przyczepność do tkaniny i krystalizują na jej powierzchni, to też trwałość uodpornienia tkaniny na działanie ognia jest przy użyciu tych środków niewielka. Poza tym niektóre znane środki impregnacyjne zmieniają apreturę tkaniny.

Wielu z tych wad nie mają środki impregnacyjne oparte na żywicach mocznikowo-formaldehadowych o niskim stopniu polimeryzacji i zawierają stabilizatory oraz substancje nadające zaimpregnowanemu włóknu cechy materiału trudnozapalnego. Według znanych sposobów otrzymywania tych środków impregnacyjnych proces syntezy żywicy mocznikowo-formaldehadowej prowadzi się w środowisku o odczynie zbliżonym do obojętnego, a mianowicie o pH = 5,8–8 i w temperaturze nie przekraczającej 70°C. W publikacjach dotyczących tego procesu podkreśla się szczególnie niebezpieczeństwo prowadzenia syntezy żywicy przy pH niższym niż 6, gdyż reakcja polikondensacji przebiega wówczas gwałtownie,

2

nawet wybuchowo, z wydzielaniem dużych ilości ciepła i wszelkie odchylenia od podanych wyżej parametrów procesu powodują powstawanie zbyt długich łańcuchów związków żywicznych. Żywice 5 takie są nierozpuszczalne w wodzie, a więc nie nadają się do impregnowania materiałów włókienniczych.

Te okoliczności zmuszają do bardzo ścisłego kontrolowania pH środowiska w czasie prowadzenia procesu syntezy żywicy mocznikowo-formaldehadowej. Poza tym, jak wiadomo, formalina ulega w czasie magazynowania polikondensacji z powstawaniem paraformaldehydu, to też formalinę przechowywaną przez pewien czas należy 15 przed użyciem jej do procesu syntezy żywicy depolimeryzować. Przeprowadza się to ogrzewając formalinę z małym dodatkiem kwasu, zwykle kwasu siarkowego lub ewentualnie solnego. Ponieważ ten dodatek kwasu powodowałby niepożą- 20 dane obniżenie pH środowiska procesu syntezy żywicy, należy taką depolimeryzowaną formalinę przed procesem syntezy żywicy zobojętnić. Stanowi to nie tylko dodatkową czynność komplikującą proces technologiczny, ale i powoduje obniżenie 25 jakości otrzymywanej żywicy, gdyż wytworzone przy zobojętnianiu nieorganiczne sole zmniejszają trwałość otrzymywanego produktu.

Drugim poważnym brakiem znanych sposobów wytwarzania żywic mocznikowo-formaldehadowych o niskim stopniu kondensacji jest mała 30

trwałość otrzymywanych produktów. Wprawdzie przez dodatek stabilizatorów, najczęściej urotropiny, można zwiększyć trwałość produktu, ale z reguły na okres nie dłuższy niż 3 miesiące.

Wad tych nie ma sposób według wynalazku. Umożliwia on bowiem z jednej strony prowadzenie procesu syntezy żywicy mocznikowo-formaldehdydowej w środowisku o pH znacznie niższym od dopuszczalnego przy stosowaniu znanych sposobów, a więc w dużej mierze usuwa niebezpieczeństwo gwałtownego przebiegu reakcji i powstawania zbyt długich łańcuchów związków żywicznych. Z drugiej zaś strony sposób ten umożliwia otrzymywanie środków do impregnacji przeciwogniowej materiałów włókienniczych o trwałości znacznie większej niż osiągnięta sposobami znanymi. Poza tym przy stosowaniu sposobu według wynalazku nie ma potrzeby zobojętniania kwasu, dodawanego do formaliny przy jej wstępnym depolimeryzowaniu gdyż proces syntezy żywicy według wynalazku może być również prowadzony w roztworach kwaśnych.

Sposób według wynalazku polega na tym, że proces polikondensacji żywicy mocznikowo-formaldehdydowej prowadzi się w obecności niewielkich ilości nieorganicznych związków fluoru, zwłaszcza fluorokrzemianu sodowego, w środowisku o pH = 3—8, zwłaszcza około 4, początkowo w temperaturze 0—5°C w czasie nie dłuższym niż 30 minut, kończąc proces kondensacji w temperaturze 40—50°C. Do kondensacji stosuje się 30—50 części wagowych mocznika na 40—45 części wagowych formaliny i 0,001—0,3 części wagowych związku fluoru. Po zakończeniu kondensacji dodaje się 10—30 części wagowych aminosulfonianu amonowego i 5—15 części wagowych urotropiny, po czym otrzymany środek stabilizuje się dodatkowo przez wymieszanie go z pyłem cynkowym i pozostawienie do odstania, dekantując następnie klarowny gotowy środek. Tak otrzymany preparat nadaje materiałom włókienniczym dobre właściwości ognioodporne, a trwałość jego jest praktycznie biorąc nieograniczona.

Przykład. Do mieszalnika wlewa się 42,6 kg

36%-owego roztworu wodnego aldehydu mrówkowego, dodaje 0,12 kg fluorokrzemianu sodowego i w ciągu 25 minut, przy ciągłym mieszaniu dodaje porcjami 32,7 kg mielonego mocznika. Wartość pH mieszaniny utrzymuje się w granicach 4—4,5 i temperaturę 0—5°C. Po dodaniu ostatniej porcji mocznika podnosi się temperaturę do 40—50°C, dodaje 9,2 kg urotropiny i miesza w ciągu 10 minut po czym dodaje się porcjami 15,5 kg mielonego aminosulfonianu amonowego i miesza dalej w ciągu 15 minut w temperaturze 40—50°C. Wartość pH mieszaniny podnosi się do 5—6. Następnie mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury 20°C i zobojętnia 25%-owym roztworem wodnym amoniaku do pH = 7,5. Do otrzymanego roztworu dodaje się pyłu cynkowego, miesza i pozostawia do odstania na kilka godzin. Klarowny roztwór dekantuje się lub odsacza, otrzymując gotowy środek do przeciwogniowej impregnacji wyrobów włókienniczych. Tkanina nasyczona tym środkiem nie zapala się, lecz ulega jedynie zniszczeniu w obrębie bezpośredniego działania ognia.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania środka do przeciwogniowej impregnacji wyrobów włókienniczych, zawierającego żywicę mocznikowo-formaldehdydową oraz stabilizatory, **znamienny tym**, że polikondensację 30—50 części wagowych mocznika z 40—45 częściami wagowymi formaliny prowadzi się w obecności 0,001—0,3 części wagowych nieorganicznego związku fluoru, zwłaszcza fluorokrzemianu sodowego, w środowisku o pH = 3—8, zwłaszcza około 4, w temperaturze 0—5°C w czasie nie dłuższym niż 30 minut, po czym kończy się proces polikondensacji w temperaturze 40—50°C, dodaje 10—30 części wagowych aminosulfonianu amonowego i 5—15 części wagowych urotropiny, a następnie otrzymany środek stabilizuje dodatkowo przez wymieszanie z pyłem cynkowym i zdekantowanie lub odsączenie.