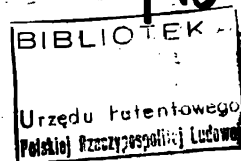


W89 9/34

Opublikowano dnia 16 kwietnia 1962 r.

~~F 244 3/15~~



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45679

Kl. 39 ^{85 9/34} ~~8/6~~

Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej*)

Blachownia ŚL, Polska

Sposób wytwarzania stabilnej, bezzapachowej żywicy mocznikowej do niemnącej impregnacji tkanin

Patent trwa od dnia 27 maja 1961 r.

Znany jest sposób wytwarzania żywic mocznikowych o konsystencji ciekłej, pastowatej oraz w formie proszku, rozpuszczalnych w wodzie w każdym stosunku.

Znajdują one szerokie zastosowanie w przemyśle włókienniczym, przeważnie do niemnącej impregnacji tkanin bawełnianych. Żywice te otrzymuje się przez kondensację mocznika i formaliny, przy czym produkty kondensacji są często dalej eteryfikowane niskocząsteczkowym alkoholem, zwykle metylowym.

Ogólnie produkty eteryfikowane są cenniejsze ze względu na ich korzystniejsze właściwości użytkowe.

Zwykle kondensaty moczniko-formaldehadowe ciekłe lub pastowate posiadają wysoką za-

wartość formaliny, najczęściej od 5 — 12%, są mało stabilne w całej masie w czasie magazynowania i w kąpielach impregnacyjnych. Pod tym względem ciekłe eteryfikowane kondensaty odznaczają się lepszymi właściwościami, gdyż posiadają niższą zawartość wolnej formaliny, średnio od 2,5—5%, jednak, jak to wynika z praktyki przemysłowej, produkty te w użyciu stwarzają ciężkie warunki zdrowotne w fabrykach włókienniczych. Poza tym w czasie magazynowania wypadają z nich osady nierozpuszczalne w wodzie i nieużyteczne, w ilości 1—5%.

Stwierdzono, że otrzymuje się pozbawioną tych wad eteryfikowaną żywicę mocznikową zawierającą 1%, a nawet 0,5% wolnej formaliny i o wysokiej stabilności, jeśli żywicę otrzymaną przez kondensację 1 mola mocznika z 2,2 — 2,5 mola formaliny przy pH = 8,9 w temperaturze 80 — 87°C zeteryfikuje się metanolem w obecności aldehydu octowego przy pH od 4 — 6 w temperaturze od 30 — 50°C.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr Dominik Nowak, mgr Zenobia Góral, mgr Edward Franczak i Irmgarda Schram.

Obecność aldehydu octowego w czasie eteryfikacji wpływa dodatnio na podwyższenie stabilności produktu handlowego oraz częściowo obniża ilość wolnego formaldehydu przez tworzenie w czasie podgrzewania w środowisku lekko alkalicznym najprawdopodobniej penterytrytu. Dalsze obniżenie formaldehydu w końcowym produkcie o zawartości około 52—60% suchej masy następuje po dodaniu w normalnej temperaturze stechiometrycznej ilości azotanu amonu i kwaśnego węgla sodu, licząc na wolną formalinę.

Sposobem według wynalazku uzyskuje się produkty odznaczające się tak wysoką stabilnością, że nawet po 1 roku magazynowania ilość wytworzonej z nich nieużytecznej żywicy jest praktycznie nie wykrywalna, a w rzadkich przypadkach wynosi najwyżej 0,1% oraz zawierają średnio 0,1 — 0,5% a niekiedy tylko do 1,0% wolnej formaliny.

Przykład. Do kolby okrągłodennej wlewa się 800 g formaliny, zobojętnia ją kwaśnym węglanem sodu i nastawia pH na 8—8,5, po czym dodaje 240 g mocznika. Zawartość kolby miesza się i ogrzewa do temperatury 80—85°C. Czas kondensacji w tej temperaturze wynosi 5 minut. Następnie mieszaninę reakcyjną lekko chłodzi się i dodaje zakwaszony kwasem siarkowym metanol wymieszany z aldehydem octowym w ilości 1600 g metanolu i 14,4 g aldehydu octowego.

Temperaturę procesu eteryfikacji utrzymuje się przez 20 minut na poziomie 40 — 45°C przy pH około 4. Po tym okresie eteryfikacji dodaje się kwaśny węgiel sodu w nadmiarze w celu

zobojętniania i lekkiego zalkalizowania roztworu.

Następnie prowadzi się filtrację i destylację produktu w celu oddzielenia metanolu, wody i wolnej formaliny. Destylację kończy się wtedy, gdy produkt posiada gęstość w 20° równą 1,110 — 1,120 g/cm³. Do otrzymanej żywicy dodaje się 3% azotanu amonu i 3% kwaśnego węgla sodu, licząc na produkt końcowy, w celu obniżenia zawartości wolnego formaldehydu do około 1%.

Otrzymany produkt jest cieczą jednolitą, odznaczającą się wysoką stabilnością podczas magazynowania i w kąpielach impregnacyjnych, praktycznie nie posiada zapachu, zupełnie rozpuszcza się w wodzie i posiada wysokie właściwości impregnacyjne.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania stabilnej bezzapachowej żywicy mocznikowej do niemnącej impregnacji tkanin przez kondensację 1 mola mocznika z 2 — 4 molaми formaliny w temperaturze około 90° i środowisku alkalicznym oraz eteryfikację metanolem w środowisku kwaśnym, znamienny tym, że eteryfikację prowadzi się z dodatkiem aldehydu octowego, po czym produkt zobojętnia się i zagęszcza przez destylację, a w końcu dodaje się azotan amonu i kwaśny węgiel sodu w ilości stechiometrycznej w stosunku do ilości wolnej formaliny.

Instytut Ciężkiej
Syntezy Organicznej