

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

67009

Patent dodatkowy
do patentu _____

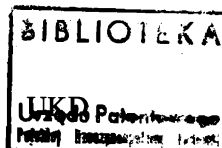
Zgłoszono: 02.VI.1969 (P 133 972)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.I.1973

Kl. 8k,1/30

MKP D06m 15/54



Współtwórcy wynalazku: Zygmunt Hehn, Dominik Nowak, Ignacy Jakobson,
Bogdan Zarychta, Maria Jaglarz-Kaczyńska

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Błachownia Śląska
(Polska)

Sposób wytwarzania środka do trwałej apretury zmiękczającej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania środka do trwałej apretury zmiękczającej.

Według dotychczas znanych sposobów środki do trwałej apretury zmiękczającej wytwarza się na drodze estryfikacji żywicy melaminowo-formaldehydowej za pomocą kwasu stearynowego, stosując na 1 część żywicy 0,6—1,4 części kwasu stearynowego, a następnie uzyskany ester rozkłada się przy użyciu trójetanolaminy.

Proces estryfikacji prowadzi się w temperaturze 160—200°C pod zmniejszonym ciśnieniem, zaś rozkład estru w temperaturze 100—140°C, stosując na 10 części estru 0,5—1,5 części trójetanolaminy. Tak uzyskany produkt jest substancją stałą, wymagającą przed użyciem przeprowadzenia wstępnego procesu emulgowania i wykazuje własności zmiękczające w odniesieniu tylko do włókien celulozowych.

Wadą tych produktów jest zbyt mała ich hydrofilność powodująca konieczność wprowadzenia odpowiednich dodatków hydrofilizujących do kąpieli apreter-skich.

Celem wynalazku było uzyskanie środka odpornego na pranie, przeznaczonego do trwałej apretury zmiękczającej pozbawionego wyżej wymienionych wad. Stwierdzono, że produkt o doskonałych własnościach zmiękczających, łatwy w stosowaniu odporny na pranie można otrzymać na drodze przeprowadzenia eteru metylowego wysokoskondensowanej i wysokozeteryfikowanej żywicy melaminowo-formaldehydowej, jak również eteru metylowego sześciometylolomelaminy w ester oc-

2

towy, a następnie przez rozkład tego estru w części za pomocą długolącuchowego alkoholu tłuszczowego i w części za pomocą poliglikolu etylenowego.

Sposobem według wynalazku eter metylowy sześciometylolomelaminy lub eter metylowy wysokoskondensowanej i wysokozeteryfikowanej żywicy melaminowo-formaldehydowej poddaje się estryfikacji bezwodnikiem octowym w reaktorze zaopatrzonym w kolumnę frakcjonującą, stosując na jedną część wagową eteru 0,5—2,0 części wagowe bezwodnika kwasu octowego.

Całość ogrzewa się powoli do temperatury 130—150°C. Reakcję prowadzi się tak długo, aż uzyska się w kubie produkt o liczbie kwasowej poniżej 50. Uzyskuje się w ten sposób poliester octowy o liczbie estrowej w granicach 200—550, który następnie miesza z alkoholami tłuszczowymi o długości łańcucha węglowodorowego od C₁₂ do C₂₂ w stosunku wagowym 1 część estru na 0,4—0,7 części alkoholu. Mieszaninę tę ogrzewa się do temperatury 110—140°C i prowadzi reakcję w czasie 0,5—2 godzin. Po tym czasie do mieszaniny reakcyjnej dodaje się 2—5 części poliglikolu etylenowego o ciężarze cząsteczkowym 400—4000 i całość ponownie ogrzewa się do temperatury 110—140°C w czasie 1—6 godzin. Po tym czasie produkt reakcji schładza się do temperatury ok. 80°C, neutralizuje ługiem sodowym i rozcieńcza wodą do stężenia 50% suchej masy.

Uzyskuje się produkt w formie pasty o zabarwieniu kremowo-białym, łatwo emulgujący się w wodzie. Produkt ten wprowadzony do kąpieli apreterskiej w ilości 15—30 g/l wykazuje trwałe działanie zmiękczające na-

dając tkaninom i dzianinom wykonanym z włókien naturalnych, sztucznych i syntetycznych jak też wykonanych z ich mieszanek miękką i przyjemny chwyt.

Przykład I. 1700 g eteru metylowego sześciometylołomelaminy miesza się z 1350 g bezwodnika kwasu octowego i ogrzewa powoli do temperatury 150°C w reaktorze zaopatrzonym w kolumnę frakcjonującą. Reakcję prowadzi się tak długo aż produkt w reaktorze

wykaże liczbę kwasową około 50 mg KOH/g. Uzyskany ester posiada liczbę estrową około 380 mg KOH/g. Ester w ilości około 2300 g miesza się z 1300 g alkoholu cetylowego i ogrzewając do temperatury 120°C prowadzi reakcję pod chłodnicą zwrotną mieszając w czasie 1 godziny. Następnie do całości dodaje się 5300 g poliglikolu etylenowego o ciężarze cząsteczkowym 1500—1800 i ponownie ogrzewa do temperatury 120°C w czasie 4—5 godzin do uzyskania produktu o liczbie kwasowej około 110 mg KOH/g. Po reakcji produkt schładza się do temperatury 80°C i zobojętnia ługiem sodowym.

Przykład II. 1500 g eteru metylowego wysoko skondensowanej i wysoko zeteryfikowanej żywicy melaminowo-formaldehidowej miesza się z 1500 g bezwodnika kwasu octowego i ogrzewa powoli do temperatury 130°C w reaktorze zaopatrzonym w kolumnę frakcjonującą. Reakcję prowadzi się tak długo aż odzyska się 800 g octanu metylu. Produkt reakcji uwalnia się od nieprzereagowanego bezwodnika kwasu octowego przez oddestylowanie pod próżnią do liczby kwasowej około 50 mg KOH/g. Produkt ten wykazuje liczbę zmydlenia około 520.

Do 1100 g tego estru dodaje się 650 g nasyconego alkoholu łojowego i ogrzewając do temperatury 110°C prowadzi się reakcję pod próżnią około 100 mm Hg w czasie 2 godzin. Dalej postępuje się podobnie jak w przykładzie I.

Przykład III. W reaktorze z mieszałem zaopatrzonym w kolumnę frakcjonującą ogrzewa się 1500 g eteru metylowego wysoko skondensowanej i wysoko

zeteryzowanej żywicy melaminowo-formaldehidowej z 900 g bezwodnika kwasu octowego do temperatury 140°C. Reakcję prowadzi się tak długo aż produkt w reaktorze wykaże liczbę kwasową około 30 mg KOH/g i liczbę estrową około 210 mg KOH/g.

Do 1000 g tego estru dodaje się 480 g technicznego alkoholu laurylowego i mieszając ogrzewa do temperatury 140°C w czasie 30 minut. Po tym czasie do reaktora dodaje się 3500 g poliglikolu etylenowego o ciężarze cząsteczkowym 3400—3600 i ogrzewa do temperatury 130°C w czasie 2 godzin do uzyskania produktu wykazującego liczbę kwasową około 86 mg KOH/g i dającego trwałą emulsję wodną.

Przykład IV. Do 1000 g estru otrzymanego jak w przykładzie pierwszym dodaje się 600 g nasyconego alkoholu łojowego i mieszając ogrzewa do temperatury 120°C w czasie 1 godziny a następnie dodaje się 820 g poliglikolu etylenowego o ciężarze cząsteczkowym około 400—500 i całość ogrzewa się do temperatury 140°C w czasie 1 godziny do produktu wykazującego liczbę kwasową 130—135 mg KOH/g i dającego trwałą emulsję wodną.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania środka do trwałej apretury zmiękczającej, polegający na acylowaniu metylowanych żywic melaminowych wysoko-skondensowanych i wysoko-zeteryfikowanych lub eteru metylowego sześciometylołomelaminy, **znamienny tym**, że 1 część wagową estru o liczbie estrowej 200—500 rozkłada się za pomocą 0,4—0,7 części wagowych alkoholi tłuszczowych o łańcuchach węglowodorowych C₁₂—C₂₂ w temperaturze 110—140°C, w czasie 0,5—2 godzin, a następnie poddaje dalszej reakcji z 2—5 częściami wagowymi poliglikolu etylenowych najlepiej o ciężarze cząsteczkowym 400—4000 w temperaturze 110—140°C w czasie 1—6 godzin.