



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 793405

(61) Дополнительный к патенту -  
(22) Заявлено 01.03.77 (21) 2455513/05  
(23) Приоритет - (32) 04.03.76  
(31) Р 26.08.894.8 (33) ФРГ

(51) М. Кл.<sup>3</sup>

С 08 F 283/12

Опубликовано 301280.Бюллетень № 48

(53) УДК 678.744.  
.32-13(088'.8)

Дата опубликования описания 01.01.81

(72) Авторы  
изобретения

Иностранцы  
Ханс Дайнер, Берихард Санднер и Вилли Бернхайм  
(ФРГ)

(71) Заявитель

Иностранная фирма  
"Хемеше Фабрик Пферзее ГМБХ"  
(ФРГ)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПРИВИТЫХ СОПОЛИМЕРОВ

1  
Изобретение относится к области получения привитых сополимеров, пригодных для обработки текстильных изделий.

Известен способ получения привитых сополимеров путем радикальной полимеризации 100 вес.ч смеси эфиров (мет)акриловых кислот с ненасыщенными соединениями в присутствии 5-40 вес.ч. полиорганосилоксанов в среде органического растворителя [1].

В известном способе в качестве полиорганосилоксанов используют диалкилполисиланы, в качестве ненасыщенных соединений - ненасыщенные эфиры (мет)акриловых кислот и процесс проводят в среде инертной жидкости, например  $H_2O$ , которая отгоняется по окончании реакции, в результате получают полимер, используемый для приготовления эластомеров, служащих в качестве уплотняющих средств, формовочных масс, смазок и покрытий.

Однако указанный сополимер не может использоваться для обработки текстильных изделий, так как в их структуре отсутствуют атомы водорода с атомами кремния.

2  
Цель изобретения - получение сополимеров, пригодных для обработки текстильных изделий.

Эта цель достигается тем, что в способе получения привитых сополимеров путем радикальной полимеризации 100 вес.ч. смеси эфиров (мет)акриловых кислот с ненасыщенными соединениями в присутствии 5-40 вес.ч. полиорганосилоксанов в среде органического растворителя в качестве ненасыщенных соединений используют 0,1-20 вес.ч. сложных эфиров (мет)акриловых кислот и/или моно- и диэфиров фумаровой и малеиновой кислот, содержащих свободные гидроксильные группы, а в качестве полиорганосилоксанов - метилводородполисилоксан, в которых соотношение связанных с кремнием алкильных остатков к связанному с кремнием атомом водорода составляет от 13:1 до 1:1 с вязкостью 30-230 сП при 20°C, а также тем, что полимеризация проводится в не смешивающейся с водой растворителе.

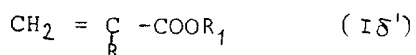
Для предлагаемого согласно изобретению способа принимают во внимание в качестве сложных эфиров акриловой и метакриловой кислот компонента (а) такие, которые при извест-

ных условиях, в разветвленном, алкильном остатке содержат 1-18 С-атомов.

В качестве примеров здесь следует назвать метил-, этил-, бутил- и октилакрилат и -метакрилат и сложные эфиры акриловой и метакриловой кислот 2-этилгексанола, а также н-додеканаола и н-октадеканаола. Из мономеров формулы 1а применяются по крайней мере 50 вес.%, предпочтительно 70 вес.%. Сложных эфиров акриловой или метакриловой кислоты и спиртов с 1-4 С-атомами. Вообще предпочтительны сложные эфиры акриловой кислоты.

Целесообразно при полимеризации применять дополнительно к сложным эфирам компоненты 1а сложные эфиры, содержащие концевые свободные гидроксильные группы, так как при этом при использовании достигаются дополнительные преимущества. Эти сложные эфиры, обозначенные в качестве компоненты 1б, происходят от акриловой, метакриловой, малеиновой и фумаровой кислот, которые этерифицированы гидроксильной группой двухатомных спиртов, алкиленовый остаток которых также может содержать кислород.

В качестве таковых принимают во внимание прежде всего сложные эфиры формулы



и/или  $\text{R}_2\text{OOC}-\text{CH} = \text{CH}-\text{COOR}_1$  (1δ''), причем R = -H, -CH<sub>3</sub>; R<sub>1</sub> = -(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH или -(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>-O-(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>-OH и R<sub>2</sub> = H или алкильный остаток с 1-12 С-атомами, где n = 2-4 и m = 2 или 3.

В качестве соединений формулы 1б' при этом следует назвать, например, 2-оксиэтил-, 3-оксипропил- и 4-оксибутилакрилат или -метакрилат. Кроме того, также пригодны односторонне этерифицированные диэтиленгликолем или дипропиленгликолем акриловая или метакриловая кислота.

В качестве соединений формулы 1б'' для R<sub>2</sub> = H пригодны, например, сложные эфиры, которые этерифицированы гидроксильной группой моно- или диэтиленгликоля, пропилен- или бутиленгликоля, а также дипропиленгликоля.

В случае сложных диэфиров формулы 1б'' (R<sub>2</sub> = алкильный остаток с 1-12 С-атомами) для остатка, содержащего свободные гидроксильные группы, имеют значение такой же, как и в случае сложных моноэфиров, причем тогда означает, например, метильный или 2-этилгексильный остаток.

При предпочтительном, согласно изобретению, варианте получения модифицированных полимеризатов, которые содержат свободные гидроксильные группы, используются содержащие концевые свободные гидроксильные группы сложные эфиры (компонента 1б) в таких количествах, что их доля по

отношению к сумме компонентов 1а, 1б и 1в составляет 0,1-20, предпочтительно 0,1-10, в особенности 2-8 вес.%. В названной последней области при их использовании получают самые предпочтительные результаты.

Далее, в случае предлагаемого согласно изобретению способа наряду со сложными эфирами акриловой кислоты и метакриловой кислот формулы 1а и в известных случаях компонентой 1б применяются еще незначительные количества способных к сополимеризации с соединениями формулы 1а ненасыщенные соединения - обозначенные 1в. В качестве таковых принимают во внимание, например, стирол, винилтолуол и акриловую кислоту. Однако их количество по отношению к сумме компонентов 1а, 1б и 1в не должно превышать 10 вес.% и в особенности 5 вес.%.

Все указанные полимеризующиеся соединения могут использоваться в стандартной форме.

Полимеризация осуществляется в присутствии блокированных на концах алкилводородполисилоксанов. В качестве таковых применяют метилводородполисилоксаны. Под ними в первую очередь нужно понимать такие алкилводородполисилоксаны, в которых соотношение алкильный остаток: атомы водорода без учета концевых групп, как триметилсилильные группы, составляет примерно 1:1.

Наряду с ними, однако, также пригодны алкилводородполисилоксаны, в которых соотношение алкильные остатки: атом водорода больше, чем 1:1, а именно примерно составляет вплоть до 13:1. Однако продукты, которые получают при использовании алкилводородполисилоксанов, в которых соотношение алкильные остатки: водород больше, чем 5:1, менее пригодны, так как преимущества полученных согласно изобретению и примененных согласно изобретению продуктов прежде всего основаны на связанных с кремнием и имеющихся в модифицированных полимеризатах атомах водорода. Алкилводородполисилоксаны не содержат никаких чувствительных к гидролизу групп или гидроксильных групп, а они блокированы на концах, например, триметилсилильными группами.

Используемые в рамках предлагаемого в изобретении способа алкилводородполисилоксаны обладают вязкостью 20-230 сП при 20°C, особенно предпочтительные метилводородполисилоксаны имеют вязкость 20-350 сП при 20°C.

Соотношение используемых для взаимодействия полимеризующихся соединений (сумма компонентов 1а, 1б и 1в) к алкилводородполисилоксанам (компо-

нента II) составляет 100 вес.ч. на 5-40 вес.ч. Более высокие доли алкилводородполисилоксанов не приводят ни к каким дополнительным преимуществам. Так как при соотношении 1 к II при полимеризации от 100 к 5-20 вес.ч. получают очень хорошо пригодные продукты, это соотношение прежде всего предпочтительно по экономическим причинам.

Полимеризация осуществляется благодаря обычным, образующим свободные радикалы инициаторам. В качестве таковых принимают во внимание прежде всего органические перекиси. В качестве примеров следует указать: диалкилперекиси, как перекись диэтила, перекись диизопропила, перекись трет-бутила; перекись дилаурилола; алкилгидроперекиси, как гидроперекись трет-бутила; диацилперекиси, как перекись диацетила, перекись дилауроила, перекись дибензоила, перекись бис-2,4-дихлорбензоила; перекиси кетонов, как перекись метилэтилкетона и перекись циклогексанона. Также пригодны азосоединения, как, например, азодиизобутиронитрил.

В качестве инициаторов особенно предпочтительно применяются такие, которые в первую очередь в температурном интервале примерно от 50 до примерно 120°C в известных случаях в присутствии пригодного растворителя, могут образовывать достаточно радикалов, чтобы иницировать (возбуждать) полимеризацию. Из этих соединений можно назвать перекись бис-(2,4-дихлорбензоила), перекись дибензоила, трет-бутилпероктоат и перекись дилауроила. Таким же образом также пригоден для способа изобретения азодиизобутиронитрил.

Как уже известно предлагаемый способ получения модифицированных полимеризатов предпочтительно осуществляется в органическом растворителе. Растворитель выполняет три задачи: во-первых, он способствует тому, что реакция протекает при контролируемых условиях, т.е. при избежании перегрева при проведении экзотермической полимеризации; во-вторых, он влияет на разложение инициатора на радикалы; в-третьих благодаря органическому растворителю заботятся о том, чтобы реакционная смесь оставалась хорошо перемешиваемой, так как во время реакции повышается вязкость реакционной смеси.

В качестве органических растворителей по предлагаемому способу наряду с водорастворимыми или ограниченно водорастворимыми растворителями, как диоксан, этилацетат и метилэтилкетон, принимают во внимание прежде всего водонерастворимые, при известных условиях замещенные углеводоро-

ды, как бензин, октан, циклогексан, бензол, толуол, ксилол и хлорбензол. Однако также пригодные сложные эфиры и кетоны, как, например, бутилацетат, метилбутират, метилизобутилкетон и многие другие. В качестве растворителя особенно пригоден толуол. Количество растворителя выбирается таким образом, чтобы концентрация модифицированного полимеризата (твердое вещество) составляла примерно 30-60 вес.%.  
5

Взаимодействие осуществляется таким образом, что в пригодный раствор предварительно вносят часть указанных, способных к полимеризации соединений (компонента 1a) и при известных условиях 1b и 1в, алкилводородполисилоксан (компонента II) и в известных случаях растворитель, добавляют часть инициатора и затем нагревают.  
10  
15

Целесообразно реактор перед добавкой указанных компонентов "промыть" (продувать) азотом. После начала полимеризации, которое узнают по увеличивающейся вязкости и повышению температуры реакционной смеси, медленно можно добавлять остальное количество мономеров и в известных случаях еще растворитель. Наконец, целесообразно еще раз добавить инициатор и оставить реагировать далее при повышенной температуре.  
20  
25  
30  
35

В присутствии растворителя работают как правило таким образом, что реакционная смесь во время реакции и при последующей реакции кипит с обратным холодильником. Вся реакция заканчивается спустя примерно 2-3 ч.

После охлаждения получают вязкие, прозрачные или мутные растворы или стабильные дисперсии, в зависимости от рода и количества примененного растворителя и рода и количества используемых мономеров. Отщепление водорода от алкилводородполисилоксанов во время полимеризации чрезвычайно незначительно. Показано, что в целевом продукте имеется еще примерно 85-95% связанного с кремнием водорода использованного алкилводородполисилоксана.  
40  
45

Количество растворителя выбирается таким образом, чтобы полученные модифицированные полимеризаты имели содержание сухого вещества примерно 30-60 вес.%. Для применения полученных согласно изобретению модифицированных полимеризатов, прежде всего, для покрытия целесообразно направлять полимеризацию так, чтобы после окончания полимеризации в этой области концентраций получалась вязкость 5000-35000 сП при 20°C. Это управление можно осуществлять, например, благодаря тому, что растворитель лишь частично добавляют во время полимеризации. Само собой разумеется, что при этом также играет роль род примененного растворителя и род  
50  
55  
60  
65

и количество примененного инициатора. Далее, естественно, вязкость можно регулировать также по окончании полимеризации за счет частичной отгонки или добавки дальнейшего количества растворителя. Применяются ли алкилполисилоксаны с соотношением алкильный остаток: водород 1:1 или вплоть до 13:1 оказывает только относительно незначительное влияние на вязкость целевых продуктов.

Если желательны, незначительные количества непрореагировавших мономеров и растворитель можно удалять путем перегонки при пониженном давлении. Так как полученные модифицированные полимеризаты применяются в форме растворов в органических растворителях, такого рода обработка как правило не требуется.

Реакционные выходы очень высоки, что, например, следует из того, что в опыте, в котором работают без растворителя, после отгонки летучих составных частей в вакууме получают нелетучий реакционный продукт с выходом 98% от теории.

Как было указано, полученные по предлагаемому способу модифицированные полимеризаты вместе с общеизвестными для отверждения алкилводородполисилоксанов отвердителями пригодны для обработки волокнистого материала, в особенности текстильного материала.

По сравнению с немодифицированными полимеризатами модифицированные полимеризаты обладают улучшенным водоотталкивающим действием. Этот эффект еще увеличивается, если при получении по предлагаемому способу в качестве ненасыщенных сложных эфиров применяются совместно такие, которые содержат свободные гидроксильные группы (компоненты 16<sup>n</sup> и 16<sup>r</sup>). Кроме того, далее сохраняется типичный "силиконовый гриф" обработанных текстильных материалов. По сравнению с алкилводородполисилоксанами полученные модифицированные полимеризаты обладают преимуществом улучшенной водонепроницаемости. Сверх того, обработанным с их помощью волокнистым материалам также придается аппретура с наполняющим действием. Наконец, полученные согласно изобретению модифицированные полимеризаты при их использовании по сравнению со смесями из немодифицированных полимеризатов и алкилводородполисилоксанов, помимо улучшенной стабильности продукта, обладают преимуществом улучшенной водоотталкиваемости и водонепроницаемости и их перманентности.

В общем, имеет значение то, что модифицированные полимеризаты, которые получены при применении сложных эфиров акриловой кислоты (компонента 1a и при известных условиях 16),

предпочтительны при применении из-за их более благоприятных свойств. Так, модифицированные полимеризаты, полученные при использовании сложных эфиров метакриловой кислоты, часто дают на волокнистом материале нежелательный твердый гриф.

Для отверждения модифицированных полимеризатов пригодны, например, следующие отвердители: металлоорганические соединения, как соли алюминия, циркония, титана и цинка с органическими кислотами, алкоголяты алюминия, циркония и титана, органические соединения олова, в особенности диорганоловокарбоксилаты, как диоктилоловооцетат, дибутилоловодилаурат и дибутилоловомалеат. Однако также принимают во внимание амины и аминоспирты. Под аминами нужно понимать прежде всего алкиленполиамины. Целесообразно применять амины в виде их солей с органическими или неорганическими кислотами.

Далее, полученные согласно изобретению модифицированные полимеризаты, поскольку они получают при использовании сложных эфиров, содержащих свободные гидроксильные группы (компонента 16), сшиваются также соединениями, которые содержат по крайней мере две изоцианатные группы.

Для обработки волокнистого материала, в особенности текстильных материалов, модифицированные полимеризаты, при известных условиях разбавленные дальнейшим количеством растворителя, применяются вместе с отвердителями в виде их растворов в органических растворителях. В качестве растворителей для этого принимают во внимание алифатические и ароматические углеводороды, как бензины, толуол, бензол и ксилол, хлорированные алифатические и ароматические углеводороды, как трихлорэтилен и хлорбензол, и сложные эфиры, как бутилацетат. В качестве особенно пригодных отмечается трихлорэтилен. Растворы могут наноситься на волокнистый материал путем окунания и отжимания (плюсования), плюсовки, опрыскивания, в особенности. Однако по обычным методам нанесения. Концентрация модифицированных полимеризатов в растворителях устанавливается соответственно методу нанесения. При способе плюсовки отделочные ванны содержат в общем 1-10 вес. % модифицированного полимеризата, в расчете на твердое вещество. Напротив, при покрытии текстильных материалов модифицированный полимеризат используется в концентрации 15-60 вес. % (твердое вещество). Количество используемого отвердителя составляет 0,5-10 вес. %, предпочтительно 1-5 вес. %, по отношению к модифицированному полимеризату (твердое вещество).

Обрабатывающие ванны могут содержать еще другие обычные для обработки текстиля из органических растворителей вещества, как, например, ап-претирующие средства и т.д.

При нанесении покрытия могут применяться еще белые и/или красящие пигменты, как двуокись титана, баритовый белый, сажа или обычные неорганические или органические пигментные красители или также наполнители, как коллоидальная кремневая кислота, каолин или тальк.

После обработки растворами обрабатывающих веществ, растворитель испаряется при нагревании вплоть до 120°C и затем в известных случаях для отверждения нагревают еще непродолжительное время при 120-190°C.

Полученные согласно изобретению модифицированные полимеризаты служат для обработки волокнистых материалов всех видов, в особенности текстильных материалов всех видов, находятся ли они в форме тканей, трикотажа или прочеса. Они могут быть изготовлены как из природных волокон, как целлюлозные волокна или кератиновые волокна, а также из синтетических волокон, как полиакрилонитрил, полиамид, поливиниловый спирт или сложный полиэфир. Само собой разумеется, принимают во внимание также текстильные материалы, которые состоят из смесей природных и синтетических волокон. Особенно нужно подчеркнуть, что также легко (*eingestellte*) регулируемые ткани, как тафта, или легко регулируемые поплиновые материалы могут отделяться или покрываться водонепроницаемым покрытием по этому способу. Это имеет значение, например, для защитной одежды, как *Anoraks* и т.д.

Примеры получения.

**Пример 1.** В четырехгорлую колбу емкостью 2 л, снабженную сильной анкерной мешалкой, обратным холодильником, термометром и двумя капельными воронками (сосудами для приливания), после сильного предварительного промывания азотом предварительно помещают 100 мл смеси из 218,3 г метилакрилата, 109,1 г этилакрилата, 29,1 г 2-этилгексилакрилата, 7,3 г 2-оксиэтилакрилата, 36,4 г блокированного на концах триметилсилильными группами метилводородполисилоксана (соотношение метильных групп и отщепляемого водорода 1:1, вязкость при 20°C 30 сП) и 45 мл толуола, в котором растворено 0,19 г перекиси бензоила, и нагревают до 80-82°C. Остальные мономеры помещаются в капельную воронку I. В капельную воронку II помещают 455 г толуола.

После начала полимеризации, о чем узнают по начинающейся флегме и уве-

личивающейся вязкости содержимого колбы, температура повышается до 90-92°C. При этой температуре и постоянном скапывании флегмы в течение 20-30 мин добавляют остальное количество мономерной смеси. Путем добавки толуола препятствуют тому, чтобы вязкость повышалась выше области, где возможно перемешивание. По окончании приливания мономеров медленно прикапывают 0,56 г перекиси бензоила, растворенные в 100 г толуола, и при температуре кипения с обратным холодильником остальное количество толуола. Смесь продолжают перемешивать далее примерно 1-1,5 ч при слабой флегме до тех пор, пока температура не достигнет примерно 108°C.

После охлаждения получают примерно 1 кг мутного раствора примерно с 40%-ным содержанием твердого вещества, вязкостью 25000 сП (измерена с помощью вискозиметра Брукфильда, тип шпиндель (винт)°С, 10 об/мин). Способность к шивке полученного модифицированного полимеризата примерно полностью сохраняется, так как полученный продукт содержит еще примерно 90% отщепляемого, связанного с кремнием водорода использованного метилводородполисилоксана.

**Пример 2.** По примеру 1 вводят во взаимодействие 36,4 г метилводородполисилоксана (см. пример 1), 72,8 г метилакрилата, 218,3 г бутилакрилата, 67,3 г 2-этилгексилакрилата и 7,3 г 2-оксиэтилакрилата при применении в общем 600 г толуола. В качестве инициатора служит 1,0 г перекиси бис-(2,4-дихлорбензоила), из которого сначала вводится 0,25 г и для последующей реакции 0,75 г.

После охлаждения получают примерно 1 кг мутного раствора с содержанием примерно 40 вес.% твердого вещества, вязкостью примерно 14800 сП (измерена, как в примере 1). Полученный продукт содержит примерно 91% отщепляемого, связанного с кремнием водорода, использованного метилводородполисилоксана.

**Пример 3.** Повторяют пример 1, причем в качестве метилводородполисилоксана используются 36,4 г метилводородполисилоксана, в котором соотношение метильных групп и связанных с кремнием атомов водорода составляет 5:1 (вязкость 200 сП при 20°C). В качестве инициатора используют 0,8 г азодизобутиронитрила.

Получают примерно 1 кг мутного раствора (содержание твердого вещества примерно 40 вес.%) с вязкостью 19600 сП.

**Пример 4.** Повторяют пример 3, причем вместо использованного там метилводородполисилоксана применяют такой, в котором соотношение метильных остатков к отщепляемому водороду

составляет примерно 13:1 (вязкость 230 сП при 20°C). Этого силиксана также используют 36,4 г. Полученный продукт (содержание твердого вещества 40 вес.%) имеет вязкость 18300 сП

**Пример 5.** В трехгорлой колбе емкостью 1 л с мешалкой, обратным холодильником и термометром 48 г метилводородполисилоксана (как в примере 1) вместе с 72 г метилакрилата, 36 г этилакрилата, 9,6 г 2-этилгексилакрилата и 2,4 г 2-оксиэтилакрилата после добавки 2 г перекиси бензоила осторожно подогревают 90-100°C. После начала реакции температура быстро повышается примерно до 180-200°C, причем образуется мутно-белый вязкий продукт. После перемешивания в течение 2 ч при 160°C удаляют при пониженном давлении остаточные мономеры.

После охлаждения получают 165 г мутно-белого продукта с вязкостью примерно 18000 сП. Вязкость растворенного в толуоле продукта (содержание твердого вещества 40 вес.%) составляет 8500 сП.

Отщепляемый водород в целевом продукте составляет примерно 95% использованного метилводородполисилоксана.

**Пример 6.** В четырехгорлую колбу емкостью 2 л, снабженную, как в примере 1, после предварительной промывки азотом помещают примерно 100 г смеси из 123,5 г метилакрилата, 33,3 г этилметакрилата, 136,3 г 2-этилгексилакрилата и 26,9 г 3-оксипропилакрилата. После добавки 77,4 г метилводородполисилоксана (как в примере 1) и 0,22 г перекиси бензоила, растворенные в 60 мл н-бутилацетата при перемешивании нагревают примерно до 75-80°C. После начала реакции поступают далее соответственно примеру 1, причем для последующей реакции добавляют 0,64 г перекиси бензоила. В целом, применяется 600 г н-бутилацетата; в результате получают примерно 40%-ный раствор.

Мутный продукт также не выделяется после более длительного стояния.

**Пример 7.** Описанным в примере 6 образом в полимеризацию вводят следующие компоненты: 112,0 г метилакрилата, 78,7 г этилакрилата, 110,4 г 2-этилгексилакрилата, 9,0 г стирола и 10,2 г стеарилметакрилата. Полимеризация проводится в присутствии 80,0 г метилводородполисилоксана (как в примере 1). В качестве растворителя служат в особенности 600 г толуола. В качестве катализатора в целом 1,2 г трет-бутилпероктоата, из которого сначала добавляют 0,3 г, остальное добавляют для последующей реакции, смотря по обстоятельствам, растворенные в толуоле.

**Пример 8.** В четырехгорлую колбу емкостью 2 л (как в примере 1) предварительно помещают 80,0 г метилводородполисилоксана (см. пример 1), 100 мл мономерной смеси из 112,0 г метилакрилата, 78,4 г этилакрилата, 110,4 г 2-этилгексилакрилата, 10,2 г лауриллакрилата и 9,0 г бутилоксиэтилового эфира малеиновой кислоты вместе с 50 г триметилбензола. После добавки 0,8 г перекиси бензоила осторожно нагревают до 90-100°C. После начала реакции температура повышается до 140-150°C. В течение примерно 30 мин приливают остальную мономерную смесь вместе с 420 г триметилбензола. Для последующей реакции еще раз добавляют 1,2 г перекиси бензоила, растворенные в 30 г триметилбензола, и выдерживают реакционную смесь еще примерно 2 ч при легком кипении с обратным холодильником. После охлаждения получают примерно 800 г мутного раствора, в котором также спустя 3 месяца стояния ничего не высаждается.

**Пример 9.** Аналогично примеру 1, вводят во взаимодействие 72,0 г метилакрилата, 36,0 г этилакрилата, 9,6 г 2-этилгексилакрилата, 1,0 г монооксиэтилового эфира малеиновой кислоты и 2,4 г 2-оксиэтилакрилата в присутствии 48,0 г метилводородполисилоксана (см. пример 1) при применении в целом 0,3 г перекиси бензоила. В качестве растворителя служат в целом 120 г толуола. После охлаждения получают вязкий, слегка мутный раствор с содержанием твердого вещества 58,5 вес.%.  
Примеры применения.

**A)** Для покрытия полиамидной тафты (примерно 70 г/м<sup>2</sup>) и полиэфирной тафты (примерно 80 г/м<sup>2</sup>) применяют следующие покровные массы:

1. 1000 г модифицированного полимеризата (40 вес.% твердого вещества), согласно примеру получения 1, 20 г дибутилловодилаурата.

II. 1000 г сополимеризата согласно примеру получения 1, однако, без алкилводородполисилоксана, в котором установлено содержание твердого вещества 40 вес.% (вязкость примерно 25000 сП).

III. 963,6 г сополимеризата, как в п. II.

36,4 г метилводородполисилоксана (данные см. пример получения 1).  
20 г дибутилловодилаурата.

Нанесение покрытия осуществляется с помощью воздушного ракеля со скоростью 10 м/мин и покрываемая ткань затем непрерывно пропускается в нагреваемый канал (время пребывания 2 мин), высушивается при 145°C и конденсируется. В случае полиамидной тафты основа составляет примерно 22 г/м<sup>2</sup> и в

случае полиэфирной тафты - примерно 24 г/м<sup>2</sup>. Часть отделанных текстильных тканей обычным образом стирается 5х40°С в машине, другая часть - 3 раза химически очищенная (ХЧ) в при-

сутствии 2 г/л обычного усилителя и 2 г/л воды.

Результаты после кондиционирования в стандартных климатических условиях представлены в таблице.

Тафта	Покрывная масса	Тест разбрызгивания по ААТСС 22-1967 (Spraytest)			Водонепроницаемость по ДИН 53886		
		Оригин.	5х40°С стирка	3-ХЧ	Оригин.	5х40°С стирка	3-ХЧ
Полиамидная	I	100	90	80	820	150	150
	II	80	70	0	390	120	0
	III	100	70	50	500	120	30
	Не обработано	0	-	-	0	-	-
Полиэфирная	I	100	90	90	Свыше 1000	150	200
	II	90	70	0	420	170	0
	III	100	70	50	520	190	30
	Не обработано	0	-	-	0	-	-

Покровная масса III показывает относительно короткую продолжительность употребления, которой, как правило, недостаточно для практических требований.

Б) Пример применения А повторяется при использовании следующей покровной массы:

1000 г сополимеризата, согласно примеру получения 3,

20 г 20%-ного раствора диэтилентриамин в пропанол,

5 г ледяной уксусной кислоты.

Результаты соответствуют далее таковым примера А) 1.

В). Смешанная ткань из полиакрилонитрила с хлопком 60/40 (280 г/м<sup>2</sup>, предварительно очищенная в трихлорэтилене для удаления замасливания) плюсуется с помощью следующей отделочной ванны:

30 г сополимеризата согласно примеру получения 7,

0,8 г октоата цинка,

969 г трихлорэтилена.

Поглощение ванны составляет примерно 170%. Ткань высушивается при 120°С вплоть до испарения без остатка растворителя и затем эгализируется (выравнивается) при незначительном пропаривании (Dämpfen). Получают таким образом ткань с гидрофобными свойствами и с подобным шерсти мягким грифом, улучшенной устойчивостью формы и хорошими свойствами относительно удлинения. Также устой-

чивость к смятию улучшена по сравнению с необработанной тканью.

Г) Повторяют пример В с помощью следующей отделочной ванны:

30 г сополимеризата согласно примеру получения 6,

0,8 г октоата цинка,

969 г трихлорэтилена.

Результаты соответствуют таковым примера В. Однако гидрофобные свойства выражены сильнее.

Таким образом, изобретение позволяет получать сополимеры, пригодные для обработки текстильных изделий.

45

Формула изобретения

1. Способ получения привитых сополимеров путем радикальной полимеризации 100 вес.ч. смеси эфиров (мет)акриловых кислот с ненасыщенными соединениями в присутствии 5-40 вес.ч. полиорганосилоксанов в среде органического растворителя, о т л и ч а ю -

щ и й с я тем, что, с целью получения сополимеров, пригодных для обработки текстильных изделий, в качестве ненасыщенных соединений используют 0,1-20 вес.ч. сложных эфиров (мет)акриловых кислот и/или моно- и диэфиров фумаровой и малеиновой кислот, содержащих свободные гидроксильные группы, а в качестве полиорганосилоксанов - метилводородполи-

силосан, в которых соотношение свя-

65

занных с кремнием алкильных остатков к связанным с кремнием атомам водорода составляет от 13:1 до 1:1 с вязкостью 30-230 сП при 20°C.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что полимеризация про-

водится в не смешивающемся с водой растворителе.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе  
1. Заявка Франции № 2260591, кл. С 08 F 283/12, опублик. 1975 (прототип).

5

Редактор Т. Никольская      Составитель В. Полякова  
Заказ 9637/69      Техред М. Голинка      Корректор В. Бутяга  
Тираж 549      Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5  
Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4