

Opublikowano dnia 2 lipca 1957 r.



608 g 9/34

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 38507

Kl. 39

65,9/34

Krakowskie Zakłady Wytwórcze Materiałów Elektrotechnicznych
Przedsiębiorstwo Państwowe Wyodrębnione*)

Kraków, Polska

Sposób otrzymywania żywicy mocznikowo-formaldehadowej modyfikowanej butanolem

Patent trwa od dnia 13 października 1954 r.

Dotychczas znane żywice mocznikowo-formaldehadowe modyfikowane alkoholami otrzymuje się dwoma zasadniczymi metodami.

Pierwsza metoda polega na otrzymywaniu metylomocznika przez działaniem odpowiednich warunkach na mocznik formaliną i wydzieleniu go w postaci krystalicznej. W następnym etapie metylomocznik eteryfikuje się alkoholem, przy czym zachodzi równocześnie reakcja polikondensacji. Wadą tej metody jest trudność otrzymania krystalicznego metylomocznika, gdyż otrzymuje się go zawsze w mieszaninie z produktami wyżej skondensowanymi, co powoduje, że otrzymana z niego żywica jest mało elastyczna, słabo się utwardza w niższych temperaturach i jest mało czuła na działanie kwaśnych katalizatorów.

W drugiej metodzie do reaktora wprowadza się jednocześnie wszystkie składniki: mocznik, formalinę i alkohol butylowy, mieszaninę reakcyjną alkalinizuje się i ogrzewa.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Józef Smoczyński.

W metodzie tej jednocześnie zachodzi reakcja tworzenia się metylomocznika jego eteryfikacja i polikondensacja. Otrzymywana tą metodą żywica jest mało przezroczysta, posiada słabą przyczepność do podłoża, a przede wszystkim posiada słabą rozpuszczalność w organicznych rozpuszczalnikach.

Dotychczasowe próby otrzymywania modyfikowanej żywicy mocznikowej o właściwościach użytkowych drogą kondensacji w pierwszym etapie mocznika z formaliną w celu otrzymania żywicy mocznikowej, a w następnym etapie eteryfikacji tej żywicy alkoholem — dawały wyniki niepomyślne, gdyż otrzymywana żywica mocznikowa trudno się eteryfikowała, w rezultacie otrzymywało się produkt o słabej rozpuszczalności w organicznych rozpuszczalnikach, wskutek czego żywice takie nie mogły mieć zastosowania w przemyśle lakierniczym.

Stwierdzono jednak w sposób nieoczekiwany, że jeśli reakcję pomiędzy mocznikiem a formaliną prowadzić w temperaturze około

70°C przy stosunku wagowym mocznika do formaliny 1:3 przy pH=8, 5-8,8 z tym, że alkalizuje się mieszaninę stopniowo dodając roztwór NaOH porcjami w miarę posuwania się reakcji w ciągu 5-ciu godzin — to otrzymuje się żywicę mocznikową wyjątkowo łatwą podatną do reakcji eteryfikacji alkoholem butylowym w obecności katalizująco działającego bezwodnika kwasu ftalowego.

Żywica mocznikowo-formaldehadowa otrzymywana sposobem według wynalazku posiada szereg cennych właściwości, nieosiągalnych przez modyfikowane żywice mocznikowe otrzymywane dotychczas znanymi metodami. Jest ona bardzo elastyczna, dobrze rozpuszczalna w organicznych rozpuszczalnikach i bardzo czuła na działanie kwaśnych katalizatorów.

Otrzymywanie żywicy o tak cennych właściwościach, niespotykanych w żywicach tego typu, tłumaczy się tym, że w znanych metodach obojętnie czy wychodziło się z krystalicznego metylołomocznika, czy też reakcja była prowadzona w obecności wszystkich reagentów, to jest mocznika formaliny i alkoholu butylowego, proces tworzenia polikondensatu i reakcja eteryfikacji grup metylołowych biegły jednocześnie. W warunkach niezbędnych dla reakcji eteryfikacji proces polikondensacji odbywał się zbyt gwałtownie i otrzymywało się produkt niejednorodny, co wpływało zdecydowanie ujemnie na końcowe właściwości żywicy.

W sposobie według wynalazku w pierwszym stadium reakcji tworzy się jednolity polikondensat z równomiernie rozłożonymi w nim przestrzennie grupami metylowymi.

W drugim stadium reakcji, reakcja eteryfikacji tego polikondensatu wobec bezwodnika ftalowego przebiega szybko, a dalsza kondensacja żywicy jest nieznaczna, gdyż w pierwszym stadium reakcji jest już utworzony polikondensat o określonej strukturze.

W rezultacie otrzymuje się żywicę mocznikowo-formaldehadową modyfikowaną butano-

lem z dużą zawartością grup eterowych, dzięki czemu jest tak ona dobrze rozpuszczalna w organicznych rozpuszczalnikach. Jest ona nisko skondensowana, posiada strukturę jednorodną i dużo wolnych jeszcze grup metylołowych, wskutek czego jest tak czuła na działanie kwaśnych katalizatorów. W obecności tych katalizatorów bardzo łatwo dalej kondensuje się, utwardzając się w ciągu kilkudziesięciu minut w temperaturze pokojowej. Otrzymywana żywica posiada szerokie zastosowanie do celów przemysłowych, np. może być użyta jako dodatek do wielu lakierów typu alkydali i plastopali, nadając im lepszą przyczepność do podłoża i twardość.

Przykład. 100 części zubożonej formaliny alkalizuje się przez dodanie 0,4 części NaOH, a następnie dodaje się porcjami 20 części mocznika i ogrzewa mieszaninę w temperaturze 70°C w ciągu 5-ciu godzin, utrzymując stale pH=8,5. Następnie dodaje się 0,5 części bezwodnika ftalowego i 175 części alkoholu butylowego. Mieszaninę ogrzewa się w ciągu jednej godziny w temperaturze wrzenia a następnie destyluje się pod próżnią do otrzymania klarownego gęstego syropu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania żywicy mocznikowo-formaldehadowej modyfikowanej alkoholem butylowym, znamienny tym, że kondensuje się mocznik z formaldehydem w stosunku molarowym 1:3 w temperaturze około 70°C przy pH=8,5 — 8,8, w ciągu około 5-ciu godzin, a następnie tak otrzymaną żywicę eteryfikuje się alkoholem butylowym w obecności bezwodnika kwasu ftalowego w temperaturze wrzenia w ciągu około godziny i poddaje następnie destylacji próżniowej.

Krakowskie Zakłady Wytwórcze
Materiałów Elektrotechnicznych
Przedsiębiorstwo Państwowe Wy-
odrębnione.