



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

215 986

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 26 10 78
(21) (PV 6981-78)
(89) 145467, DD
(32)(31)(33) Právo přednosti od 21 11 77
(WP C 08 G/202 160) (DD)

(51) Int. Cl.³ C 08 G 12/12

(40) Zveřejněno 31 12 81
(45) Vydáno 01 05 84

(75)
Autor vynálezu

KUNATH GERHARD,
MITTAG LISA dr.,
OEHLER KURT dr.,
SCHILLE WOLFRUN,

LEUNA,
LIPSKO,
HALLE-NEUSTADT (DD)

(54)

Způsob výroby močovinoformaldehydové pryskyřice

Způsob výroby neomezeně rozpustných močovinoformaldehydových pryskyřic bez použití modifikačních prostředků. Výrobky mají být příznivé pro okolí, tj. musí obsahovat jen nepatrný podíl volného formaldehydu.

Úkol je řešen tak, že močovinu a formaldehyd v molárním poměru 1:2,0 do 3,0 kondenzují při výchozích hodnotách pH od 6,0 do 9,0 při teplotě nad 110 °C a zvýšeném tlaku. Po dosažení viskozity minimálně 15 mPa^s po přidání močoviny do molárního poměru 1:1,5 do 2,0 v alkalickém prostředí, kondenzují dále při teplotách pod 80 °C.

Získané výrobky se zvláště hodí pro napouštění pórovitých materiálů jako je papír, dřevo, textilní výrobky atd., ale rovněž pro lepení dřeva, na výrobu skelně-vláknitých vatovaných tkanin a na zpevnění minerálního a skleněného rouna.

НАЗВАНИЕ ИЗОВРЕТЕНИЯ

Способ изготовления беспрельдно водорастворимых мочевино-формальдегидных смол.

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ ИЗОВРЕТЕНИЯ

Изобретение относится к способу изготовления мочевино-формальдегидной смолы, являющейся природной, в особенности, для пропитки пористого материала, как бумаги, дерева, текстильных изделий и т.д., а также для склеивания древесины, для изготовления стекловолоконного ваточного холста и для упрочнения минерального и стеклянного войлока.

ХАРАКТЕРИСТИКА ИЗВЕСТНЫХ ТЕХНИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ

Изготовление беспрельдно водорастворимых смол уже известно. Однако, при этом речь идет не о чистых мочевино-формальдегидных смолах, а о мочевино-формальдегидных смолах, изготовленных с применением гидрофильных средств модифицирования, как спирты, амины, сульфокислоты и др.

Добавки способствуют удорожанию недорогих мочевино-формальдегидных смол и часто требуют трудоемкого способа изготовления.

По этой причине уже исследовали возможность избегать в значительной степени применения средств модифицирования такого рода. Так в выкладном описании изобретения к неакцептованной заявке ФРГ 2121 355 описывается способ изготовления чистой беспрельдно водорастворимой мочевино-формальдегидной амолы путем конденсации мочевины и формальдегида при температурах от 60 до 102°C в несколько стадий.

Согласно этому способу сначала конденсируют мочевины и формальдегид в щелочной среде при значениях pH от 7,2 до 8,0 и затем при добавке ароматических или алифатических сульфокислот в кислой среде при значении pH от 5,0 до 5,5.

После добавки раствора едкого натра до значений pH от 7,2 до 7,5 и повышения концентрации смоляного раствора следует конденсация в нейтральной среде в присутствии дополнительного количества формальдегида. После стабилизации смоляного раствора аммиачной водой для достижения значения pH от 7,5 до 9,0 получают беспрельдно водорастворимый стабильный при хранении готовый продукт, содержание формальдегида которого составляет от 4,0 до 5,5%.

В вышеназванном патентном описании цитируется, что более низкое содержание формальдегида способствует снижению растворимости и стабильности при хранении смолы.

Недостатком этого способа является большее содержание формальдегида в готовом продукте, которое ведет к загазованности при обработке и в неудовлетворительной мере соответствует современным требованиям по улучшению охраны природы. Сверх того необходимо применение ароматических или алифатических сульфокислот, чтобы получить стабильные, беспрельдно водорастворимые смолы. Минеральные или органические кислоты, содержащие карбоксильную группу, не пригодны.

ЦЕЛЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Целью изобретения является изготовление более дешевой и благоприятной для окружающей среды смолы для пропитки.

ИЗЛОЖЕНИЕ СУЩНОСТИ ИЗОБРЕТЕНИЯ

В основу изобретения положена задача разработать способ изготовления немодифицированной беспрельдно водорастворимой, бедной формальдегидом мочевино-формальдегидной смолы. Это задание решается способом для изготовления смолы для пропитки, которая беспрельдно водорастворима и получается путем конденсации мочевины с формальдегидом выше 110°C, дальнейшей конденсации продукта после повторной добавки мочевины при температурах ниже 90°C и повышения концентрации раствора реакции под пониженным давлением и при температурах

30 до 90°C, причем согласно изобретению мочевины и формальдегид конденсируют в молярном соотношении 1:2,0 до 1:3,0 при значениях pH от 6 до 9, давлениях до 10 атм и температурах выше 110°C так долго, пока не достигнуты вязкости не менее 15 сР, а после добавки мочевины дальше конденсируют в щелочной среде до молярного соотношения 1:1,5 до 2,0 при температурах ниже 80°C и в случае надобности повышают концентрацию известным образом при давлениях 40 до 760 торр и температурах 40 до 80°C.

Полученные смоляные растворы являются беспрельдно водорастворимыми, стабильными при хранении и показывают содержание формальдегида ниже 1,5%.

Формальдегид применяют в стандартных 30-45%-ных растворах. Однако, также возможно исходить из водных растворов предварительного конденсата из формальдегида и мочевины, в котором формальдегид содержится в избытке. Такие растворы можно изготовлять, например, путем абсорбции формальдегидного газа в водном растворе мочевины или путем растворения мочевины в высококонцентрированных водных растворах формальдегида.

Согласно предложенному способу, можно изготовлять без применения гидрофильных средств модифицирования, как сульфокислота, и без последующей обработки формальдегидом беспрельдно водорастворимые, стабильные при хранении мочевино-формальдегидные смолы.

ПРИМЕРЫ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ИЗОВРЕТЕНИЯ

Пример 1

215 986

В 1 750 вес.ч. 30%-ного формалина с содержанием метанола 3,1% в автоклаве с мешалкой растворяют 524 вес.ч. мочевины, причем устанавливается значение pH 7,2. После закрытия автоклава содержимое нагревают до 133°C и при давлении 4,8 ати конденсуют до тех пор, пока будет достигнута вязкость 31 сП. Во время конденсации значение pH снижается до 5,9. Вследствие добавки 11 вес. ч. натрового щелоха реакцию прекращают и содержимое охлаждают до 80°C. Затем добавляют 93 вес. ч. мочевины, перемешивают 30 минут при 80°C и охлаждают затем до 30°C. Получаемый прозрачный смоляной раствор с содержанием твердой смолы в 38% является беспрельельно водорастворимым, стабильным при хранении и имеет содержание формальдегида 0,4%.

Пример 2

З 500 вес.ч. 37%-ного формалина с содержанием метанола 3,9% в автоклаве смешалкой при помощи 10%-ного раствора едкого натра устанавливают pH на 8,7 растворяют в нем 1 055 вес.ч. мочевины.

После закрытия автоклава содержимое нагревают до 130°C и при давлении 52 ати конденсируют до тех пор, пока будет достигнута вязкость 18 сП, измеренная при 20°C. Во время конденсации значение pH снижается до 6,9. Вследствие добавки 15 вес. ч. 10%-ного раствора едкого натра реакция прекращается и содержимое охлаждается. При достижении температуры 70°C растворяют 380 вес.ч. мочевины, перемешивают в течении 45 минут при этой температуре и затем охлаждают до комнатной температуры. Полученный прозрачный раствор мочевино-формальдегидной смолы имеет содержание твердого вещества 45%, является беспрельельно водорастворимым и обладает хорошей стабильностью хранения. Свободное содержание формальдегида составляет 0,7%.

Пример 3

В 1 700 вес.ч. 44%-ного формалина в автоклаве с мешалкой растворяют 517 вес.ч. мочевины и после закрытия нагревают до 126°C . Установленное сначала значение pH 8,3 во время реакции перемещается до 5,6. После того, когда была достигнута при температуре 126°C и давлении 6,1 ати вязкость 21 сП, конденсацию прекращают путем добавки 13 вес.ч. 10%-ного раствора едкого натра и охлаждают. При 70°C добавляют 315 вес. ч. мочевины.

После перемешивания в течении 60 минут и охлаждения до комнатной температуры получается прозрачная мочевино-формальдегидная смола с содержанием твердого вещества 52%, являющаяся беспрельельно водорастворимой, Содержание свободного формальдегида в стабильной при хранении смоле составляет 0,8%.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

215 986

Способ изготовления смолы для пропитки, которая беспрельно водорастворимая и получается путем конденсации мочевины с формальдегидом выше 110°C , дальнейшей конденсации продукта после повторной добавки мочевины при температурах ниже 90°C и повышения концентрации раствора реакции под пониженным давлением и при температурах 30 до 90°C , отличающихся тем, что мочевины и формальдегид в молярном соотношении 1:2,0 до 1:3,0 при значениях pH от 6 до 8, давлением до 10 ат и температурах выше 110°C конденсируют до тех пор, пока будет достигнута вязкость не менее 15 сП и что после добавки мочевины до молярного соотношения 1:1,5 до 2,0 при температуре ниже 80°C в щелочной среде конденсируют дальше и, в случае надобности, повышают концентрацию при давлении от 40 до 760 торр и температурах от 40 до 80°C .

215 986

АННОТАЦИЯ

Способ изготовления беспрельдно водорастворимых мочевино-формальдегидных смол без применения средств модифицирования. Продукты должны быть благоприятными для окружающей среды, т.е. они должны обладать только незначительной частью свободного формальдегида.

Задача решается таким образом, что мочевины и формальдегид в молярном соотношении 1:2,0 до 3,0 конденсируют при исходных значениях pH от 6,0 до 9,0 при температуре выше 110°C и повышенном давлении. После достижения вязкости не менее 15 сП, после добавки мочевины до молярного соотношения 1:1,5 до 2,0 в щелочной среде конденсируют дальше при температурах ниже 80°C.

Полученные продукты особенно пригодны для пропитки пористого материала, как бумаги, дерева, текстильных изделий и т.п., а также для склеивания древесины, для изготовления стекловолокнистого ваточного холста и для упрочнения минерального стеклянного войлока.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

215 986

Způsob výroby napouštěcí pryskyřice, která je neomezeně vodorozpustná a získává se kondenzací močoviny s formaldehydem při teplotách nad 110°C , další kondenzací produktu po opakovaném přidání močoviny při teplotách pod 90°C a zvýšením koncentrace roztoku reakce pod zmenšeným tlakem a při teplotách 30 do 90°C , vyznačující se tím, že se močovina a formaldehyd v molárním poměru $1:2,0$ do $1:3,0$ při hodnotách pH od 6 do 9 , tlacích do 1 MPa a teplotách nad 110°C kondenzují tak dlouho, dokud viskozita nebude minimálně 15 mPa.s a že se po přidání močoviny do molárního poměru $1:1,5$ do $2,0$ při teplotách pod 80°C v alkalickém prostředí kondenzují dále, a v případě potřeby se zvyšuje koncentrace při tlacích od $5,3$ do 101 kPa a teplotách od 40 do 80°C .

Uznáno vynálezem na základě výsledků expertizy, provedené
Úřadem pro vynálezectví a patentnictví, Berlín, DD