

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

72108

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 39b⁵,9/10

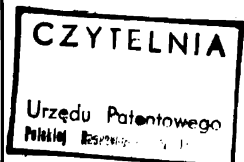
Zgłoszono: 18.03.1971 (P.146978)

Pierwszeństwo: _____

MKP C08g 9/10

Zgłoszenie ogłoszono: 15.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1974



Twórca wynalazku: Krystyna Starzyńska

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Przemysłowej,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania żywic mocznikowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żywic mocznikowo-formaldehydowych o wysokim stopniu skondensowania otrzymywanych w trójetapowej kondensacji i zagęszczanych pod próżnią w środowisku alkalicznym do lepkości poniżej 1000 cP, w czasie ich utwardzania i użytkowania.

Znany jest sposób otrzymywania wysokoskondensowanych, o małej zawartości wolnego formaldehydu żywic mocznikowo-formaldehydowych na drodze trójetapowej kondensacji tj. alkalicznej, kwaśnej i alkalicznej, zagęszczanych pod próżnią w środowisku alkalicznym do zawartości suchej substancji 70% i lepkości powyżej 2500 cP. Otrzymane znany sposób żywice, posiadają odpowiednią lepkość dla otrzymywania szybkowiążącego kleju do klejenia drewna i tworzyw drzewnych.

W przypadku naniesienia tych żywic na rozwinięte powierzchnie pochodzenia nieorganicznego np. piasek lub organicznego np. wióry drzewne, włókna roślinne i po utwardzeniu ich w podwyższonej temperaturze lub temperaturze otoczenia w obecności znanych katalizatorów zawierających m. in. związki o charakterze kwaśnym lub wydzielające kwasy nie tworzą właściwego filmu, nadającego odpowiednio pożądane własności wytrzymałościowe.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że jeżeli kondensację mocznika z formaldehydem prowadzi się trójetapowo tj. w środowisku alkalicznym przy stosunku molowym mocznika do formaldehydu jak 1:1,9—2,3 następnie w środowisku kwaśnym do uzyskania to-

2

lerancji: żywica: woda jak 1:0,5—5,0 i w trzecim etapie w środowisku alkalicznym przy stosunku molowym mocznika do formaldehydu jak 1:1,2—1,5, a następnie otrzymane żywice zagęszcza się pod próżnią w środowisku alkalicznym do lepkości poniżej 1000 cP, otrzymuje się produkty stabilne w czasie składowania. Tak otrzymane żywice posiadają małą zawartość wolnego formaldehydu, małą ilość, przypadającą średnio na cząsteczkę żywicy grup metylołowych, które to grupy w czasie utwardzania żywicy częściowo odszczepiają się jako wolny formaldehyd. Ponadto otrzymane w/g sposobu żywice mają dużą ilość wolnych grup aminowych, które to grupy w warunkach przetwórstwa żywicy wiążą wolny formaldehyd.

Żywice otrzymane sposobem wg wynalazku dają się łatwo nanosić na rozwinięte powierzchnie organiczne i nieorganiczne tworząc film o wysokich własnościach wytrzymałościowych oraz o obniżonej zawartości wolnego formaldehydu, który mógłby się odszczepiać w warunkach składowania gotowych produktów.

Stwierdzono także, że do kondensacji sposobem według wynalazku można stosować roztwór formaliny stabilizowany mocznikiem. W trzecim etapie kondensacji, celem obniżenia stosunku molowego można stosować również tiomocznik i lub dwucyjano-dwuamid, lub melaminę i lub guanidynę.

Przykład I. 157,5 części wagowych formaliny (40%) alkalizuje się do pH 7,2 dodaje 60 części wa-

gowych mocznika i ogrzewa do wrzenia. Po 20 minutach we wrzeniu roztwór o pH 6,0 zakwasza się 2% kwasem solnym do pH 4,6. Żywicę kondensuje się do uzyskania zmętnienia żywicy przy zmieszaniu 5 ml. wody z 5 ml. żywicy. Następnie żywicę alkalinizuje się do pH 7,8 dodaje 24 części wagowych mocznika i kondensuje jeszcze około 20 minut. Następnie żywicę schładza się i zagęszcza pod próżnią do uzyskania lepkości 750 cP.

Przykład II. 157,5 części wagowych formaliny (40%) alkalinizuje się do pH 7,5 dodaje 60 części wagowych mocznika i ogrzewa do wrzenia. Po 30 minutach we wrzeniu roztwór o pH 6,3 zakwasza się 5% kwasem solnym do pH 5,0. Żywicę kondensuje się do uzyskania zmętnienia żywicy przy zmieszaniu 15 ml wody z 5 ml żywicy. Następnie żywicę alkalinizuje się do pH 8,0 wprowadza 30 części wagowych mocznika pod postacią 50% roztworu. Żywicę kondensuje się dalej w temp. 80° w ciągu 20 minut, schładza i zagęszcza pod próżnią do uzyskania lepkości 500 cP.

Przykład III. 150 części wagowych formaliny (40%) alkalinizuje się do pH 7,4 dodaje 60 części wagowych mocznika i ogrzewa do wrzenia. Po 15 minutach we wrzeniu roztwór o pH 5,8 zakwasza się 2% kwasem solnym do pH 4,8. Żywicę kondensuje się do uzyskania zmętnienia żywicy przy zmieszaniu 2,5 ml wody z 5 ml żywicy. Następnie żywicę alkalinizuje się do pH 8,2 dodaje 26 części wagowych mocznika, ogrzewa 10 minut we wrzeniu. Otrzymaną żywicę schładza się do 50°C i do uzyskania lepkości 200 cP (zagęszcza pod próżnią).

Przykład IV. 110 części wagowych roztworu formaliny stabilizowanej mocznikiem (o zawartości: formaldehydu 58% wagowo i mocznika 24% wagowo) i 36 części wagowych mocznika miesza się i ogrzewa do wrzenia. Po 20 minutach we wrzeniu roztwór zakwasza się 2% kwasem solnym do pH 4,3. Żywicę kondensuje się do uzyskania tolerancji w mililitrach żywica : woda 5 : 2,5. Następnie żywicę alkalinizuje się do pH 8,0, schładza do 90°C, wprowadza

45 części wagowych mocznika i ogrzewa w ciągu 15 miut. Schłodzoną następnie do 40°C żywicę o pH 7,5 zagęszcza się pod próżnią do lepkości 400 cP.

Przykład V. Otrzymaną według przykładu I żywicę o tolerancji 5 ml wody na 5 ml. żywicy alkalinizuje się do pH 7,5 schładza do 85°C i wprowadza 30 części wagowych tiomocznika i utrzymuje w tej temperaturze w ciągu 10 minut. Następnie żywicę schładza się do 50°C i zagęszcza pod próżnią do lepkości 600 cP.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania wysoko skondensowanych żywic mocznikowo-formaldehydowych na drodze trójetapowej kondensacji alkalicznej, kwaśnej i alkalicznej i zagęszczanych pod próżnią w środowisku alkalicznym, **znamienny tym**, że kondensację prowadzi się trójetapowo tj. w środowisku alkalicznym, kwaśnym i alkalicznym przy ogólnym stosunku molowym mocznika do formaldehydu jak: 1 : 1,2—2,3, przy czym w drugim etapie kondensacji przebiegającym w dwu stadiach tj. środowisku słabo kwaśnym a następnie kwaśnym, żywicę kondensuje się do uzyskania stosunku żywica—woda jak 1 : 0,5—5,0 oraz tak wytworzony kondensat po zalkalizowaniu i obniżeniu stosunku molowego zagęszcza się pod próżnią w środowisku alkalicznym do lepkości poniżej 1000 cP, przy stosunku molowym formaldehydu do mocznika obniżonym w kondensacie jak 1,5—1,2 : 1.

2. Sposób według zastrzeżenia 1, **znamienny tym**, że stosuje się w trzecim etapie kondensacji tiomocznik, i lub dwucjanodwuamid, i lub molaminę, i lub guanidynę, oraz inne związki wiążące formaldehyd i lub reagujące z grupami metylołowymi.

3. Sposób według zastrzeżeń 1,2 **znamienny tym**, że do kondensacji stosuje się roztwór formaliny stabilizowany mocznikiem.