

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 89618

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 20.12.73 (P. 167551)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.07.75

Opis patentowy opublikowano: 30.08.1977

MKP C08g 9/10

Int. Cl.² C08G 12/12

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Stanisław Drygajło, Zbigniew Przybyś, Konstanty Chmielewski,
Józef Jendrzey, Stanisław Kolanek, Jerzy Simonides,
Stefan Wójtowicz

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”,
Kędzierzyn (Polska)

Sposób wytwarzania żywic mocznikowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żywic mocznikowo-formaldehydowych.

Według znanych sposobów żywice mocznikowo-formaldehydowe wytwarza się poddając reakcji w środowisku wodnym mocznik i formaldehyd, przy czym reakcję prowadzi się dwustopniowo: w stopniu pierwszym wykonuje się reakcję przyłączenia formaldehydu do mocznika z utworzeniem metylolomoczników, a następnie uzyskany roztwór zakwasza się silnymi kwasami i przeprowadza reakcję kondensacji. Otrzymany produkt jest rozcieńczonym roztworem wodnym żywicy o małej lepkości, który po neutralizacji poddawany jest zatężeniu w wyparkach dla uzyskania odpowiedniej zawartości suchej masy.

Przeprowadzanie reakcji kondensacji w roztworach rozcieńczonych wymaga dużych pojemności reakcyjnych, a dodawanie silnych kwasów jako katalizatorów powoduje miejscowe przekwaszenia i żelowania żywicy. Natomiast zagęszczenie skondensowanej żywicy w wyparkach jest utrudnione z powodu dużej lepkości.

Celem wynalazku było znalezienie sposobu wytwarzania żywic mocznikowych eliminującego wyżej podane niedogodności i zapewniającego uzyskanie żywicy o lepszych właściwościach użytkowych.

Postawione zadanie rozwiązano poprzez zmianę kolejności operacji technologicznych i zastosowanie odpowiednich katalizatorów kondensacji.

Proces syntezy żywicy sposobem według wynalazku polega na przeprowadzeniu przyłączenia formaldehydu do mocznika znany sposóbem i poddaniu otrzymanego roztworu metylolomoczników zatężeniu pod próżnią w 50–70°C do osiągnięcia wymaganej zawartości suchej masy przeważnie 70–75% wagowych. Do tak zagęszczonego roztworu niskocząsteczkowych produktów reakcji o małej lepkości wprowadza się substancje utleniające formaldehyd do kwasu mrówkowego, co powoduje równomierne zakwaszenie środowiska i rozpoczęcie kondensacji związków metylolowych. Wskutek przebiegu kondensacji wzrasta lepkość roztworu i po uzyskaniu odpowiedniej jej wartości przerywa się dalszy bieg reakcji przez neutralizację mieszaniny reakcyjnej do pH 7–8. Uzyskana żywica zawiera 2–3% niezwiązanego formaldehydu i po ochłodzeniu może być użyta jako klej lub spoiwo utwardzające się na zimno pod wpływem kwasów lub soli amonowych.

Jeśli żąda się uzyskania żywicy o niskiej zawartości wolnego formaldehydu, to należy do uzyskanego

roztworu przed jego ochłodzeniem wprowadzić dodatkową porcję mocznika, który obniży stężenie wolnego formaldehydu poniżej 1%. Końcowy stosunek mocznika do formaldehydu w zależności od przeznaczenia żywicy można uzyskiwać od 1 : 3 do 1 : 1, przy czym korzystnym jest, aby początkowy stosunek wynosił od 1 : 2 do 1 : 3.

Przykład I. Do kolby trój szyjnej o pojemności 1000 cm³ zaopatrzonej w mieszadło, termometr i chłodnicę zwrotną wprowadza się 362 cm³ formaliny zawierającej 35,9% HCHO oraz 138 cm³ roztworu mocznika o stężeniu 76%. Mieszaninę neutralizuje się do pH 7,0 i utrzymuje temperaturę 40–50°C w ciągu 20 minut. Uzyskany roztwór odparowuje się w temperaturze 55–60°C odbierając 210 cm³ destylatu. Pozostały roztwór o zawartości suchej substancji 74% ogrzewa do 85°C i wprowadza do niego 2 cm³ 10% roztworu H₂O₂. Kondensację prowadzi się utrzymując temperaturę 80–85°C w ciągu 15 minut i następnie neutralizuje do pH 7,5. W fazie końcowej do roztworu dodaje 73 cm³ 76% roztworu mocznika i miesza w ciągu 5 minut w temperaturze 80–85°C. Uzyskuje się żywicę zawierającą 72% suchej masy, 0,2% niezwiązanego formaldehydu, o lepkości 350 cP i gęstości 1,308 g/cm³. Spoiny klejowe wykonane na drewnie bukowym z użyciem tej żywicy i 0,5% chlorku amonu posiadają wytrzymałości 120 kG/cm² – 200 kG/cm².

Przykład II. Do kolby trój szyjnej o pojemności 1000 cm³ zaopatrzonej w mieszadło, termometr i chłodnicę zwrotną wprowadza się 366 cm³ formaliny zawierającej 35,4% HCHO oraz 125 g mocznika. Po 10 minutach utrzymywania mieszaniny w temperaturze 50–55°C uzyskuje się roztwór prekondensatu. Otrzymany roztwór odparowuje się w temperaturze 50–65°C do uzyskania stężenia suchej substancji 72–76% następnie ogrzewa do 105°C i wprowadza do niego 0,5 nadtlenu mocznika. Kondensację metylolomoczników przeprowadza się jak w przykładzie I.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania żywic mocznikowych polegający na przyłączeniu formaldehydu do mocznika z utworzeniem metylolomoczników w środowisku zbliżonym do obojętnego, kondensacji w środowisku kwaśnym, neutralizacji i zatężeniu, z n a m i e n n y t y m, że po wykonaniu reakcji przyłączenia formaldehydu do mocznika roztwór poddaje się zatężeniu przez odparowanie części rozpuszczalnika, a następnie wprowadza się substancje utleniające formaldehyd do kwasu mrówkowego, który powoduje zakwaszenie środowiska reakcji i rozpoczęcie kondensacji związków metylolowych w temperaturze od 50°C do 140°C po czym prowadzi się neutralizację roztworu i na końcu wprowadza się mocznik krystaliczny lub roztwór mocznika o stężeniu 30–95% w celu uzyskania końcowego stosunku molowego mocznika do formaldehydu od 1 : 1 do 1 : 3.

2. Sposób, według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że substancją utleniającą jest 30% woda utleniona.

3. Sposób, według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że kondensację prowadzi się w temperaturze od 80° do 85°C w czasie od 3 do 20 minut.

4. Sposób, według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że wprowadza się roztwór mocznika o stężeniu około 80% mocznika.