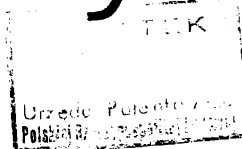


Opublikowano dnia 8 kwietnia 1957 r.



C08g 15/00



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 39760

85 15/00
Kl. 39 ~~19~~

VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania produktów kondensacji podobnych do szelaku

Patent trwa od dnia 3 marca 1955 r.

Wiadomo, że przez alkaliczną kondensację fenolu i jego pochodnych z formaldehydem można wytworzyć utwardzalne żywice, które można dalej kondensować z kwasami karboksylowymi lub estrami kwasów jedno- lub dwukarboksylowych i alkoholi wielowodorotlenowych. Stosowane do tego celu estry muszą posiadać jeszcze wolne grupy karboksylowe albo wodorotlenowe. W ten sposób otrzymuje się plastyfikowane, termoutwardzalne żywice, nadające się do wytwarzania lakierów.

Stwierdzono, że cenne produkty podobne do szelaku nadające się do wszechstronnego zastosowania otrzymuje się, jeżeli kondensować z poliestrem żywicę wytworzoną z ketonów cykloalifatycznych, zwłaszcza cykloheksanonu lub metylcykloheksanonu, przez kondensację w alkalicznym środowisku z więcej niż 1 molem formaldehydu. Poliester otrzymuje się z kwasu dwukarboksylowego, na przykład kwasu adypinowego i polialkoholu, na przykład heksanetriolu, przy czym estryfikację prowadzi się tak, aby w poliestrze pozostały jeszcze wolne grupy karboksylowe i wodorotlenowe.

Kondensację żywicy ketonowej z poliestrem można przeprowadzić przez stapianie mieszaniny składników bez użycia rozpuszczalnika. Stapianie odbywa się w ciągu jednej lub kilku godzin w temperaturze, wystarczającej do podtrzymywania endotermicznej reakcji kondensacji, w której następuje wydzielenie się wody i formaldehydu, przy czym temperatura ta nie może być zbyt wysoka, aby reakcja nie doprowadziła do produktów nierozpuszczalnych i nie topliwych. Stwierdzono, że najodpowiedniejszą jest temperatura powyżej 120°C.

Produkty o podobnych właściwościach można otrzymać prowadząc kondensację w rozpuszczalniku organicznym, wrzącym w temperaturze powyżej 110°C i rozpuszczającym materiał wyjściowy. Jako rozpuszczalnik może być stosowany najkorzystniej butanol, alkohole: butylowy, amylowy i wyższe. Można stosować również mieszaniny różnych organicznych rozpuszczalników, o ile spełniają one wymienione warunki.

Zależnie od stosunku żywicy ketonowej do poliestru, który może zmieniać się w szerokich

granicach, otrzymuje się produkty o różnych właściwościach. Większy udział poliestru podwyższa plastyczność żywicy, podczas gdy większy udział żywicy ketonowej nadaje elastyczność produktowi. Również czas trwania kondensacji wpływa na właściwości produktu końcowego.

Nie było wiadome, że żywice ketono-formaldehadowe, utworzone przez alkaliczną kondensację, reagują z poliestrami. Używane żywice ketono-formaldehadowe są topliwe, ale nie utwardzalne i trzeba było przyjąć, że żywica i poliestr nie będą z sobą reagowały, na co wskazuje także zmętnienie powstające przy ich stapianiu.

Tym większą niespodzianką było powstawanie przy reakcji produktów o bardzo cennych właściwościach. Otrzymane produkty podobne są do szelaku i posiadają bardzo dobre właściwości dielektryczne. Tych ostatnich nie można było przewidzieć, ponieważ ani stosowane żywice ketonowe ani poliestr nie stanowią użytecznego dielektryku. Dzięki właściwościom dielektrycznym produkt jest cennym składnikiem elektrycznych lakierów izolacyjnych.

Dzięki podobieństwu do szelaku produkty kondensacji nadają się wybitnie do wytwarzania klejów i kitów oraz jako składniki bardzo elastycznych, przy naświetlaniu nie żółknących lakierów politurowych.

Przykład I. 53 części wagowe żywicy otrzymanej przez alkaliczną kondensację 1 mola cykloheksanonu z 1,75 mola formaldehydu, stapia się w ciągu 6 godzin w temperaturze 125°C z 47 częściami wagowymi estru o liczbie kwasowej od 100 — 125 mg KOH/1 g estru, otrzymanego z 2 moli heksanotriolu i 3 moli kwasu adypinowego. Przez rozтворzenie stopionej masy w mieszaninie składającej się z 45 części wagowych benzyny (65 — 90°C), 25 części wagowych izobutanolu i 30 części wagowych metanolu, otrzymuje się lakier. Po dwukrotnym zanurzeniu blachy w lakierze otrzymuje się powłokę, którą utwardza się w ciągu 5 godzin

w temperaturze 120°C. Wytrzymałość na przebicie tej powłoki wynosi po dłuższym przebywaniu w miejscu o wilgotności 80% i temperaturze 20°C — 90 k V/mm.

Oporność powłoki wynosi w tych samych warunkach 1,10⁹ oma przy 100 V. Opór elektryczny właściwy wynosi 1,9 · 10¹² om. cm.

Przykład II. 60 części wagowych żywicy, otrzymanej przez alkaliczną kondensację 1 mola metylocykloheksanonu z 2 molami formaldehydu, rozpuszcza się z 60 częściami wagowymi estru o liczbie kwasowej 140 mg KOH/1 g, otrzymanego z 2 moli trójhydroksymetylopropanu i 3 moli kwasu adypinowego, w mieszaninie alkoholu izoamylowego i izohexylowego i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 120° — 125°C w ciągu 6 godzin. Następnie zastępuje się chłodnicę zwrotną chłodnicą destylacyjną i ogrzewa się do czasu osiągnięcia przez pary wylotowe temperatury 150°C. Otrzymany roztwór można stosować albo bezpośrednio jako roztwór szelaku albo z różnymi rodzajami azotanu celulozy do wytwarzania klejów i lakierów.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania produktów kondensacji podobnych do szelaku, znamienny tym, że żywicę otrzymaną przez alkaliczną kondensację cykloalifatycznego ketonu z więcej niż 1 molem formaldehydu ogrzewa się z poliestrem, wytworzonym z kwasu dwukarboksylowego i alkoholu wielowodorotlenowego i zawierającym hadto wolne grupy karboksylowe i wodorotlenowe, w rozpuszczalniku lub bez rozpuszczalnika, w ciągu jednej lub kilku godzin do temperatury wystarczającej do podtrzymywania procesu kondensacji.

VEB Leuna-Werke
„Walter Ulbricht“

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych