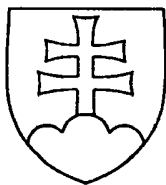


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(21) Číslo dokumentu:

1363-94

(22) Dátum podania: 11.11.94

(31) Číslo prioritnej prihlášky: P 43 38 835.3

(32) Dátum priority: 13.11.93

(33) Krajina priority: DE

(43) Dátum zverejnenia: 07.06.95

(86) Číslo PCT:

(13) Druh dokumentu: A3

(51) Int. Cl.⁶:

C 08 G 8/24,
C 08 G 8/10,
C 08 L 61/12,
C 08 J 9/42,
5/14,
5/04,
B 32 B 27/42,
C 09 D 5/34,
C 09 K 3/10,
3/14

(71) Prihlasovateľ: Hoechst Aktiengesellschaft, Frankfurt am Main, DE;

(72) Pôvodca vynálezu: Hesse Wolfgang, Taunusstein, DE;
Rauhut Klaus, Wiesbaden, DE;

(54) Názov prihlášky vynálezu: Rezoly do tmelov s nízkym obsahom škodlivých látok, spôsob ich výroby a ich použitie

(57) Anotácia:

Sú opísané rezoly do tmelov, laminátov, do impregnácií a brúsnych prostriedkov s nízkym dodatočným znížením a s obsahom voľného fenolu, ktorý je nižší ako 5 % hmotnostných. Rezoly sú vo forme zmesných kondenzátov z orto- a para- nesubstituovaných fenolov a alkylidénpolyfenolov, s molárnym pomerom fenolových hydroxylových skupín k hydroxylovým skupinám v alkylidénpolyfenoloch 9:1 až 3:7, s formaldehydom v molárnom pomere fenolových hydroxylových skupín a formaldehydu 1:1, 2 až 1.2,0. Spôsob výroby sa uskutočňuje v prítomnosti bázičných katalyzátorov pri teplote 20 až 100°C tak, že sa v prvom stupni dávkuje celkové množstvo orto- a para- nesubstituovaných fenolov a formaldehydu, pričom zreaguje 50 až 90 % z použitého množstva formaldehydu, potom zmesná kondenzácia pokračuje ďalej za pridania alkylidénpolyfenolov. Nakoniec sa pridá látka, ktorá viaže formaldehyd a po skončení kondenzácie sa čiastočne alebo úplne neutralizuje katalyzátor.

REZOLY DO TMELOV S NÍZKYM OBSAHOM ŠKODLIVÝCH LÁTKO,
SPÔSOB ICH VÝROBY A ICH POUŽITIE

Oblasť techniky

Vynález sa týka rezolov s nízkym obsahom škodlivých látok, ktoré sú pri dobrej odolnosti voči rozpúšťadlám a nízkom obsahu fenolov použiteľné v tmeloch s nepatrným zmrštením, spôsobu výroby takýchto rezolov, ako i ich použitie pre tmely, lamináty, impregnáciu a tiež brúsne prostriedky.

Doterajší stav techniky

Z EP-A 0 158 871 sú známe rezoly pre tmely s nízkym dodatočným zmrštením. Roztoky tmelov, vyrobených z týchto rezolov majú ale obsah fenolov v rozmedzí 7 až 10 % hmotnostných.

Obsah fenolov v známych rezoly obsahujúcich roztokoch živíc sprostredkováva cenné prevádzkovo - technické vlastnosti. U tmelov ovplyvňuje hlavne ich dodatočné zmrštenie. Na druhej strane podlieha obsah fenolov v prípravkoch zákonným ustanoveniam. Prípravky s obsahom fenolu nad 5 % hmotnostných musia byť označované ako "jedovaté" a obchoduje sa s nimi ako priemyselnými jedmi. Z pracovno - hygienických hľadísk je preto dôležité znížiť maximálny obsah fenolu v týchto prípravkoch na hodnotu pod hranicou jedovatosti, totiž 5 % hmotnostných.

Ako je známe, závisí obsah voľného fenolu v rezole veľmi podstatne na vstupe formaldehydu v pomere k podielu fenolu pri výrobe. Preto je tu možnosť získať rezoly s obsahom fenolu pod 5 % hmotnostných tak, že sa zvýši vstup formaldehydu. Keď sa však syntetizujú rezoly pri rôznom vstupe formaldehydu, a teda s rôznym obsahom voľného fenolu, tak sa ukáže, že z nich vyrobené tmely majú iba vtedy dostatočne nízke dodatočné zmrštenie, keď je obsah fenolu výrazne nad 5 % hmotnostnými (porovnávacie pokusy 2.1 - 2.4).

V US-A 3 979 218 je popísaný spôsob výroby rezolov so zníženým obsahom škodlivých látok na výrobu roztokov tmelov. K tomu sa nechajú reagovať fenoly, alkylované fenoly a formaldehyd a ich fenolické hydroxylové skupiny sa potom parciálne eterifikujú. Z takýchto rezolov vyrobené roztoky tmelov majú nízky obsah fenolov, čiastočne dokonca nižší ako 1 % hmotnostné. Vzhľadom na zabudované alkyléterové skupiny sú produkty vytvrdenia však prirodzene napadnuteľné organickými rozpúšťadlami, ako je toluén a butylacetát a nedosahujú preto odolnosť voči chemikáliám takú, akú majú neeterifikované produkty.

Podstata vynálezu

Úlohou predloženého vynálezu teda je príprava voči rozpúšťadlám odolných rezolov s obsahom voľného fenolu nižším ako 5 % hmotnostných, ktoré by boli vhodné na výrobu tmelov s nízkym dodatočným zmrštením.

Vyššie uvedená úloha bola vyriešená prípravou rezolov, ktoré sa získajú zmesnou kondenzáciou formaldehydu voči formaldehydu trifunkčných fenolov a alkylidénpolyfenolov v molárnom pomere fenolických hydroxylových skupín v trifunkčných fenoloch k takýmto hydroxylovým skupinám v alkylidénfenoloch 9 : 1 až 3 : 7 a molárnom pomere celkovej sumy fenolických hydroxylových skupín k formaldehydu 1 : 1,2 až 1 : 2.

Predmetom predloženého vynálezu teda sú rezoly, ktoré sú vhodné ako spojivá pre tmely, lamináty, impregnácie a brúsne prostriedky s nízkym dodatočným zmrštením, s obsahom voľného fenolu nižším ako 5 % hmotnostných, výhodne nižším ako 4 % hmotnostné, obzvlášť nižším ako 3 % hmotnostné, vo forme zmesných kondenzátov z voči formaldehydu trifunkčných fenolov a alkylidénfenolov v molárnom pomere fenolických hydroxylových skupín v trifunkčných fenoloch k hydroxylovým skupinám v alkylidénfenoloch 9 : 1 až 3 : 7, výhodne 7 : 1 až 3 : 5,

obzvlášť 5 : 1 až 2 : 3, s formaldehydom v molárnom pomere sumy fenolických hydroxylových skupín k formaldehydu 1 : 1,2 až 1 : 2,0, výhodne 1 : 1 až 1 : 1,8.

Pod pojmom voči formaldehydu trifunkčné fenoly sa chápu fenoly, v ktorých sú obidve o-polohy a p-poloha k fenolickej hydroxylovej skupine nesubstituované, a teda reaktívne.

Ako voči formaldehydu trifunkčný fenol je najlepšie vhodný fenol samotný. Je ale tiež možné použiť alkylfenoly, napríklad m-krezol alebo m-etylfenol. Trifunkčné fenoly sa môžu použiť jednotlivo alebo tiež v zmesi.

Prídatne k týmto trifunkčným fenolom je možno spolu použiť nepatrné množstvá, výhodne až 10 % mólových, obzvlášť až 5 % mólových, vzťahujúc na množstvo trifunkčných fenolov, iných substituovaných, voči formaldehydu bifunkčných alebo monofunkčných fenolov, ako je napríklad o-krezol alebo p-krezol.

Alkylidénpolyfenoly sú zlúčeniny, v ktorých sa vyskytujú aspoň dva fenolové zvyšky, spojené alkylidénovým mostíkom. Ako alkylidénpolyfenoly slúžia napríklad novolaky z fenolu a oxozlúčenín. Číselný stred molekulových hmotností týchto novolakov je výhodne v rozmedzí 200 až 1 000, obzvlášť v rozmedzí 400 až 750. Okrem fenolu použitého na výrobu novolaku môžu byť obsiahnuté tiež nepatrné množstvá substituovaných fenolov. Ako vhodné oxozlúčeniny prichádzajú pri výrobe novolakov do úvahy napríklad acetaldehyd, propionaldehyd, butyraldehyd, izobutyraldehyd alebo vyššie aldehydy s až 10 uhlíkovými atómami, výhodne však formaldehyd. Môžu sa tiež použiť zmesi novolakov z rôznych oxozlúčenín.

Ako alkylidénfenoly sú tiež použiteľné bisfenoly, spojené metylénovými, etylidénovými, propylidénovými, izopropylidénovými, butylidénovými alebo izobutylidénovými mostíkmi alebo ich zmesi. Tieto alkylidénbisfenoly môžu tiež niesť alkylové substituenty, výhodne s 1 až 4 uhlíkovými atómami. Obzvlášť výhodné je použitie

izopropylidénovým mostíkom spojeného bisfenol 2,2-difenylopropánu.

Rezoly podľa predloženého vynálezu môžu na viazanie prebytočného formaldehydu obsahovať látky viažuce formaldehyd v množstve až 10 % hmotnostných, výhodne až 5 % hmotnostných. K tomu sú principiálne vhodné všetky látky, ktoré s formaldehydom spontánne reagujú, ako je napríklad dikyándiamid, melamín, močovina, etylénmočovina a iné cyklické močovinovité deriváty, guanidín, benzoguanamíny a iné látky tvoriace aminoplasty.

Predmetom predloženého vynálezu je ďalej spôsob výroby vyššie uvedených rezolov. Výroba týchto rezolov prebieha v homogénnej fáze za podmienok bežných v technológii fenolových živíc, pri teplote v rozmedzí 20 až 100 °C, výhodne 40 až 80 °C.

Výhodne sa do reakčnej zmesi pridávajú bázické katalyzátory, ako sú napríklad amíny, oxidy kovov alkalických zemin, hydroxidy kovov alkalických zemin alebo hydroxidy alkalických kovov, obzvlášť hydroxid sodný. Výhodne sa katalyzátory po skončení vlastnej reakcie neutralizujú prídavkom kyseliny.

Podstatný je pre spôsob podľa predloženého vynálezu okamih prídavku alkyldénfenolu. Predčasný prídavok vedie k živiciam s veľmi vysokým obsahom fenolu (porovnávací príklad 3). Alkyldénfenol sa však nesmie tiež pridať príliš neskoro, lebo potom sa negatívne ovplyvnia viskozita, znášanlivosť s vodou a tiež iné dôležité prevádzkovo - technické vlastnosti.

Z uvedených dôvodov je potrebné presne kontrolovať priebeh reakcie meraním viskozity a obsahu formaldehydu. Optimálne vedenie reakcie spočíva v tom, že sa najprv predložia trifunkčné fenoly a prípadne monofunkčné a bifunkčné fenoly s celkovým množstvom formaldehydu a katalyzátora a nechajú sa odreagovať, kým nie je zreagovaných 50 až 90 %, výhodne 60 až 90 % použitého formaldehydu. Potom sa pridávajú alkyldénpolyfenoly a reakcia sa vedie až do požadovaného koncového bodu, ktorý sa spravidla

stanovuje meraním viskozity produktu.

Kvôli redukcii obsahu formaldehydu v rezole sa môže po skončení reakcie pridať látka viažuca formaldehyd.

Predmetom predloženého vynálezu je ďalej použitie rezolov podľa predloženého vynálezu ako spojív pre tmelové živice, laminovacie živice a impregnačné živice pre porézne tvarové diely alebo tiež ako spojivá pre lístkovité brúsne prostriedky.

Obzvlášť pri výrobe tmelov sa do rezolov pridávajú všeobecne vhodné plnidlá, výhodne grafitová múčka alebo kokosová múčka. Ďalšie, inak v tmeloch bežné prísady, ako sú epoxidové zlúčeniny, chlóralkány a deriváty furánu, je možné pri rezoloch podľa predloženého vynálezu vypustiť. Ak je však potrebné, je samozrejme možné tieto prísady použiť. K rezolom podľa predloženého vynálezu je možné tiež pridávať ešte organické rozpúšťadlá. Pritom sú výhodné také, ktoré nie sú toxické, ako napríklad je acetón.

Vytvrdzovanie rezolov sa pri použití rezolov podľa predloženého vynálezu pre impregnáciu a pre brúsne prostriedky vykonáva výhodne zahriatím. Aby sa dosiahlo dobre vytvrdenie rezolov v tmeloch a laminátoch, hlavne pri použití pri nízkych teplotách, je zvyčajne nevyhnutné pridávať ako katalyzátory silné anorganické alebo organické kyseliny, ako sú napríklad sulfónové kyseliny. Môže byť tiež výhodné používať alebo spolu používať sulfochloridy ako latentné kyseliny. Podrobný popis prípravy tmelov, ako i metódy pre ich skúšanie, je popísaný v už vyššie uvedených spisoch EP-A 0 158 871 a US-A 3 977 218.

Tmely obsahujúce rezolové živice podľa predloženého vynálezu majú všetky potrebné vlastnosti konvenčných tmelov a majú okrem toho podľa vynálezu výhodu nižšieho obsahu fenolu a k tomu dobrú odolnosť voči chemikáliám.

Príklady vyhotovenia vynálezu

Nasledujúce príklady vyhotovenia slúžia na bližšie objasnenie vynálezu. Tu uvádzané diely a percentá sa vždy vzťahujú na hmotnosti, ak nie je uvedené inak.

Príklad 1

Používa sa sklenená nádoba opatrená miešadlom, teplomerom, vykurovaním a chladením.

282 dielov fenolu sa roztaví, zmieša sa s 30,3 dielmi hydroxidu sodného (33 %) a reakčná zmes sa zahreje na teplotu 60 °C. Potom sa v priebehu jednej hodiny pridá najprv 121,5 dielov vodného, 37%ného roztoku formaldehydu a 173,3 dielov paraformaldehydu (91 %) a reakčná zmes sa mieša pri teplote 60 °C, až po 2 hodinách po skončení prídavku formaldehydu je obsah formaldehydu v reakčnej vsádzke 7,12 %, čo zodpovedá spotrebe formaldehydu 72 %. V tomto okamihu má reakčný roztok viskozitu 137 mPa.s (23 °C), zvyšok po odparení (1 h/135 °C) 71 % a neobmedzenú znášateľnosť s vodou. Teraz sa k vsádzke pridá 228 dielov 2,2-difenylolpropánu a zmes sa mieša, kým sa po 150 minútach nedosiahne viskozita 160 mPa.s (23 °C). V tomto okamihu obsahuje reakčná zmes 1,7 % nezreagovaného formaldehydu, 3,8 % voľného fenolu, zvyšok po odparení (1 h/135 °C) je 79,6 % a znášateľnosť s vodou je 1 : 1,6 (23 °C). Výťažok zodpovedá použitým látkam.

Príklad 2

V aparatúre podľa príkladu 1 sa roztaví 329 dielov fenolu, zmieša sa s 60,5 dielmi hydroxidu sodného (35 %) a pri teplote 60 °C sa pridá 121,5 dielov vodného roztoku formaldehydu (37 %), ako i 231 dielov paraformaldehydu (91 %). Tri hodiny po skončení prídavku formaldehydu je pri obsahu formaldehydu 3,4 % spotrebovaných 90 % vsadeného formaldehydu. Reakčná zmes má viskozitu 344 mPa.s, zvyšok po odparení (1 h/135 °C) 71,3 % a je

s vodou miešateľná v každom pomere. Teraz sa k vsádzke pridá 171 dielov 2,2-difenyloľpropánu a zmes sa mieša pri teplote 60 °C, kým sa po 80 minútach reakčnej doby nedosiahne viskozita 1 135 mPa.s (23 °C). V tomto okamihu obsahuje živica 1,7 % nezreagovaného formaldehydu, 1,7 % voľného fenolu, zvyšok po odparení (1 h/135 °C) je 75,1 % a znášateľnosť s vodou je 1 : 1,95 (23 °C). Vsádzka sa potom nechá ďalej reagovať pri teplote 60 °C, až sa po ďalšej hodine dosiahne viskozita 1 600 mPa.s (23 °C). Obsah voľného formaldehydu pritom poklesne na 1,3 % a znášateľnosť s vodou zostane prakticky nezmenená 1 : 2. Obsah voľného fenolu je 1,6 %. Na 300 dielov živice sa teraz pridá 10 dielov močoviny a vsádzka sa mieša ďalšiu hodinu pri teplote 60 °C a potom sa ochladí. Pri nezmenenom obsahu fenolu 1,6 % je obsah nezreagovaného formaldehydu 0,4 %. Viskozita teraz je 1 820 mPa.s a znášateľnosť s vodou je 1 : 2,1.

Príklad 3

V aparátúre podľa príkladu 1 sa nechá reagovať 30,34 dielov hydroxidu sodného (33 %), 23,97 dielov vodného roztoku formaldehydu (37 %) a 13,97 dielov paraformaldehydu (91 %) pri teplote 60 °C. Po troch hodinách sa dosiahne obsah formaldehydu 4,2 %. Potom sa pridá 24,53 dielov 2,2-difenyloľpropánu a kondenzuje sa ďalej pri teplote 60 °C, pričom sa po siedmich hodinách dosiahne viskozita 800 mPa.s (23 °C). Potom sa pridá 4,6 dielov močoviny, vsádzka sa udržiava ďalšiu hodinu pri teplote 60 °C, načo sa ochladí. Živica má viskozitu 750 mPa.s (23 °C), zvyšok po odparení je 70,5 % (1 h/135 °C), obsah fenolu je 2,8 %, znášateľnosť s vodou pri teplote 23 °C je 1 : 0,9 a obsah formaldehydu je 0,27 %.

Táto živica sa technicky skúša ako tmel. Nato sa zmieša 70 dielov roztoku živice s tvrdou múčkou, čo je prípravok z 50 dielov grafitovej múčky, 44 dielov kokosovej múčky a 6 dielov benzénsulfochloridu. Maximálny čas spracovania zmesi je 75 minút pri teplote miestnosti. Potom zmes vytvrdne na pevné tmelové teleso. Po 24 hodinách je povrchová tvrdosť (Shore D) 55

jednotiek, po 48 hodinách 65 jednotiek. Po skladovaní 8 dní je modul elasticity vytvrdenej tmelovej hmoty $0,715 \cdot 10^{-4} \text{ N.mm}^2$.

Dodatočné zmrštenie sa meria nasledujúcim spôsobom.

Skúšobné telesá:

Valec s priemerom 2,5 cm a dĺžkou 9,5 cm.

Na oboch koncoch sa umiestnia merné značky zo skla. Celková dĺžka skúšobných telies s mernými značkami je asi 10,5 cm.

Výroba skúšobných telies:

Tmel sa naplní do formy z polyetylénu a vytvrdený tmelový valec sa vyberie po 24 hodinách.

Meranie:

Prvé meranie (vzťažné meranie) sa vykonáva bezprostredne po vybratí skúšobného telesa z formy po umiestnení merných značiek za pomoci mikrometrickej skrutky. Číselné údaje sú mierou pre lineárne zmrštenie, vyjadrené v percentách, vzťahujúc na východiskovú dĺžku skúšobného telesa pri teplote miestnosti.

Dodatočné zmrštenie vytvrdeného tmelu je:

Čas	Lineárne zmrštenie
8 d	0.1368 %
14 d	0.1578 %
21 d	0.1824 %
28 d	0.2070 %
50 d	0.2140 %

Skúška odolnosti tmelu:

Skúška odolnosti sa vykonáva podľa smernice "Chemická

odolnosť potahových, vykladacích a špárovacích hmôt" DECHEMA.

Skúšobné teleso:

Valec s priemerom 2,5 cm a dĺžkou 2,5 cm.

Výroba skúšobných telies:

Tmel sa naplní do formy z polyetylénu a vytvrdený tmelový valec sa vyberie po 24 hodinách.

Meranie odolnosti:

Skúšobná odolnosť sa vykonáva po 8 dňoch skladovania skúšobných telies pri teplote miestnosti vložení do zodpovedajúcej kvapaliny pri teplote miestnosti. Po prebehnutí 1 000 hod. sa skúšobné telesá z tejto kvapaliny vyberú a vykoná sa pozorovanie podľa nasledujúcich kritérií:

- zmena hmotnosti v percentách, vzťahujúc na hmotnosť pred vložením,
- vzhľad so zreteľom na lesk povrchu, farbu, tvorbu trhlín a bobtnanie,
- povrchová tvrdosť Shore D v porovnaní s východiskovou hodnotou pred vložením,
- pevnosť v tlaku v porovnaní s východiskovou hodnotou pred vložením.

Vyhodnotenie:

Pre hodnotenie tmelu ako odolného platia nasledujúce kritériá:

- povrch nezmenený
- zmena hmotnosti až max. 2 %
- zníženie pevnosti v tlaku až max. 10 %.

Tmely podľa predloženého vynálezu sú odolné voči chloroformu, 20 % kyseline octovej, 20 % kyseliny chlorovodíkovej, 20 % kyseline sírovej, toluénu a destilovanej vode. Skúšobné telesá sú podmienene odolné voči butylacetátu a 70 % kyseline sírovej. Skúšobné telesá nie sú odolné voči acetónu, bieliacemu lúhu, 15 % hydroxidu sodnému a 15 % kyseline dusičnej. Ich odolnosť zodpovedá odolnosti konvenčných tmelov na báze fenolových živíc.

Príklad 1 (porovnávací)

Technické skúšanie konvenčnej fenolovej živice ako tmelu

Roztok konvenčného tmelu na báze fenolovej živice ^RAsplit CN (firma Hoechst AG) s obsahom voľného fenolu 8,2 %, obsahom voľného formaldehydu 0,4 % a viskozitou 830 mPa.s so zvyškom po odparení (1 h/135 °C) 72 % sa spracuje s tmelovou múčkou podľa príkladu 3 na tmelové telesá. Skúška dodatočného zmrštenia dáva nasledujúce hodnoty:

Čas	Lineárne zmrštenie
8 d	0.1754 %
14 d	0.1894 %
21 d	0.2070 %
28 d	0.2140 %
50 d	0.2210 %

Skúška chemickej odolnosti poskytuje rovnaké hodnoty ako sú popísané v príklade 3.

Príklady 2.1. - 2.4

Aby sa zistil vplyv molárneho pomeru fenolu k formaldehydu a pritom nastaveného obsahu nezreagovaného fenolu a formaldehydu na dodatočné zmrštenie, vyrobia sa konvenčné rezoly a skúšajú sa ako tmely. Pri výrobe rezolov sa postupuje nasledujúcim spôsobom:

V aparátúre podľa príkladu 1 sa roztaví 940 dielov fenolu, pridá sa 60,5 dielov hydroxidu sodného (33 %) a pri teplote 70 °C sa táto zmes nechá reagovať s vodným formaldehydom a paraformaldehydom, kým sa nedosiahne viskozita 800 mPa.s (23 °C). Vstupy vodného formaldehydu a paraformaldehydu, ako i vlastnosti a charakteristické hodnoty ukazuje nasledujúca tabuľka I:

Tabuľka I

Pokus	2.1	2.2	2.3	2.4
molárny pomer fenol:formaldehyd	1:2,2	1:2,0	1:1,8	1:1,6
množstvo formaldehydu (37 %)	270 g	270 g	270 g	270 g
množstvo paraformaldehydu (91 %)	616 g	550 g	486 g	412 g
viskozita (mPa.s/23 °C)	780	840	800	780
zvyšok po odparení (1 h/135 °C) (%)	72,2	74,3	74,4	73,9
znášanlivosť s H ₂ O (23 °C)	1:1,6	1:1,2	1:0,9	1:0,6
zvyškový obsah formaldehydu (%)	4,03	3,0	1,45	1,25
zvyškový obsah fenolu (%)	4,6	5,8	7,7	9,75

Pri technických skúškach tmelov sa ukázalo, že ich chemická odolnosť je porovnateľná s odolnosťou tmelov podľa príkladu 3 a porovnávacieho príkladu 1. Pri meraní dodatočného zmrštenia sa zistili hodnoty uvedené v nasledujúcej tabuľke II:

Čas/pokus	2.1	2.2	2.3	2.4
8 d	0.1817 %	0.1800 %	0.1754 %	0.1447 %
14 d	0.2278 %	0.2103 %	0.1894 %	0.1052 %
21 d	0.2524 %	0.2424 %	0.2070 %	0.1298 %
28 d	0.3105 %	0.2929 %	0.2140 %	0.1538 %
50 d	0.3807 %	0.3456 %	0.2210 %	0.1859 %

Príklad 3 (porovnávací)

V aparátúre podľa príkladu 1 sa roztaví 30,34 dielov fenolu

a 24,53 dielov 2,2-difenyloolpropánu, zmieša sa s 3,25 dielmi hydroxidu sodného a táto zmes sa nechá reagovať s 23,97 dielmi vodného roztoku formaldehydu (37 %) a 13,97 dielmi paraformaldehydu (91 %). Po prídavku formaldehydu sa nechá reakčná zmes reagovať po dobu 3 hodín pri teplote 60 °C až do dosiahnutia viskozity 207 mPa.s. Vzhľadom na to, že reakcia prebieha pri tejto teplote príliš pomaly, vedie sa teraz kondenzácia 6 hodín pri teplote 70 °C až do dosiahnutia viskozity 850 mPa.s a potom sa skončí. Obsah formaldehydu je 1,13 % a znášanlivosť s vodou pri teplote 23 °C je 1 : 1,7. Obsah voľného fenolu je 11,3 %.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Rezoly pre tmely, lamináty, impregnácie a brúsne prostriedky s nízkym dodatočným zmrštením a s obsahom voľného fenolu nižším ako 5 % hmotnostných vo forme zmesných kondenzátov z voči formaldehydu trifunkčných fenolov a alkylidénpolyfenolov s molárnym pomerom fenolických hydroxylových skupín v trifunkčných fenoloch k hydroxylovým skupinám v alkylidénpolyfenoloch 9 : 1 až 3 : 7 s formaldehydom v molárnom pomere sumy fenolických hydroxylových skupín k formaldehydu 1 : 1,2 až 1 : 2,0.

2. Rezoly podľa nároku 1, vyznačujúce sa tým, že trifunkčným fenolom je fenol.

3. Rezoly podľa nároku 1, vyznačujúce sa tým, že alkylidénpolyfenoly sú novolaky z fenolu a formaldehydu, ktorých číselný stred molekulovej hmotnosti je v rozmedzí 200 až 1 000.

4. Rezoly podľa nároku 1, vyznačujúce sa tým, že alkylidénpolyfenoly sú bisfenoly s metylénovými, etylidénovými, propylidénovými, izopropylidénovými, butylidénovými alebo izobutylidénovými mostíkmi.

5. Rezoly podľa nároku 1, vyznačujúce sa tým, že obsahujú látky viažuce formaldehyd.

6. Spôsob výroby rezolov podľa nároku 1 za prítomnosti bázičských katalyzátorov pri teplote v rozmedzí 20 až 100 °C, vyznačujúci sa tým, že sa v prvom stupni predloží celkové množstvo trifunkčných fenolov a formaldehydu a reakcia sa vedie až do zreagovania 50 až 90 % použitého formaldehydu a potom sa pridajú alkylidénpolyfenoly a zmesná kondenzácia sa vedie ďalej.

7. Spôsob podľa nároku 6, vyznačujúci sa tým, že sa na konci zmesnej kondenzácie pridá látka viažuca formaldehyd.

8. Spôsob podľa nároku 6, vyznačujúci sa tým, že sa katalyzátor po skončení reakcie neutralizuje alebo čiastočne neutralizuje.

9. Použitie rezolov podľa nároku 1 ako tmelovej živice.

10. Použitie rezolov podľa nároku 1 ako laminovacej živice.

11. Použitie rezolov podľa nároku 1 ako impregnačnej živice pre porézne tvarové diely.

12. Použitie rezolov podľa nároku 1 ako spojiva pre lístkovité brúsne prostriedky.