

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C08G 8/10 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710202115.9

[43] 公开日 2009年1月21日

[11] 公开号 CN 101348548A

[22] 申请日 2007.10.18

[21] 申请号 200710202115.9

[71] 申请人 李绍通

地址 471012 河南省洛阳市吉利区三和社区7
号楼105室

[72] 发明人 李绍通

权利要求书1页 说明书3页

[54] 发明名称

合成酚醛树脂的环保工艺

[57] 摘要

采用甲醛和苯酚或甲酚反应合成清漆型固体和热固型液体酚醛树脂的环保工艺，该工艺采用固体甲醛和液体甲醛为原料，使反应产生的含酚含醛废水循环利用，不排放废水。

【权利要求1】合成酚醛树脂的环保工艺，其特征在于：先采用液体甲醛为原料，和苯酚或甲酚反应合成清漆型固体或热固型液体酚醛树脂，再用固体甲醛与反应产生的含酚含醛废水混合加热、溶解后配成甲醛溶液循环使用。

合成酚醛树脂的环保工艺

技术领域

本发明涉及甲醛和苯酚或甲酚为主要原材料合成酚醛树脂的环保工艺，属于高分子有机化合物技术领域。

背景技术

酚醛树脂具有良好的耐酸、耐碱、耐热及电绝缘性，广泛应用于油漆、耐火材料、电讯、电器、仪表、日用品以及轻质建筑材料等领域。

传统的酚醛树脂合成工艺，采用液体甲醛和苯酚或甲酚、催化剂等按照一定的比例投入反应设备，再按照一定的工艺条件合成酚醛树脂。传统合成工艺的优点是采用液体甲醛聚合反应条件温和、操作控制容易；缺点是产生大量的含酚含醛废水，处理费用大，而且污染环境。

CN1223620公开了采用多聚甲醛、弱碱为催化剂条件下制备混合烷基酚醛树脂缩合物的方法。该方法只是减少了反应产生的含酚含醛废水量，并没有彻底解决废水问题；而且全部采用多聚甲醛的聚合反应激烈、操作控制困难、易爆聚。

发明内容

本发明针对现有技术存在的缺陷，提出采用甲醛和苯酚或甲酚反应合成清漆型固体和热固型液体酚醛树脂的环保工艺，该工艺交替采用固体甲醛和液体甲醛为原料，使反应产生的含酚含醛废水循环利用，不排放含酚含醛废水。

本发明的技术解决方案是：

(1) 以酸为催化剂生产清漆型固体酚醛树脂方案

采用苯酚、甲醛和酸催化剂合成清漆型固体酚醛树脂，其中原料苯酚和甲醛的摩尔比为1:(0.6-0.9)，催化剂量为原料苯酚重量的0.5%-10%；催化剂为盐酸或磷酸；液体甲醛浓度为36-37%，固体甲醛浓度为80%-96%。

在装有搅拌器、冷凝器、真空系统、温度控制测量装置的搪玻璃反应釜中，投入预热的液体苯酚、37%甲醛，30%盐酸或85%磷酸分二次投入。

原料投完后，启动搅拌器进行搅拌，反应釜夹套内加热，当反应釜内温度升至50-70℃后，加入部分催化剂，反应釜内的温度升至90℃时关闭加热，反应釜内的温度升至95-98℃时对反应釜的夹套进行冷却。当反应釜内的温度达到100℃时开始计时，加入余下催化剂，

反应90-180分钟。反应期间，反应釜内的温度控制在92-105℃之间，并通向反应釜夹套内来调节控制反应釜内的温度。出现乳浊时抽真空减压脱水，脱水结束粘度合格后放料。

将抽真空减压脱出的含酚含醛废水放入固体甲醛溶解釜，加入加入计量好的80%-96%固体甲醛，使甲醛的配比与前边一样。加热使固体甲醛溶解，固体甲醛充分溶解后加入搪玻璃反应釜继续反应。

(2) 以碱为催化剂生产热固型液体酚醛树脂方案

采用苯酚、甲醛和碱催化剂合成，其中原料苯酚和甲醛的摩尔比为1:1.1-2.0，催化剂占原料苯酚重量的3%-15%；催化剂为氢氧化钠，分二次投入；液体甲醛浓度为36-37%，固体甲醛浓度为80-96%。

在装有搅拌器、冷凝器、真空系统、温度控制测量装置的搪玻璃反应釜中，投入预热的液体苯酚、37%甲醛；氢氧化钠配成30%溶液，先投一半。

原料投完后，启动搅拌器进行搅拌，反应釜夹套内进行加热，当反应釜内温度升至50-65℃后停止加热，投另一半氢氧化钠。反应期间，反应釜内的温度控制在90-110℃之间，并通向反应釜夹套内进行加热或冷却，来调节控制反应釜内的温度。反应90-180分钟，出现乳浊时抽真空减压脱水，脱水结束粘度合格后放料。

将抽真空减压脱出的含酚含醛废水放入固体甲醛溶解釜，加入加入计量好的80%-96%固体甲醛，使甲醛的配比与前边一样。加热使固体甲醛溶解，固体甲醛充分溶解后加入搪玻璃反应釜继续反应。

具体实施方式：

实施例只是为了进一步说明本发明，而不是作为对本发明范围的限定，本发明的保护范围由权利要求决定。

实施例1：

在装有搅拌器、冷凝器、真空系统、温度控制测量装置的3000升搪玻璃反应釜中，投入1200千克预热的液体苯酚、1320千克37%甲醛、30%氢氧化钠10千克。

原料投完后，启动搅拌器进行搅拌，反应釜夹套内进行加热，当反应釜内温度升至50-65℃后停止加热，投30%氢氧化钠10千克。

反应期间，反应釜内的温度控制在95-105℃之间，并通向反应釜夹套内进蒸汽或水来调节控制反应釜内的温度。

反应180分钟，出现乳浊时抽真空减压脱水。粘度合格，脱水结束，脱水量约为840千克，含苯酚4%，含甲醛2.5%。

将抽真空减压脱出的840千克含酚含醛废水放入固体甲醛溶解釜,加入加入计量好的93%固体甲醛520千克,甲醛的配比与基本前边一样。加热使固体甲醛溶解,固体甲醛充分溶解后加入搪玻璃反应釜,继续参与反应。

实施例2:

在装有搅拌器、冷凝器、真空系统、温度控制测量装置的2000升搪玻璃反应釜中,投入1000千克预热的液体苯酚、660千克37%甲醛、85%磷酸3千克。

原料投完后,启动搅拌器进行搅拌,反应釜夹套内进行加热,当反应釜内温度升至55-65℃后停止加热,投85%磷酸3千克。

反应釜内的温度升至90℃时关闭蒸汽,反应釜内的温度升至95℃时向反应釜的夹套内进水冷却,当反应釜内的温度达到100℃时开始计时,反应150-180分钟。反应期间,反应釜内的温度控制在90-105℃之间,并通向反应釜夹套内来调节控制反应釜内的温度。

出现乳浊时抽真空减压脱水。粘度合格,脱水结束,脱水量约为430千克,含苯酚3.5%,含甲醛2.5%。

将抽真空减压脱出的430千克含酚含醛废水放入固体甲醛溶解釜,加入加入计量好的96%固体甲醛250千克,甲醛的配比与基本前边一样。加热使固体甲醛溶解,固体甲醛充分溶解后加入搪玻璃反应釜,继续参与反应。