



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208 632

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 12 79
(21) PV 9022-79

(51) Int. Cl.³ C 08 G 8/10

(40) Zveřejněno 31 10 80
(45) Vydáno 01 12 83

(75)
Autor vynálezu

BERAN JAROSLAV ing., PARDUBICE a LEHKÁ MAGDALENA ing., RYBITVÍ

(54)

Způsob přípravy fenolformaldehydové pryskyřice

1

Vynález se týká způsobu přípravy fenolformaldehydové pryskyřice víceetapňovou kondenzací fenolu a formaldehydu. Tyto pryskyřice jsou vhodné pro impregnaci minerálních vláken.

Technické fenolformaldehydové pryskyřice jsou kondenzační produkty fenolů nebo jeho derivátů s formaldehydem nebo furfurem. Přípravují se kondenzací fenolu s dostatečně vysokým molárním přebytkem formaldehydu v silně alkalickém prostředí za poměrně nízké teploty. Vzniklá pryskyřice je směsí fenolalkoholů a jiných nízkomolekulárních sloučenin. Formaldehyd je za těchto podmínek přípravy zabudován převážně ve formě metylolových skupin a jen v malé míře ve formě metylenových můstků. Nízkomolekulární metylolové sloučeniny kondenzují dále s fenolem popřípadě navzájem za tvorby vyšemolekulárních produktů. Volné metylolové skupiny jsou nositelem tvrditelnosti pryskyřic. Kondenzace se provádí za báze nebo kyselých katalýz, nejčastěji jsou používány hydroxidy alkalických kovů a žíravých zemin. Fenolformaldehydové pryskyřice je možno též připravovat několikaetapňovou kondenzací opět za přítomnosti katalyzátoru tak, jak je uvedeno např. v brit. pat. 1 439 027 nebo v USA pat. 4 014 726. Uváděné postupy přípravy jsou však poměrně zdlouhavé, neboť doba kondenzace je 5 až 6 hodin, a kromě toho připravená pryskyřice má nevyhovující mísitelnost s vodou a stabilitu v důsledku použití poměrně značného množství katalyzátoru (13 % násady) a močoviny, která se přidává k ukončení kondenzace.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy fenolformaldehydové pryskyřice několikanásobnou kondenzací fenolu a formaldehydu v molárním poměru 1 : 2,7 až 3,2 v přítomnosti kysličníku nebo hydroxidu vápenatého jako katalyzátoru, který je přidáván v množství 0,5 až 2 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotu násoady, jehož podstata spočívá v tom, že v prvním stupni probíhá kondenzace při teplotě 48 až 52 °C po dobu 15 až 60 minut, ve druhém při teplotě 58 až 62 °C po dobu 15 až 60 minut a ve třetím stupni při teplotě 68 až 72 °C po dobu 45 až 90 minut, načež se příprava ukončí působením 0,05 až 0,2 molu močoviny na 1 mol fenolu. Po rozpuštění močoviny je směs buď ihned neutralizována kyselinou sírovou 30 až 35 % na pH 7 až 7,5 a potom ochlazena na 25 až 30 °C nebo je nejdříve ochlazena a teprve potom neutralizována. Katalyzátor je možno přidávat jako monohydrát kysličníku vápenatého nebo jako vápenaté mléko s vodou nebo s formaldehydem.

Výhodou postupu podle vynálezu je zkrácení doby kondenzace na téměř polovinu oproti způsobům popsaným. Vyrobená pryskyřice lépe vyhovuje požadavkům odběratelů, neboť obsahuje do 2 % volného fenolu, maximálně 2,5 % volného formaldehydu, má vyšší stabilitu a reaktivitu, nižší obsah popela.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

V laboratorním měřítku byla pryskyřice připravována v 6 l tříhrdlé sulfonační baňce opatřené míchadlem, zvětným chladičem a teploměrem. Baňka byla umístěna do míchané vodní lázně s regulovatelnou teplotou.

Směs 1 molu fenolu a 3 molů 37 % formaldehydu byla vyhřáta na 40 °C, nadávkováno 0,058 molu hydroxidu vápenatého a teplota byla udržována po dobu 15 minut na hodnotě 48 až 52 °C. Po této době byla teplota zvýšena na 58 až 62 °C a udržována 15 minut, pak zvýšena na 68 až 72 °C a udržována po dobu 60 minut. Po uplynutí této doby bylo přidáno 0,139 molu močoviny, reakční směs ochlazena na 30 °C a zneutralizována zředěnou kyselinou sírovou na pH 7 až 7,2. Doba trvání výrobní šarže 146 minut, výtěžek 99,5 %. Vlastnosti vyrobené pryskyřice: B-čas 9,5 minuty, volný fenol 2,3 %, volný formaldehyd 2,5 %, stabilita 18 dnů při 25 °C, obsah popela po odcentrování 0,18 %.

Příklad 2

Směs 1 molu fenolu a 3 molů 37 % formaldehydu byla vyhřáta na 40 °C, nadávkováno 0,058 molu hydroxidu vápenatého a teplota udržována po dobu 60 minut na hodnotě 48 až 52 °C. Po této době byla teplota zvýšena na 58 až 62 °C a po 60 minutách zvýšena na 68 až 72 °C a udržována 60 minut. Nakonec bylo přidáno 0,0595 molu močoviny. Po 15 minutách byla reakční směs ochlazena na 30 °C a zneutralizována zředěnou kyselinou sírovou na pH 7 až 7,2. Doba trvání výrobní šarže 251 minut, výtěžek 99,35 %. Vlastnosti vyrobené pryskyřice: B-čas 8 minut, volný fenol 1,5 %, volný formaldehyd 2 %, stabilita 16 dní při 25 °C, obsah popela po odcentrování 0,2 %.

Příklad 3

V poloprovozním měřítku byla pryskyřice připravována ve smaltovaném reaktoru o účinném obsahu 30 l. Reaktor byl opatřen spodní výpustí, vyhřívání a chlazení je plášťové. Reaktor je opatřen kotvovým míchadlem s 54 otáčkami za minutu, zpětným chladičem a termočlánkem na měření teploty, který je umístěn přímo v reakčním mediu.

Směs 1 molu fenolu a 3 molů formaldehydu byla vyhřáta na 35 °C a do směsi nadávkováno 0,058 molu hydroxidu vápenatého, teplota byla udržována 45 minut na hodnotě 48 až 52 °C, potom zvýšena na 58 až 62 °C a udržována po dobu 30 minut. Po uplynutí této doby byla teplota zvýšena na hodnotu 68 až 72 °C a držena po dobu 90 minut. Směs byla ochlazená, přidáno 0,084 molu močoviny a po dosažení teploty 30 °C zneutralizována zředěnou kyselinou sírovou na hodnotu 7 až 7,2. Doba trvání výrobní šarže 206 minut, výtěžek 98,5 %. Vlastnosti: B-čas 7 min. 45 s, volný fenol 1,5 %, volný formaldehyd 2 %, stabilita 14 dní při 25 °C, obsah popele 0,13 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy fenolformaldehydové pryskyřice několikasupňovou kondenzací fenolu a formaldehydu v molárním poměru 1 : 2,7 až 3,2 v přítomnosti kysličníku nebo hydroxidu vápenatého jako katalyzátoru, který je přidáván v množství 0,5 až 2 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotu násady, vyznačující se tím, že v prvním stupni probíhá kondenzace při teplotě 48 až 52 °C po dobu 15 až 60 minut, ve druhém při teplotě 58 až 62 °C po dobu 15 až 60 minut a ve třetím při teplotě 68 až 72 °C po dobu 45 až 90 minut, načež se příprava ukončí působením 0,05 až 0,2 molu močoviny na 1 mol fenolu.