

Wydano 30 stycznia 1941 r.

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 29538.

Kl. 12 q, 20/01.

Lignoza Spółka Akcyjna, Katowice.

MKP 608q 5/06
607c 371

Sposób wytwarzania żywic fenoloaldehydowych, nadających się do formowania.

Zgłoszono 9 grudnia 1937 r.

Udzielono 15 stycznia 1941 r.

Pierwszeństwo: 11 grudnia 1936 r. (Wielka Brytania).

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest sposób wytwarzania żywic fenoloaldehydowych, nadających się do formowania. Pod nazwą fenoli należy rozumieć jednowartościowe i wielowartościowe fenole, jak również ich homologi, a jako aldehyd — aldehyd mrówkowy, jego polimery i substancje wytwarzające aldehyd mrówkowy, aldehyd octowy i furfurol.

Nowolaki, a więc fenoloaldehydowe produkty kondensacji, czyli żywice, nie twardniejące w podwyższonej temperaturze i pod ciśnieniem, względnie w podwyższonej temperaturze lub pod ciśnieniem, otrzymuje się, jak wiadomo, przeprowadzając kondensację wspomnianych składników w ciągu odpowiednio długiego okresu czasu. Kondensację tę przeprowadza

się w środowisku zasadowym lub słabo kwaśnym. Można również stosować ilości fenolu większe niż ilości odpowiadające stosunkowi cząsteczkowemu. W każdym przypadku czas trwania kondensacji zależy od stosunku ilościowego składników, to znaczy, iż np. zmniejszenie ilości kwasu wymaga zwiększenia czasu trwania okresu kondensacji.

Sposób według wynalazku niniejszego umożliwia wytwarzanie z fenolu i aldehydów żywic, twardniejących w podwyższonej temperaturze i nadających się do formowania; polega on na ogrzewaniu roztworu, składającego się z pewnej ilości fenolu oraz tak małej (w stosunku do obliczonej) ilości aldehydu, iż otrzymuje się żywicę nie twardniejącą w podwyższonej

temperaturze i pod ciśnieniem, względnie tylko w podwyższonej temperaturze, a więc nowolaki. Jest to pierwsza faza reakcji. W drugiej fazie reakcji wprowadza się do roztworu tego po ochłodzeniu środek wypełniający i nowe (pozostałe według obliczenia) ilości aldehydu, w celu otrzymania związku twardej w podwyższonej temperaturze.

Pod wyrazem „roztwór“ należy rozumieć nie tylko roztwory rzeczywiste, lecz również mieszaniny otrzymywane przy reakcji fenolu i aldehydu, w których tylko pewna część fenolu przereagowała z aldehydem, podczas gdy reszta fenolu nie zmieniła swej postaci.

Szczególnie korzystne wyniki osiąga się w środowisku ściśle zasadowym i z zastosowaniem małej ilości aldehydu mrówkowego przy wytwarzaniu roztworu wyjściowego, a mianowicie najwyżej 50% ilości aldehydu w stosunku do ilości fenolu. W ogóle konieczne jest stosowanie podwyższonej temperatury przy wytwarzaniu roztworu. Jest rzeczą ważną, aby przed dodaniem środka wypełniającego i pozostałej ilości aldehydu reakcja pomiędzy fenolem i aldehydem nie doprowadziła do wytworzenia żywicy twardej. Przy przeprowadzaniu sposobu według wynalazku nadają się wszelkiego rodzaju katalizatory zasadowe lub słabo kwaśne, jak np. tlenki wapniowców (magnezu, wapnia, baru, cynku, manganu itd.), ich nadtlenki i wodorotlenki, następnie kwas szczawowy, chlorek amonowy i chlorek aniliny.

Według odmiany sposobu niniejszego całkowitą ilość aldehydu dodaje się w drugim okresie przebiegu reakcji. Wytwarza się więc najpierw roztwór fenolu i odpowiedniej ilości środka zasadowego albo kwasu lub soli kwaśnej, stosując w razie konieczności podwyższoną temperaturę, a po ochłodzeniu roztworu dodaje się środek wypełniający i całkowitą ilość alde-

hydu. Sposób ten wymaga jednak dłuższego okresu czasu do wytwarzania roztworu wyjściowego.

Drugi okres procesu wytwarzania, a więc mieszanie środka wypełniającego, aldehydu i roztworu fenolowego, który zawiera fenole, zasady i aldehydy, względnie fenole, kwasy i aldehydy, lub też fenole i zasady, względnie fenole i kwasy, odbywa się najkorzystniej w mieszarce, ogrzewanej w razie potrzeby. Na początku mieszania lub podczas mieszania można do masy reakcyjnej dodawać barwników, środków utwardzających, przyspieszających reakcję lub opóźniających ją, środków uplastyczniających lub podobnych.

Jako materiały wypełniające nadają się powszechnie znane materiały włókniste lub mineralne.

Po zmieszaniu powstały produkt w razie potrzeby miele się w celu sproszkowania.

Niżej podane przykłady służą do wyjaśnienia wynalazku.

Przykład I. Mieszaninę, składającą się z 25 części wagowych fenolu, 2 części wagowych wodorotlenku wapniowego i 2 części wagowych paraformaldehydu, ogrzewa się do temperatury wrzenia. Po ochłodzeniu dodaje się do powstałego roztworu 2 części wagowe paraformaldehydu stosując mechaniczne mieszanie ręczne lub w mieszarce, a następnie w ugniatarce wprowadza się 30 części wagowych mączki drzewnej oraz 1 część wagową oleju stearynowego w temperaturze około 80°C i miesza, aż do otrzymania masy bryłkowej lub sproszkowanej.

Zamiast fenolu można stosować krezol, a ilość paraformaldehydu może być zwiększona aż do 30%. Paraformaldehyd można zastąpić całkowicie lub częściowo wodnym roztworem aldehydu mrówkowego lub częściowo sześciometylenoczteroaminą.

Przykład II. Mieszaninę, składającą się z 16 części wagowych krezolu, 1 części

wagowej paraformaldehydu oraz 1,5 części wagowych wodorotlenku wapniowego, ogrzewa się do temperatury wrzenia. Do powstałego roztworu dodaje się natychmiast lub po ochłodzeniu w mieszarce 20 części wagowych mączki drzewnej, 3 części wagowe paraformaldehydu, 2,4 części wagowych sześciometylenocztteroaminy i 0,8 części wagowej oleju stearynowego lub sproszkowanej stearyny oraz małe ilości pożądanego barwnika. Następnie stosuje się mieszanie w temperaturze 50 — 80°C, aż do otrzymania suchego produktu nadającego się do formowania.

Przykład III. Mieszaninę, składającą się z 6 części wagowych krezolu, 1 części wagowej 40%-owego formaldehydu, 0,6 części wagowej paraformaldehydu i 0,5 części wagowej wodorotlenku wapniowego, ogrzewa się tak długo, aż składniki rozpuszczą się zupełnie. Czas trwania tej reakcji zależy od rozpuszczalności składników. Pozostały roztwór najkorzystniej po ochłodzeniu miesza się z 40 częściami wagowymi korundu, szmerglu lub karborundu i pozostałą (według obliczenia) ilością, a więc z 0,6 części wagowej, formaldehydu. Mieszanie przeprowadza się w ugniatarce nie stosując ogrzewania, aż do otrzymania ciągliwej masy, która nadaje się do formowania i którą utwardza się w znany sposób.

Przykład IV. Mieszaninę, składającą się z 16 części wagowych fenolu, 1 części wagowej paraformaldehydu i 0,2 części wagowej kwasu szczawiowego, ogrzewa się do temperatury wrzenia. Powstały roztwór przerabia się następnie w sposób opisany w przykładzie II.

Przykład V. Mieszaninę, składającą

się z 16 części wagowych krezolu, 1 części wagowej paraformaldehydu i 0,3 części wagowej chlorku amonowego, ogrzewa się do temperatury wrzenia, po czym roztwór poddaje się przeróbce w sposób opisany w przykładzie II.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania żywicy fenolaldehydowych, nadających się do formowania, znamienny tym, że wytwarza się roztwór z fenolu i tak małej części obliczonej ilości aldehydu, iż przy ogrzewaniu go otrzymuje się żywicę, nie twardniejącą w podwyższonej temperaturze i pod ciśnieniem względnie tylko w podwyższonej temperaturze, po czym do roztworu tego najkorzystniej po jego ochłodzeniu dodaje się środka wypełniającego i dostateczną (pozostałą według obliczenia) ilość aldehydu potrzebną do otrzymania żywicy twardniejącej w podwyższonej temperaturze.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że wytwarzanie roztworu z fenolu i małej ilości aldehydu przeprowadza się w środowisku zasadowym.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że wytwarza się roztwór z fenolu i środka kontaktowego, np. zasady, kwasu albo kwaśnej soli, i do roztworu tego najkorzystniej po ochłodzeniu dodaje się środka wypełniającego oraz całkowitą ilość stosowanego aldehydu.

L i g n o z a S p ó ł k a A k c y j n a.

Zastępca: inż. St. Pawlikowski,
rzecznik patentowy.