

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

129 252

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 80 11 17 /P. 227946/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 05 24

Opis patentowy opublikowano: 1985 08 30

CZYŚCIELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.³ C08G 14/08

Twórcy wynalazku: Włodzimierz Szlezzyngier, Jerzy Stefaniak, Stanisław Głąb
Uprawniony z patentu: Politechnika Rzeszowska im. Ignacego Łukasiewicza,
Rzeszów /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA ŻYWIC MOCZNIKOWO-FENOLOWO-FORMALDEHYDOWYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żywic mocznikowo-fenolowo-formaldehydowych przeznaczonych do uzyskiwania połączeń klejowych odpornych na działanie zmieniających warunków atmosferycznych.

Według polskiego opisu patentowego nr 109 966 w celu otrzymania wodorozpuszczalnej żywicy fenolowo-formaldehydowo-mocznikowej, stosowanej jako lepiszcze do włókien mineralnych i szklanych prowadzi się dwustapowy proces syntezy. W pierwszym etapie wytwarza się żywicę fenolowo-formaldehydową przy stosunku molowym fenolu do formaldehydu 1 : 2,8 - 1 : 4,5 w obecności tlenku wapnia jako katalizatora. W drugim etapie do otrzymanej żywicy dodaje się mocznik w ilości 5 - 40% wagowych i dalej prowadzi proces. Wadą tego sposobu jest to, że wytworzony produkt wykazuje po utwardzeniu niedostateczną odporność na działanie wody, a zwłaszcza wody gorącej.

Znany jest również z polskiego opisu patentowego nr 115 229 sposób wytwarzania elastycznych żywic z tworzyw fenolowo-mocznikowo-formaldehydowych ze związków fenolowych. Są to produkty bezwodne wytwarzane w rozpuszczalnikach organicznych /toluen/ oraz przy udziale związków plastyfikujących jak np. butandiol-1,4, glikol dwumetylenowy, alkohol amylowy i glikol polioksyetylenowy.

Wpływ hydrofilowych plastyfikatorów powoduje to, że otrzymane żywice po utwardzeniu wykazują niedostateczną odporność na działanie wody gorącej. Uniemożliwia to stosowanie ich do klejenia drewna, płyt wiórowych itp.

Z kolei w znanym z polskiego opisu patentowego nr 98 646 sposobie wytwarzania żywic mocznikowo-fenolowo-formaldehydowych o małej toksyczności stosowanych jako spoiwa do

masy rdzeniowej i formierskiej utwardzanej na gorąco - żywice te otrzymuje się przez zmieszanie z sobą oddzielnie otrzymanych żywic mocznikowo-formaldehydowych z żywicami fenolowo-formaldehydowymi typu rezoli.

Otrzymany produkt po utwardzeniu wykazuje małą wodoodporność, co w przypadku rdzeni odlewniczych jest sprawą zupełnie nieistotną, w przeciwieństwie do wymagań jakie stawiane są spoiwom klejowym przy klejeniu drewna i płyt drewnopodobnych.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania żywicy stosowanej do połączeń klejowych drewna i materiałów drewnopodobnych odpornych między innymi na działanie wody gorącej.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że żywicę taką można wytworzyć na drodze współkondensacji mocznika, fenolu i formaldehydu.

Proces współkondensacji według wynalazku prowadzi się w dwóch lub trzech etapach. W pierwszym etapie proces prowadzi się w środowisku kwaśnym przy wartości $\text{pH} = 4,6 - 5,2$ w temperaturze wrzenia, przy stosunku molowym mocznika do fenolu i formaldehydu jak $1 : 0,14 : 2,13 - 1 : 0,34 : 2,4$. W drugim etapie proces prowadzi się w środowisku zasadowym przy wartości $\text{pH} = 8,8 - 9,2$ w temperaturze wrzenia przy stosunku molowym składników jak $1 : 0,15 : 2,36 - 1 : 1,12 : 4,32$, natomiast w trzecim etapie proces prowadzi się w środowisku zasadowym przy wartości $\text{pH} = 7,5 - 8,0$ w temperaturze 353 K przy stosunku molowym składników jak $1 : 0,10 : 1,7 - 1 : 0,8 : 2,7$. Otrzymaną żywicę po drugim i trzecim etapie współkondensacji zagęszcza się pod próżnią w temperaturze nie przekraczającej 333 K do zawartości suchej substancji około 70%.

Otrzymane sposobem według wynalazku żywice są odpowiednim spoiwem do produkcji płyt drewnopodobnych i wykonywania spoin odpornych na działanie nawet wrzącej wody. Stwierdzono w trakcie badań w zmiennych warunkach temperatury bardzo korzystny wzrost wytrzymałości spoin klejowych wykonanych z żywic według wynalazku w porównaniu do spoin wykonanych ze znanych żywic mocznikowo-fenolowo-formaldehydowych. Większa ilość prowadzonych stopni współkondensacji ma na celu obniżenie zawartości wolnego formaldehydu w gotowej żywicy, co ma wpływ na poprawę warunków bezpieczeństwa i higieny pracy w czasie użytkowania żywicy.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładach jego wykonania.

P r z y k ł a d I. 10,3 mola formaldehydu /37% roztwór wodny/, 4,7 mola mocznika oraz 0,4 mola fenolu ogrzewa się do temperatury wrzenia i zakwasza do wartości $\text{pH} = 4,7$. Współkondensację prowadzi się do uzyskania tolerancji wodnej 10 ml wody na 5 ml żywicy. Następnie żywicę chłodzi się do temperatury 363 K i dodaje 1,1 mola fenolu oraz 2,2 mola formaldehydu /37% roztwór wodny/, po czym alkalizuje się całość do wartości $\text{pH} = 9,0$ i prowadzi się współkondensację w czasie 60 minut w temperaturze wrzenia. Z kolei schładza się żywicę do temperatury 318 K i zagęszcza się ją pod próżnią, aż do osiągnięcia suchej substancji 70%.

P r z y k ł a d II. Otrzymaną według przykładu I żywicę po zakończeniu współkondensacji zasadowej schładza się do temperatury 353 K i dodaje 1,9 mola mocznika. Proces prowadzi się w temperaturze 353 K przy wartości $\text{pH} = 7,8$ w ciągu 20 minut. Następnie otrzymaną żywicę schładza się do temperatury 318 K i zagęszcza się ją pod próżnią, aż do osiągnięcia suchej substancji 72%. Tak otrzymaną żywicę utwardza się w spoinach klejowych

w czasie 2 godzin we wrzącej wodzie z dodatkiem 20% roztworu tróchlorku glinowego $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ w ilości 10 części wagowych tróchlorku glinowego na 100 części wagowych żywicy.

Spoinę utwardzoną poddano działaniu wrzącej wody w ciągu 2 godzin i stwierdzono, że zachowuje ona 50% pierwotnej wytrzymałości mechanicznej.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania żywic mocznikowo-fenolowo-formaldehadowych, stosowanych jako spoiwo do połączeń klejowych drewna i materiałów drewnopochodnych odpornych na działanie zmiennych warunków atmosferycznych, z n a m i e n n y t y m, że prowadzi się dwu lub trójetapowy proces współkondensacji mocznika, fenolu i formaldehydu, przy czym w I etapie proces ten prowadzi się w środowisku kwaśnym przy wartości $pH = 4,6 - 5,2$ w temperaturze wrzenia przy stosunku molowym mocznika do fenolu i formaldehydu jak $1 : 0,14 : 2,13 - 1 : 0,34 : 2,4$, w II etapie proces prowadzi się w środowisku zasadowym przy wartości $pH = 8,8 - 9,2$ w temperaturze wrzenia, przy stosunku molowym składników jak $1 : 0,15 : 2,36 - 1 : 1,12 : 4,32$, w III etapie proces prowadzi się w środowisku zasadowym przy wartości $pH = 7,5 - 8,0$ w temperaturze 353 K , przy stosunku molowym składników jak $1 : 0,10 : 1,7 - 1 : 0,8 : 2,7$.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że otrzymaną żywicę po II i III etapie współkondensacji zagęszcza się pod próżnią w temperaturze nie przekraczającej 333 K , do zawartości suchej substancji około 70%.