

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

268 963

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 08 G 8/10

(21) PV 8350-87.Y

(22) Přihlášeno 20 11 87

(40) Zveřejněno 12 09 89

(45) Vydáno 30 09 90

(75)
Autor vynálezu

SMRČKA JINDŘICH ing.,
MAKOVSKÝ LEOPOLD ing., PARDUBICE
ŠKAVA JOSEF ing., OSTRAVA
MACHEK MILAN,
STARÝ STANISLAV, PARDUBICE

(54)

Způsob zvýšení skladovatelnosti
fenolformaldehydových rezolů

(57) Fenolformaldehydové rezoly při-
pravené kondenzací fenolu nebo jeho
derivátů s formaldehydem za přítomnosti
hydroxidů alkalických kovů nebo zemin
s následným odstraněním katalyzátoru
a stabilizací, přičemž jako stabilizá-
tor se použijí terciární alifatické amo-
niové báze v množství 0,5 až 2 % hmot-
nostní. Touto stabilizací se docílí
zvýšení skladovatelnosti fenolformal-
dehydových rezolů používaných pro po-
jení izolačních materiálů.

Vynález se týká způsobu zvýšení skladovatelnosti fenolformaldehydových rezolů používaných pro pojení vláknitých izolačních materiálů.

V současné době jsou skelná a minerální vlákna při přípravě tepelných a zvukových izolačních materiálů nejčastěji pojena vodnými roztoky fenolformaldehydových rezolů, které jsou vyráběny kondenzací fenolu s formaldehydem, zejména za přítomnosti hydroxidů alkalických kovů nebo zemin, jako katalyzátorů. Pokud se tyto rezoly aplikují na skelná vlákna, jsou při kondenzaci jako katalyzátory používány hydroxidy alkalických kovů nebo zemin, na rozdíl od rezolů aplikovaných na minerální vlákna (jako např. tevený čedič nebo tavená struska) kde jsou obvykle použity jako katalyzátory pouze hydroxidy alkalických zemin, a to hydroxid barnatý a vápenatý. Po skončení kondenzace se v rezolech katalyzátory ponechávají nebo odstraňují, např. srážením hydroxidů alkalických zemin (USA pat. č. 3 704 199, čs. patent č. 112703 a 149787) či zachycováním alkalických hydroxidů na ionexech (čs. autorské osvědčení č. 231828).

Odstraněním katalyzátorů se snižuje navlhavost konečných výrobků, tj. izolačních desek a rohoží, umožňuje se užití jednoho typu pojiva pro skleněné a minerálně vláknité materiály i snižuje se riziko zanášení trysek, jimiž se pojivo aplikuje. Na druhé straně při odstranění katalyzátorů se snižuje doba zpracovatelnosti, měřená dobou, po kterou je rezol homogenně mísitelný s vodou - min. 1 : 10. Snižování doby zpracovatelnosti, vyjadřované obvykle jako skladovatelnost, je způsobováno jednak další reakcí fenolalkoholů obsažených v rezolu, jednak tím, že mísitelnost rezolů s vodou je v alkalickém prostředí vyšší, než v oblasti neutrální.

Aby byl eliminován negativní vliv anorganických katalyzátorů na aplikační vlastnosti, je možno ke katalýze užit i organické bazické látky, např. terciární aminy. Při jejich použití je však nutné provádět kondenzaci fenolu s formaldehydem při vyšší teplotě, přičemž dochází k tvorbě rezolů s vyšší molekulární hmotností a tedy se sníženou dobou skladovatelnosti. Tento způsob je tedy možné používat v případě, že připravený rezol je okamžitě zpracován jako pojivo izolačních materiálů.

Uvedené nevýhody lze odstranit použitím předloženého vynálezu, jehož předmětem je způsob zvýšení skladovatelnosti fenolformaldehydových rezolů připravených kondenzací fenolu nebo jeho derivátů s formaldehydem za přítomnosti hydroxidů alkalických kovů nebo alkalických zemin s následným odstraněním katalyzátoru buď vysrážením nerozpustné soli s minerální kyselinou a filtrací nebo zachycením kationtu katalyzátoru katexem a přidávkem stabilizátoru typu terciárního aminu a/nebo kvartérní aminové báze k hotovému produktu a používaných pro pojení vláknitých izolačních materiálů. Podstata uvedeného vynálezu spočívá v tom, že při přípravě těchto rezolů se jako stabilizátor použijí terciární alifatické aminy s počtem dusíkových atomů 1 až 3 a uhlíkových atomů 1 až 8 v každém alkylu a/nebo kvartérní alifatické amoniové báze s počtem uhlíkových atomů 1 až 8 v každém alkylu a v množství 0,5 až 2 % hmotnostní.

Výhodou popsaného způsobu úpravy je nejen snížení navlhavosti izolačních materiálů a odstranění nebezpečí zanášení trysek při aplikaci pojiva během výroby izolačních materiálů, ale i prodloužení jeho doby skladovatelnosti, která hraje značnou úlohu při aplikaci rezolu mimo výrobní závod. Přidané terciární aminy se během vytvrzování pojiva chemicky zabudují, obsahují-li hydroxylové skupiny, jako např. triethanolamin, nebo během vytvrzování ve značné části vytěkají, jako např. triethylamin, a nemají rušivý vliv na izolační vlastnosti vyrobených materiálů.

Jako terciární alifatické aminy s počtem dusíkových atomů 1 až 3 a uhlíkových atomů 1 až 8 v každém alkylu se zejména používá trimethylamin, triethylamin, dimethylethylamin, dimethylpropylamin, N,N-dimethylaminoethanol, N,N-diethylaminoethanol, N-methyldiethanolamin, N-ethyldiethanolamin, triethanolamin, tripropanolamin, triizopropanolamin, tetramethylethylendiamin apod. Z kvartérních alifatických amoniových bází se mohou použít vodné roztoky tetramethylamoniumhydroxidu, trimethylbutylamonium-

hydroxidu, cholinu apod. Mohou se používat samostatně nebo ve vzájemných směsích.

Předmět vynálezu je dále doložen příklady provedení.

Příklad 1

Rezol připravený kondenzací fenolu s formaldehydem za katalýzy hydroxidem sodným byl zbaven katalyzátoru pomocí slabě kyselého katexu. Získaný rezol měl tyto parametry:

obsah sušiny	43,0	% hmot.
obsah volného formaldehydu	5,0	% hmot.
obsah volného fenolu	2,15	% hmot.
mísitelnost s vodou	větší než 1 : 10	
pH	7,3	

Rezol byl stabilizován přidavkem triethanolaminu a skladován při 20 °C. Doba skladovatelnosti byla hodnocena při stanovení mísitelnosti s vodou jako doba, po kterou je mísitelnost vyšší než 1 : 9. Při rozdílném množství triethanolaminu byly získány tyto hodnoty skladovatelnosti:

% triethanolaminu/rezol	0	1	2	3
doba skladovatelnosti při 20 °C - (dny)	11	21	28	28

Příklad 2

Rezol připravený kondenzací fenolu s formaldehydem za katalýzy hydroxidem vápenatým byl zbaven katalyzátoru okyselením kyselinou sírovou a odfiltrováním vzniklého síranu vápenatého.

Získaný rezol měl tyto parametry:

obsah sušiny	43,6	% hmot.
obsah volného formaldehydu	4,85	% hmot.
obsah volného fenolu	2,21	% hmot.
mísitelnost s vodou	větší než 1 : 10	
pH	7,1	

Rezol byl stabilizován přidavkem 1,5 % hmot. triethanolaminu resp. triethylaminu. Při skladování za teploty 20 °C byly získány následující hodnoty doby skladování:

Stabilizátor	0	Triethanolamin	Triethylamin
Doba skladovatelnosti při 20 °C (dny)	10	21	28

Příklad 3

Rezol připravený kondenzací fenolu s formaldehydem za katalýzy hydroxidem draselným byl zbaven katalyzátoru přechodem přes kolonu naplněnou slabě kyselým katexem.

Získaný rezol měl tyto parametry:

obsah sušiny	42,85	% hmot.
obsah volného formaldehydu	4,5	% hmot.
obsah volného fenolu	1,95	% hmot.
mísitelnost s vodou	větší než 1 : 10	
pH	7,1	

Rezol byl stabilizován přidavkem 30 % vodného roztoku tetramethylamoniumhydroxidu v množství 1,5 % kvarterní amoniové báze z váhy rezolu. Měřením skladovatelnosti byly zjištěny následující hodnoty:

% tetramethylamoniumhydroxidu	0	1,5
dobu skladovatelnosti při 20 °C (dny)	10	29

Příklad 4

Rezol připravený kondenzací fenolu s formaldehydem za katalýzy hydroxidem draselným byl zbaven katalyzátoru okyselením kyselinou sírovou a odfiltrováním vzniklého síranu barnatého.

Získaný rezol měl tyto parametry:

obsah sušiny	42,8	% hmot.
obsah volného formaldehydu	4,75	% hmot.
obsah volného fenolu	1,92	% hmot.
mísitelnost s vodou	větší než	1 : 10
pH		7,1

Rezol byl stabilizován přidavkem směsi 40 % vodného roztoku triethylaminu s tetraethylamoniumhydroxidem v množství 2 % hmot. vztaženo na sušinu roztoku. Poměr triethylaminu a tetraethylamoniumhydroxidu ve vodném roztoku byl 1 : 1.

Měřením skladovatelnosti byly zjištěny následující hodnoty:

% směsi triethylaminu a tetraethylamoniumhydroxidu	0	2
dobu skladovatelnosti při 20 °C (dny)	11	30

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob zvýšení skladovatelnosti fenolformaldehydových rezolů připravených kondenzací fenolu nebo jeho derivátů s formyldehydem za přítomnosti hydroxidů alkalických kovů či zemin s následným odstraněním katalyzátoru buď vysrážením nerozpustné soli minerální kyselinou a filtrací nebo zachycením kationtu katalyzátoru katexem přidavkem stabilizátoru typu terciárního aminu a/nebo kvartérní amoniové báze k hotovému produktu a použitých pro pojení vláknitých izolačních materiálů, vyznačující se tím, že jako stabilizátor se použijí terciární alifatické aminy s počtem dusíkových atomů 1 až 3 a uhlíkových atomů 1 až 8 v každém alkylu a/nebo kvartérní alifatické aminové báze s počtem uhlíkových atomů 1 až 8 v každém alkylu a v množství 0,5 až 2 % hmotnostní.