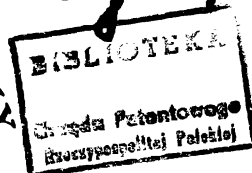


2

Warszawa, dnia 31 sierpnia 1953 r.



C08g 5/06



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35450

Kl. 39 ^{6⁵} 5/06

Stalinovy Závody, národní podnik
(Litvinov, Czechosłowacja)

Sposób wytwarzania przezroczystych żywic fenolowo-formaldehydowych

Udzielono patentu z mocą od dnia 3 lutego 1950 r.

Pierwszeństwo: 4 lutego 1949 r. (Czechosłowacja)

Przezroczyste żywice fenolowo-formaldehydowe wytwarzano dotychczas w różny sposób, w szczególności przez mieszanie rezolu, z którego starannie usuwano lotne części składowe, z rezi-
talem lub rezitem oraz przez kalandrowanie tej mieszaniny. Proponowano także stosowanie nowolaków i rezitów. Po dodaniu środków utwardzających i zmiękczających, np. kwasu stearynowego lub jego soli lub estrów, masę prasowano w temperaturze twardnienia. Wszystkie dotychczas znane przezroczyste żywice fenolowo-formaldehydowe posiadają jednak stosunkowo małą wytrzymałość na uderzenie, co zmniejsza możliwość ich stosowania do wyrobu cienkościennych przedmiotów prasowanych, np. naczyń i tym podobnych artykułów.

Stwierdzono, że można wytwarzać przezroczyste żywice fenolowo-formaldehydowe o dużej wytrzymałości na uderzenie, jeżeli nowolaki, otrzymywane najkorzystniej przez kondensację fenolu z formaldehydem przy zastosowaniu dwu-

tlenku siarki jako środka kondensującego, miesza się z ftalanem dwuualyłu jako środkiem uplastyczniającym. W ten sposób osiąga się wytrzymałość na uderzenie, wynoszącą 17 cm kg/cm², a także i większą przy dużej wytrzymałości na ciśnienie oraz bardzo dobrych innych właściwościach. Ftalan dwuualyłu korzystnie jest stosować częściowo spolimeryzowany, przy średnim stopniu polimeryzacji 1,5, w ilości około 3 %, licząc w stosunku do ciężaru żywicy. Dość znaczne zwiększenie wytrzymałości na uderzenie można przypisać powstawaniu łańcuchów przez syntezę dienową Diels-Alder'a metylenochinonów. Sposobem według wynalazku można wytwarzać żywice fenolowo-formaldehydowe o dużej wytrzymałości na uderzenie także i bez skrawków włókienniczych jako materiału wypełniającego.

Fenol można zastąpić częściowo lub całkowicie metakrezolem. Ilość dwutlenku siarki wynosi około 5—6 g na 1000 g fenolu, najkorzy-

stniej w postaci roztworu alkoholowego. Większa ilość dwutlenku siarki powoduje powstawanie zbyt twardych mas, które trudno dają się prasować. Zastosowanie roztworu alkoholowego jest korzystne z tego powodu, że nie zachodzi utlenianie na kwas siarkowy, który jako nie lotny elektrolit zmniejsza elektroizolacyjne właściwości przedmiotów prasowanych. Roztwór alkoholowy dwutlenku siarkowego może być także lepiej przechowywany aniżeli roztwór wodny, zwłaszcza w lecie, ponieważ posiada mniejszą prężność.

Przykład. 9,4 części wagowe krystalicznego fenolu miesza się z 9 częściami 30 %-ego wodnego formaldehydu i ogrzewa w temperaturze 95° — 100°C. Następnie, w ciągu 30 minut, energicznie mieszając, dodaje się 0,005 części dwutlenku siarki w postaci 10 %-ego roztworu w etanolu. Po utworzeniu się dwóch warstw, ogrzewanie prowadzi się jeszcze w ciągu dalszych 10 minut w temperaturze 130°C, po czym mieszaninę reakcyjną odparowuje się pod próżnią w ciągu 60 — 90 minut. Otrzymuje się żywicę o słabo żółtym zabarwieniu i temperaturze mięknięcia 90° — 95°C, zawierającą jeszcze 5 % wody (oznacza się za pomocą metody ksilenowej) oraz najwyżej 4 % wolnego fenolu. Otrzymany

w ten sposób nowolak mieł się z 12 % sześciometylenoczteroaminy i po dodaniu 3 % ftalanu dwuallilu prasuje się bądź też przerabia w gniotowniku. Przy tej obróbce nowolak przechodzi prawie w 75% w stan B, o czym można się przekonać z pozostałości po rozpuszczeniu w acetonie. Wodę, powstającą w czasie reakcji, usuwa się.

Ftalan dwuallilu o przeciętnym stopniu polimeryzacji 1,5 wytwarza się przez ogrzewanie świeżo oddestylowanego estru (temperatura wrzenia 180° C pod ciśnieniem 15 mm słupa rtęci) w ciągu 12 godzin do temperatury 75°C w obecności 0,3% nadtlenu benzoilu. Stopień polimeryzacji określa się przez mierzenie lepkości za pomocą wiskozymetru Ostwolda, stosując czysty metakrezol jako rozpuszczalnik.

Otrzymaną masę prasuje się w ciągu 3 minut w temperaturze 160°C pod ciśnieniem 300 kg/cm². Wytłoczony przedmiot wykazuje wytrzymałość na zginanie 1406 kg/cm² oraz wytrzymałość na uderzenie 17,3 cm kg/cm².

W celach porównawczych podane są w poniższej tablicy odpowiednie wartości przy zastosowaniu innych dotychczas używanych środków uplastyczniających:

Środek uplastyczniający	gliceryna	stearyna	poliestry glic. ftal.	ftalan dwuallilu
wytrzymałość na zginanie	1217 kg/cm ²	1727 kg/cm ²	1404 kg/cm ²	1406 kg/cm ²
wytrzymałość na uderzenie	10,4 cm kg/cm ²	13,2 cm kg/cm ²	14,5 cm kg/cm ²	17,3 cm kg/cm ²

Wartości te ustalono jako przeciętne na podstawie badania 11 prób.

Przy zastosowaniu stearyny przedmioty prasowane były mięte i łatwo traciły połysk. Wszystkie mieszaniny składały się przed kalandrowaniem ze 100 części nowolaku, 12 części sześciometylenoczteroaminy i 3 części środka uplastyczniającego. Zwiększenie ilości środka uplastyczniającego do 5 % dawało wyniki nie zadowalające, przedmioty tłoczone przylepiały się do formy, w której je prasowano, były miękkie i przy wyjmowaniu powstawały na nich rysy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania przezroczystych żywic fenolowo-formaldehydowych przy użyciu no-

wolaków oraz środków utwardzających i uplastyczniających, znamienny tym, że stosuje się nowolak wytworzony w obecności roztworu alkoholowego dwutlenku siarki jako środka kondensującego, przy czym jako środek uplastyczniający stosuje się ftalan dwuallilu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się ftalan dwuallilu częściowo spolimeryzowany, najkorzystniej o średnim stopniu polimeryzacji około 1,5, w ilości 1—4% obliczonej w stosunku do ciężaru nowolaku.

Stalinovy závody, národní podnik

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych