



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11)891734

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 14.01.80 (21) 2870796/23-05

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.12.81. Бюллетень № 47

Дата опубликования описания 23.12.81

(51) М. Кл.³

С 09 F 7/06

С 08 G 8/12

(53) УДК 667.621.
.52(088.8)

(72) Авторы
изобретения

С.С. Жечев, В.С. Каверинский, В.Б. Манеров, В.М. Костюченко,
Е.П. Панов, Г.А. Кирюхина, П.Ф. Мошков и Г.А. Щепеткина

(71) Заявитель

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФЕНОЛЬНО-МАСЛЯНОГО ПЛЕНКООБРАЗУЮЩЕГОСЯ

Изобретение относится к методам получения пленкообразующих веществ, а именно к способам получения фенольно-масляных пленкообразующих модифицированной фенольных смол растительными маслами, и может быть использовано для получения лаков, применяемых для приготовления грунтовок, красок и эмалей для окраски металлических деревянных и оштукатуренных поверхностей.

Известен способ получения фенольно-масляных пленкообразующих путем нагревания при 150-300°C алкилфенолформальдегидных смол, полученных на основе разнообразных алкилфенолов и формальдегида, с препаративными или не препаративными растительными маслами с использованием различных катализаторов модификации или без них [1].

Основным недостатком этого способа является использование в качестве исходного компонента алкилфенолформальдегидной смолы, получение которой сопряжено с целым рядом технологических трудностей, в первую очередь с образованием значительного количества промывных вод и сложностью их утилизации.

Наиболее близким к предлагаемому является способ изготовления пленкообразующего на основе алкилфеноламинной смолы, полученной с применением С₄-алкилфенолов и гексаметилентетрамина и уплотненного или необработанного растительного масла.

По этому способу фенольно-масляное пленкообразующее получают нагреванием при 240-270°C в течение 3-10 ч алкилфеноламинной смолы с растительными маслами в естественной или инертной газовой среде, при этом оптимальное содержание растительных масел в реакционной массе составляет 50-70 мас.%. Способ позволяет использовать в качестве исходного компонента алкилфеноламинную смолу, сточные воды при производстве которой не образуются [2].

Недостатком известного способа является высокая стоимость получаемого продукта. Кроме того, покрытия на пленкообразующем, изготовленном по этому способу, имеют недостаточно высокую прочность к истиранию и заметно ухудшают свои физико-механические свойства в процессе эксплуатации и после термостарения, а при содержании масел в основе менее

55 мас.% они становятся хрупкими, теряют эластичность и устойчивость к механическим воздействиям непосредственно после нанесения.

Цель изобретения - повышение износостойкости покрытий на основе фенольно-масляного пленкообразующего и сокращение расхода растительного сырья.

Указанная цель достигается тем, что в способе получения фенольно-масляного пленкообразующего путем совмещения растительного масла при нагревании с алкилфеноламинной смолой в качестве алкилфеноламинной смолы используют продукт взаимодействия смеси моноалкилфенолов и диалкилфенолов с C_8-C_{10} -алкильным радикалом при содержании диалкилфенола в смеси 0,01-20 мас.% с гексаметилентетрамином в соотношении 1:0,15-0,35.

Получение пленкообразующего по известному способу производят нагреванием алкилфеноламинной смолы с необработанным или уплотненным растительным маслом при 200-280°C (предпочтительно 220-260°C) в течение 2-20 ч (предпочтительно 4-10 ч) как в естественной, так и в инертной газовой фазе (например в токе азота). Синтез проводят как блочным, так и азеотропным методом. В качестве растительных масел используют полувсыхающие, высыхающие растительные масла типа тунгового, ойтисикового, льняного, соевого, подсолнечного, хлопкового и др. или их смеси, масла можно использовать как неуплотненные, так и уплотненные (полимеризованные или окисленные масла). Соотношение исходных компонентов для синтеза пленкообразователя - масло: смола - берут равным 25-70:75-30 (оптимальные соотношения 30-50:70-50) соответственно.

Пример 1. В реактор с мешалкой загружают 38,6 мас.% льняного масла и 16,5 мас.% алкилфеноламинной смолы (соотношение C_8-C_{10} -алкилфенолы: гексаметилентетрамин 1:0,35, содержание диалкилфенолов в исходных алкилфенолах - 0,01%) и сополимеризуют блочным методом в токе азота в течение 4 ч при 280°C. Основу охлаждают до 160°C и растворяют в 36,8 мас.% уайт-спирита для получения лака. В готовый лак перед нанесением вводят 8 мас.% сиккатива нефтенатного свинцово-марганцевого НФ-1.

Пример 2. В реактор загружают смесь 8,28 мас.% льняного и 11,02 мас.% подсолнечного масел и 35,9 мас.% алкилфеноламинной смолы (соотношение алкилфенолы: гексаметилентетрамин 1:0,25, содержание диалкилфенолов в исходных алкилфенолах - 10 мас.%) и нагревают при 250°C в течение 10 ч. Синтез проводят азеотропным методом с использованием 5%

ксилла. Основу охлаждают и приготавливают лак путем растворения в 36,8 мас.% уайт-спирита. В готовый лак перед нанесением вводят 8 мас.% сиккатива НФ-1.

Пример 3. В реактор помещают 13,8 мас.% подсолнечного масла и 41,4 мас.% алкилфеноламинной смолы (соотношение C_8-C_{10} -алкилфенолы: гексаметилентетрамин 1:0,15, содержание диалкилфенолов в исходных алкилфенолах - 20 мас.%) и нагревают при 220°C в течение 19 ч. Синтез проводят азеотропным методом с использованием 5% ксилла. Лак на основе полученного продукта получают растворением охлажденной основы в 36,8 мас.% уайт-спирита. Перед употреблением в него добавляют 8 мас.% сиккатива НФ-1.

Пример 4. В реактор загружают 22,1 мас.% хлопкового масла, окисленного до вязкости 62 с по вискозиметру ВЗ-4 при 20°C и 33,1 мас.% C_8-C_{10} -алкилфеноламинной смолы (соотношение алкилфенолы: гексаметилентетрамин 1:0,3, содержание диалкилфенолов в исходных алкилфенолах 1 мас.%). Реакционную смесь нагревают при 240°C в течение 3 ч блочным методом в естественной атмосфере.

Продукт реакции после охлаждения растворяют в 36,8 мас.% уайт-спирита. В приготовленный лак перед употреблением вводят 8 мас.% сиккатива НФ-1.

Пример 5. Загружают 23,75 мас.% бутилфеноламинной смолы и 23,75 мас.% сырого льняного масла в реактор и нагревают при 270°C до степени уплотнения основы "по плите" 85 с. Основу охлаждают до 140°C и растворяют в 47,5 мас.% смеси уайт-спирит: ксилл (1:1) для получения 50%-ного лака, перед употреблением в него вводят 5 мас.% плавящего свинцовомарганцевого сиккатива 64-6.

Пример 6. Загружают в реактор 14,25 мас.% бутилфеноламинной смолы и 33,25 мас.% льняного масла и проводят синтез и приготовление лака аналогично примеру 5.

Пример 7. В реактор, снабженный гидравлическим затвором и обратным холодильником загружают 31,3 мас.% алкилфеноламинной смолы на основе C_4 -алкилфенолов и 19,1 мас.% уплотненного подсолнечного масла (с η по ВЗ-4 136с) и нагревают при 240-245°C в течение 6 ч. После охлаждения основы до 125-130°C лак приготавливают аналогично примеру 5, растворяя основу в 44,6 мас.% смеси растворителей.

Физико-химические показатели лаков и покрытий на их основе приведены в таблице.

Как видно из таблицы, использование алкилфеноламинных смол на основе фенолов с C_8-C_{10} -алкильным радикалом позволяет повысить прочность покрытий к истиранию на 30-40% по сравнению с фенольно-масляными связующими.

Предлагаемый способ позволяет сократить расход растительных масел при изготовлении фенольно-масляных пленкообразующих по сравнению с известным на 20-40% (для оптимальных рецеп-

тур и пленкообразователей), что имеет значительную практическую ценность и дает большой экономический эффект, учитывая дефицитность масел, как сырья, и их высокую стоимость. Кроме того, покрытия на основе пленкообразователя, полученного по предлагаемому способу, по сравнению с известными покрытиями имеют лучшую эластичность и прочность к удару после термостарения, а также в случаях, когда содержание масла в основе составляет менее 55%.

5

10

Показатели	Предлагаемый способ				Известный способ		
	На уплотненном масле		На уплотненном масле		На уплотненном масле		
	1	2	3	4	5	6	7
Содержание растительного масла в нелетучей части лака, %	70	35	25	40	50	70	38
Содержание нелетучих веществ в лаке, %	59,8	60,0	59,9	59,8	50	50	53
Вязкость лака по вискозиметру ВЗ-4 при 20°C	51	105	83	96	23	21	25
Продолжительность высыхания пленки до ст.3 при 20°C, ч	22	18	12	15	12	12	12
Изгиб по шкале гибкости, мм	1	1	1	1	5	1	5
Прочность при ударе, кгс·см	50	50	45	50	35	45	5
Относительная твердость по маятниковому прибору, усл. ед.	0,25	0,46	0,65	0,40	0,67	0,20	0,68
Устойчивость физико-механических свойств пленки при термостарении при 60°C в течение 120 ч	50	50	40	50	25	40	He удер-жит
Прочность к удару, кгс·см	1	1	2	1	7	3	15
Изгиб, мм	1,31	1,50	1,43	1,56	0,98	0,92	1,01

Формула изобретения

Способ получения фенольно-масляного пленкообразующего путем совмещения при нагревании растительного масла с алкилфеноламинной смолой, отличающийся тем, что, с целью повышения износостойкости покрытий на его основе и сокращения расхода растительного сырья, в качестве алкилфеноламинной смолы используют продукт взаимодействия смеси моноалкилфенолов и диалкилфенолов с C_8-C_{10} -алкильным радикалом при со-

держании диалкилфенола в смеси 0,01-20 мас.%, с гексаметилентетрамином в соотношении 1:0,15-0,35.

Источники информации,

- 5 приняты во внимание при экспертизе
1. Патент США № 3108978, кл. 260-19, опублик. 1963.
 - 10 2. Архипов М.И. и др. Изготовление масляно-смоляных лаков с применением жидких алкилфенолов. - "Лакокрасочные материалы и их применение", 1973, № 2, с. 18-20 (прототип).

Составитель Т.Бровкина
 Редактор В.Иванова Техред И. Гайду Корректор Н. Швыцкая

Заказ 11148/37 Тираж 687 Подписное
 ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4