



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 84 01 27 (P. 245923)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 85 07 30

Opis patentowy opublikowano: 1987 11 20

Int. Cl.⁴ C08G 8/10



Twórcy wynalazku: Anna Szymczak, Jan Lichota, Franciszek Wilk,
Józef Bis

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania żywic fenolowych typu nowolakowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żywic fenolowych typu nowolakowego.

Żywice fenolowe typu nowolakowego są powszechnie znane. Wytwarza się je przez kondensację fenoli z formaldehydem w obecności katalizatora kwasowego. Tak np. w opisie patentowym brytyjskim nr 1 275 895 stwierdzono, że jako katalizator kondensacji zastosować można kwas maleinowy. W początkowym etapie kondensacja, którą katalizują kationy wodorowe pochodzące od kwasu, przebiega bardzo szybko. Ponieważ jest to reakcja egzotermiczna, to na skutek wydzielania się znacznych ilości ciepła w krótkim okresie czasu istnieje niebezpieczeństwo przegrzania mieszaniny reakcyjnej i jej wykipienia z reaktora.

Wydawało się, że zastąpienie kwasu maleinowego bezwodnikiem maleinowym, który jest surowcem znacznie łatwiej dostępnym, nie spowoduje zasadniczych zmian w przebiegu kondensacji, gdyż bezwodnik ten w obecności wody ulega szybko hydrolizie, zwłaszcza w temperaturze podwyższonej, a mieszanina reakcyjna zawiera znaczne ilości wody (wprowadzanej z formaliną).

Nieoczekiwanie okazało się jednak, że kondensacja w obecności bezwodnika maleinowego przebiega w początkowym, najbardziej niebezpiecznym etapie kondensacji znacznie łagodniej, niż przy zastosowaniu kwasu maleinowego. Zjawisko to można wytłumaczyć stopniowym wzrostem stężenia jonów wodorowych katalizujących reakcję konden-

2

sacji, powstających w wyniku powolnej hydrolizy bezwodnika maleinowego, prawdopodobnie na skutek solwatacji cząsteczek bezwodnika maleinowego przez cząsteczki fenolu lub formaldehydu.

5 Konsekwencją takiego spowolnienia reakcji w początkowym etapie, nie wywierającego w sumie wpływu na łączny czas kondensacji, jest znacznie łagodniejszy jej przebieg, dzięki czemu zmniejsza się prawdopodobieństwo przegrzania mieszaniny reakcyjnej. Węższy zakres temperatur topnienia w porównaniu z nowolakiem otrzymywanym w obecności kwasu maleinowego świadczy o tym, że żywica wytwarzana sposobem według wynalazku jest bardziej jednorodna i zawiera mniejszą ilość frakcji o dużej masie cząsteczkowej, dzięki czemu lepsze są jej właściwości przetwórcze.

10 Bezwodnik maleinowy wprowadza się w ilości 0,005—0,02 mola/mol fenolu. Jako fenole stosuje się sam fenol, krezole, ksylenole, alkilo- i arylofenole oraz ich mieszaniny. Jako źródło formaldehydu stosuje się formalinę.

15 Kondensację prowadzi się przy stosunku moliowym formaldehydu do fenolu w zakresie od 0,7 do 0,95, a korzystnie od 0,84 do 0,90.

20 Przykład I. 940 g (10 moli) fenolu i 689 g 37% formaliny (8,5 mola formaldehydu) ogrzewa się w reaktorze zaopatrzonym w mieszałkę, termometr i chłodnicę zwrotną. W temperaturze 80—85°C dodaje się 10 g (0,1 mola) bezwodnika maleinowego. Równocześnie wyłącza się ogrzewa-

3

nie. Po upływie około 10 minut mieszanina osiąga stan łagodnego wrzenia, które stopniowo zanika. Mieszaninę ogrzewa się następnie w temperaturze wrzenia w ciągu 4 godzin, po czym prowadzi się odwadnianie pod zmniejszonym ciśnieniem 10—20 kPa. Uzyskuje się 1000 g żywicy o temperaturze topnienia 73—77°C.

Przykład II. 940 g fenolu (10 moli) i 713 g 37% formaliny (8,8 mola formaldehydu) ogrzewa się w reaktorze zaopatrzonym w mieszadło, termometr i chłodnicę zwrotną. W temperaturze 85—90°C dodaje się 6 g (0,06 mola) bezwodnika maleinowego. Równocześnie wyłącza się ogrzewanie. Po upływie około 15 minut mieszanina osiąga stan łagodnego wrzenia, które stopniowo zanika. Mieszaninę ogrzewa się następnie w temperaturze wrzenia w ciągu 4,5 godziny, po czym prowadzi się destylację pod zmniejszonym ciśnieniem 10—15 kPa. Uzyskuje się 1015 g żywicy o temperaturze topnienia 68—73°C.

Przykład III. — porównawczy. 940 g (10 mo-

4

li) fenolu i 689 g 37% formaliny (8,5 mola formaldehydu) ogrzewa się w reaktorze zaopatrzonym w mieszadło, termometr i chłodnicę zwrotną. W temperaturze 80—85°C dodaje się 11,6 g (0,1 mola) kwasu maleinowego. Po upływie 5 minut mieszanina osiąga stan gwałtownego wrzenia, tak że konieczne jest chłodzenie reaktora.

Po zaniku reakcji egzotermicznej mieszaninę ogrzewa się w temperaturze wrzenia w ciągu 4 godzin, po czym prowadzi się destylację pod zmniejszonym ciśnieniem 10—20 kPa. Uzyskuje się 995 g żywicy o temperaturze topnienia 72—79°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania żywic fenolowych typu nowolakowego przez kondensację fenoli z formaldehydem w obecności katalizatora kwasowego, **znamienny tym**, że jako katalizator stosuje się bezwodnik maleinowy w ilości 0,005—0,02 mola/mol fenolu.