

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

121981

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.12.79 (P. 220985)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 03.11.80

Opis patentowy opublikowano: 15.08.1983

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.³ . C08G 8/10

Twórcy wynalazku: Zdzisław Chudziński, Bożena Górna, Józef Marzec,
Jerzy Szemiotowicz, Marian Wnuk

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Technologii Drewna,
Poznań (Polska)

Sposób wytwarzania koncentratu do produkcji żywic fenolowo-formaldehadowych rezolowych i nowolakowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania koncentratu do produkcji żywic fenolowo-formaldehadowych rezolowych i nowolakowych.

Znane sposoby otrzymywania rezolowych żywic fenolowych o wyższym stężeniu polegają na alkalicznej kondensacji fenoli (fenol, krezole, ksylenole) z 36% roztworem formaldehydu. W zależności od przeznaczenia i zakładanych właściwości fizycznych i chemicznych żywic kondensuje się je przy różnym stosunku molowym fenoli do formaldehydu oraz przy zmiennym udziale alkalicznego katalizatora, co pozwala na uzyskanie produktu o stężeniu około 50%.

W celu podniesienia zawartości suchej substancji stosuje się w dalszej kolejności oddestylowanie nadmiaru wody.

Znane sposoby otrzymywania żywic nowolakowych polegają na kondensacji w środowisku kwaśnym fenoli z 36% roztworem formaldehydu, przy niedomiarze formaldehydu. Otrzymany produkt poddaje się następnie procesowi destylacji w celu całkowitego usunięcia wody.

Niedogodnością dotychczas stosowanych sposobów jest konieczność oddestylowania wody w warunkach normalnych lub pod próżnią, w celu uzyskania produktu bezwodnego (żywica nowolakowa) lub o wyższym stężeniu (żywica rezolowa). Procesowi temu towarzyszy powstawanie ścieków zawierających wolne fenole i formaldehyd. Stosowanie 36% roztworu formaldehydu wiąże się również z transportem znacznej ilości wody, zawartej w tym składniku.

Znane są również sposoby wytwarzania żywic fenolowo-formaldehadowych rezolowych i nowolakowych polegające na dwuetapowej kondensacji fenoli i formaldehydu w środowisku alkalicznym dla żywic rezolowych a kwaśnym dla żywic nowolakowych.

Uzyskane powyższymi sposobami żywice są żywicami o wysokiej zawartości substancji suchej, jednak do ich wytwarzania stosuje się aldehyd mrówkowy w postaci stężonych roztworów, stężonych zawiesin jego polimerów w wodzie oraz wodnych roztworach formaldehydu lub ich mieszanin stałych polimerów. Wiadomo

jednak, że stężone roztwory formaldehydu w temperaturach poniżej 50°C natychmiast polimeryzują i krzepną, w wyniku czego uzyskuje się ciało o konsystencji pasty. Transport substratu do produkcji żywic fenolowo-formaldehadowych w takiej postaci jest uciążliwy i wiąże się z dużymi stratami materiałowymi, zwłaszcza przy przeładunku. Natomiast stosowanie aldehydu mrówkowego w postaci jego polimerów w mieszaninie z 36% roztworem formaldehydu (opis patentowy nr 64 104) ze względów ekonomicznych jest nieopłacalne.

Wytwarzanie żywic fenolowo-formaldehadowych na drodze dwuetapowej kondensacji (opisy patentowe 64 104, 64 105) posiada tę niedogodność, że praktyczna ich realizacja możliwa jest wyłącznie w zakładach produkujących we własnym zakresie stężone roztwory formaldehydu.

Celem wynalazku jest usunięcie wskazanej wyżej niedogodności poprzez opracowanie sposobu wytwarzania koncentratu do produkcji żywic fenolowo-formaldehadowych.

Stwierdzono, że poprzez zmieszanie w temperaturze $70\text{--}100^{\circ}\text{C}$ stężonego formaldehydu z fenolem w wysokim stosunku molowym w obecności katalizatora alkalicznego, uzyskuje się środek w postaci koncentratu fenolowo-formaldehadowego.

Sposób według wynalazku polega na tym, że formaldehyd o stężeniu 45–65% miesza się ze stopionym fenolem syntetycznym w stosunku molowym 4–8 : 1, korzystnie w stosunku 5 : 1, w obecności katalizatora alkalicznego w postaci wodorotlenku sodowego lub wodorotlenku barowego lub węglanu sodowego lub kwaśnego węglanu sodowego, przy czym stosunek molowy katalizatora do fenolu wynosi 0,01–1 : 1, korzystnie 0,02 : 1. Otrzymaną mieszaninę mieszając ciągle podgrzewa się do temperatury $75\text{--}80^{\circ}\text{C}$, po czym wyłącza się ogrzewanie. W rezultacie reakcji egzotermicznej temperatura mieszaniny wzrasta do $85\text{--}100^{\circ}\text{C}$, po czym natychmiast całość schładza się do temperatury $15\text{--}20^{\circ}\text{C}$.

Koncentrat uzyskany sposobem według wynalazku stanowi koncentrat w postaci mieszaniny metylolopochodnych wysokowzbogaconych w wolny i związany formaldehyd.

Nieoczekiwanie okazało się, że sposobem według wynalazku uzyskuje się koncentrat, który jest cieczą o niskiej lepkości, rzędu 50–100 mPas, stabilny chemicznie w okresie co najmniej 3 miesięcy.

Koncentrat charakteryzuje się niską zawartością wody w ilości 20–40%, co wpływa na zmniejszenie ilości ścieków powstających w procesie wytwarzania żywic fenolowo-formaldehadowych.

Koncentrat uzyskany sposobem według wynalazku stosuje się jako półprodukt do wytwarzania znanymi sposobami żywic fenolowo-formaldehadowych, zwłaszcza w zakładach nie wytwarzających stężonych roztworów formaldehydu.

Korzystne właściwości fizyko-chemiczne koncentratu pozwalają producentom stężonego formaldehydu na dogodne korzystanie ze stężonej formaliny w postaci opracowanego środka.

Przykład: do 100 kg 65% roztworu formaldehydu o temperaturze około 70°C dodaje się 47,7 kg stopionego fenolu syntetycznego, zmieszanego uprzednio z 1 kg 50% roztworu wodorotlenku sodowego. Całość mieszając w czasie 10–15 min, podgrzewa się do temperatury $75\text{--}80^{\circ}\text{C}$. Zachodząca reakcja egzotermiczna nie powinna wywołać przekroczenia temperatury mieszaniny powyżej $85\text{--}90^{\circ}\text{C}$. Po jej osiągnięciu należy schłodzić uzyskany koncentrat do temperatury $15\text{--}20^{\circ}\text{C}$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania koncentratu do produkcji żywic fenolowo-formaldehadowych rezolowych i nowolakowych polegający na reakcji w temperaturze $75\text{--}80^{\circ}\text{C}$ stężonego roztworu formaldehydu z fenolem przy użyciu katalizatora w postaci wodorotlenku sodowego w ilości 0,01–0,1 mola na 1 mol fenolu, z n a m i e n n y t y m, że roztwór 45–65% formaldehydu miesza się ze stopionym fenolem przy zachowaniu stosunku molowego 4–8 : 1, korzystnie 5 : 1, w obecności katalizatora w postaci wodorotlenku barowego lub węglanu sodowego lub kwaśnego węglanu sodowego, po czym po osiągnięciu przez koncentrat temperatury 100°C , gwałtownie schładza się go do temperatury $15\text{--}20^{\circ}\text{C}$.