

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

KLASA 12 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 1. DECEMBRA 1925.

PATENTNI SPIS BROJ 3314.

William Tod Junior and Company Limited, Springfield Paper Mills, Polton, Midlothian, Skotska

Poboljšanja pri postupku za izradu artikala od kondenzacionog proizvoda fenola — formaldehida.

Prijava od 14. maja 1924.

Važi od 1. januara 1925.

Traženo pravo prvenstva od 15. maja 1923. (Engleska.)

Ovaj se pronalazak odnosi na poboljšani postupak za izradu artikala od kondenzacionog proizvoda fenola-formaldehida.

Poznato je da fenol i formaldehid obrazuju kondenzacione proizvode, i da se kondenzacija vrši u trima fazama. U prvoj fazi fenol i formaldehid zajedno se zagrevaju do temperature između 50 i 60°C, i proizvod obrazuje u opšte sirupnu masu. Pri produženom zagrevanju odprilike do 100°C, proizvodi se srednji proizvod druge faze, koji je na hladnoći čvrst a plastičan u toploti. Pri svem tom proizvodi obrazovani u prvim dvema fazama rastvorljivi su u izvesnim rastvorima; proizvod se ne topi i ne rastvara u običnim rastvorima, a kiseline i baze ne nagrizzaju ga u trećoj fazi, koja se izvodi na temperaturi od prilike na 160°C pod pritiskom.

Da bi se kondenzacija ubrzala između fenola i formaldehida, kao što je poznato, upotrebljavaju se organske ili neorganske baze. Na taj način predlagano je da se upotrebi amonijak, amonijum karbonat, kaustične alkalijske ili karbonati, barijumovi hidrati, stroncijum ili kalcijum i tome slično.

Kad se izrađuju predmeti za običnu upotrebu od kondenzacionih proizvoda fenola i formaldehida, obično se upotrebljuju vlaknasti ili celularni organski ili neorganski materijali kao materijali ispune. Ili se materijal ispune impregnira sa proizvodom u obliku laka a koji je proizvod dobijen u prvoj ili drugoj

kondenzacionoj fazi fenola i formaldehida, pa se potom tako impregirani materijal izlaže toploti i pritisku u kalupima, da bi se dobio krajnji predmet, ili se kondenzacija fenola i formaldehida vrše u ili oko vlakna ili ćelija vlaknastog materijala, time, što se vlaknasti materijal impregnira sa fenolom ili formaldehidom i potom izlaže ova smeša kondenzaciji.

Utvrđeno je da se izvesni materijali ispune vrlo teško mešaju sa fenolom i formaldehidom i ne dopuštaju brzo i tačno kalupljenje i onda ako se upotrebljuju materije za ubrzanje kondenzacije, osećaju se velike teškoće pri jednostavnoj raspodeli istih kroz materijal ispune. Prema tome, kondenzacija neće biti jednostavna i gotov će se proizvod sastojati iz delova, u kojima nije bila kondenzacija, ili gde je ista vršena ali manje nego u drugim delovima. I ako se ovo ne opaža iz spoljnog izgleda gotovog predmeta, nadjeno je, da se neki delovi materijala mogu različito ponašati, s obzirom na njihove fizičke osobine, prema drugim delovima, te se otuda javljaju nepravilnosti u kompoziciji proizvoda.

Mi smo našli da se mogu dobiti potpuno jednostavni i izvanredni kondenzacioni proizvodi iz fenola i formaldehida time, što se kondenzacija između fenola i formaldehida vrši u prisustvu celuloznog materijala, koji ima bitnu sadržinu oksiceluloze i koji sadrži male količine kreča i hlorita u obliku hipohlorita.

Na primer, ako se drveni i smolasti sastojci kao lignit, smole, tanin, pektin ili tome slično, uklone iz neke trave li tome slično kuhanjem u kaustičnoj sodi, i ako se kuvani materijal potpuno natopi kuvanjem, krečom i hloritom u obliku hipohlorita, i iz toga dobivena masa polvrigne procesu filtriranja, videće se, da naj-sitniji delići koji prolaze kroz filter, (sadrže prilične količine oksiceluloze, pri čem su naj-sitniji deli i iste otvoreni i potpuno napijeni krečom i hloritom u obliku hipohlorita. Ako ovaj materijal sadrži izvesnu srazmeru gore-pomenutih hemikalija, pri sušenju i sitnjenju i metanju sa fenolom i formaldehidom i grejanju do željene temperature, izvršiće se vrlo ravnomerna kondenzacija oko i, u najsitnijim delićima pomenutog materijala.

Na taj način videće se, ako se dobivena masa samelje i sabije u kalupe i zagreje, pri ispitivanju, da se može dobiti odličan gotov predmet, čiji svi delovi imaju iste fizičke osobine, na primer, u odnosu na jačinu i dielektričke kakvoće.

Najbolji rezultati dobijaju se ako procenat kalcium oksida (CaO) leži u granicama oko 4 od sto do 8 od sto a najbolje je 7 od sto, i ako procenat hipohlorita leži u granicama između 0.5 do 7 od sto. Ovi procenti, ko-risno je, tako se udešavaju, da celokupni pro-cenat hipohlorita i kreča ne sme preći iznad 8 od sto.

Ako se utvrdi da najsitniji delići, koji pro-laze kroz filter ne sadrže traženu količinu he-mikalija, onda se oni mogu izmešati, pre su-šenja, sa kašom krečnog hlorida.

Ako se takav materijal ispuni može spravl-jati temeljnim i produženim zagrevanjem ma-terijala u obliku kaše, kojoj su pridodate he-mikalije, ovaj se materijal može naći skoro gotov u velikim količinama kao neupotrebljiv material u izvesnim fabrikama hartije.

Na primer, pri izradi estarto hartije — (od neke vrste španske trave) — ova se trava pretresena i sortirana kuva nekoliko sati u autoklavu sa parom i rastvorom kaustične sode. Ova se kaša otuča i sad potpuno nežni i vlak-nasti material izvlači i prenosi u tako zvane holendere za belenje. Ovde se pomenuta trava secka vrlo sitno. Posle nekoliko časova dodaje se rastvor krečnog hipoklorita, dobijenog lu-ženjem krečnog hlorida sa vodom. Po tretir-anju, beleći agens opere se vodom i mate-rijal se prevodi u pokretane rezervoare i naj-zad se lupa u mašinama za vreme od 8—10 časova, i odatle posle prolaza kros uzburkani rezervoar, kaša od esparto trave vodi se u mašinu za pravljenje hartije pomoću pantljike od žičane gaze. Voda, koja se cedi kroz žicu, sadrži znatnu količinu najsitnijeg delića od gore pomenute trave, i ova kaša od te trave

prolazeći kroz filter, zadržava veći deo oksii ce-luloze, u koju se preobrati esparto trava za vreme ranije obrade zajedno sa belećim agen-som koji je upiven od vlakna. U fabrikama hartije, voda, koja sadrži ostatke trave u sus-pensiji, gubi se, ali mi smo našli, da mate-rijal u suspensiji, u ovom otpatku, ima baš željene osobine za našu svrhu. Ako ona ne sadrži količinu slobodnog kreča i hipohlorita potrebnog, mi je onda otočimo u sud, u kome je otočena krečna kaša iz lužnog rezervoara i ona će onda primiti dovoljno kreča i hipohlorita, da bi ista bila podesna za naše ciljeve.

Predmet je ovom pronalasku postupak za izradu predmeta za upotrebu, budući da se ovaj postupak sastoji u kondenzaciji materija fenolnog i formaldehidnog karaktera u prisustvu celuloznog materijala, koji sadrži prilične količine oksii celuloze i kreča i hlorita u obliku hipohlorita.

Cilj je ovom pronalasku ne samo postupak za izradu predmeta potpuno jednostavnih, već i postupak za iskorišćavanje ogromnih koli-čina neupotrebljenog materijala, koje se sad ne upotrebljavaju.

Količine oksii-celuloznog materijala, koje se mogu upotrebiti u odnosu na upotrebljenu srazmeru količine fenol-formaldehida, zavise od načina mešanja, kao i od vrste i kakvoće upotrebljenog celuloznog materijala.

Srazmera može varirati u velikim granica-ma, počev od 35 od sto pa do 65 od sto i više od celuloznog materijala.

U slučaju otpadka od oksii celuloznog ma-terijala dobivenog od esparto trave, naročito ako se upotrebljava mehanička mešalica, onda su najbolje srazmere oko 60—65 od sto od celuloznog materijala i do 35—40 od sto od fenol formaldehida. Ako se upotreb-ljuje ostatak od drvene kaše, onda su sraz-mere celuloznog materijala 32—40 od sto pre-ma 60—65 od sto fenol-formaldehida.

Pri izvodjenju pronalaska, na primer sa es-parto otpatcima, valkanasta celuloza, koja se nalazi u suspensiji, i koja se sadrži u ocednoj vodi u fabrikama hartiji, naročito za hartiju od esparto trave, u kojima su upotrebljavana srestva za belenje, pri čem je pomenuta celu-loza potpuno impregnirana sa krečom i hlo-ritom, — ta celuloza se odvaja od vode ta-loženjem ili kojim drugim poznatim načinom, suši, vrlo sitno melje sa formaldehidom i fenolom u gore označenim proporcijama i za-greva odprilike do 50°C, da li se izvela pret-hodna kondenzacija dok proizvod ne dobije zrnasti oblik. Zrnasti se proizvod zatim melje sitno i sabija (presuje) poznatim načinom, u kalupnoj presi pod pritiskom i toplotom. Za izvesne svrhe predmeti se mogu kalupiti vrelo, u kom su slučaju artikli gotovi kad ostave

kalup. U drugim slučajevima (naročito onim, gde se traži velika dielektrična konstanta) predmet se kalupi na hladno ili na vrlo malo povećanoj temperaturi. Iskalupljeni predmet nosi se po tom u peć, u kojoj se suši na temperaturi od 160°C i na pritiscima od 60—100 tunti na kvadratni inč.

Poznati proizvodi dobiveni mešanjem valaknastog materijala sa fenolom i formaldehidom i podvrgavanjem smeše kondenzacija, postaju tvrdi i vrlo se teško melju, dok međutim kondenzacioni proizvodi dobiveni prema ovom pronalasku posle prve i druge taze kondenzacije nisu tvrdi i mogu se lako mleti, i pretpostavlja se, da oksid celuloza u intimnoj primesi sa krečom i hipohloritom u pom. celulozi ima naročito međumolekularno dejstvo na kondenzaciju.

Želja nam je da naglasimo da izraz tenol upotrebljavan kroz gornji opis, obuhvata sve materije, koje imaju fenolni karakter i koje su podesne za obrazovanje kondenzacionih proizvoda sa formaldehidom i tome slično. Tako isto formaldehid nije ograničen samo na isti već on obuhvata sve materije sa aldehidom, materijama, koje mogu obrazovati kondenzacione proizvode sa fenolom.

PATENTNI ZAHTEVI:

1) Postupak za proizvodnju predmeta iz fenolno-aldehidnih kondenzacionih proizvoda, naznačen time, što se sastoji u kondenzaciji između materija fenolnog karaktera i materija aldehidnog karaktera, u prisustvu celuloznih materija, koje sadrže bitne količine oksid-celuloze i kreča i hlorita u obliku hipohlorita.

2) Postupak po zahtevu 1, naznačen time što se kalcium oksid upotrebljava u granicama

od 4 do 7, 5 procenata a hipohloriti u granicama od 0.5 do 1 od sto.

3) Postupak po zahtevu 1—2, naznačen time, što se upotrebljava kalcium oksid i hipohlorit, pri čem njihova celokupna količina ne prelazi 8 od sto.

4) Postupak po zahtevu 1—3, naznačen time, što se upotrebljuju vlaknasti oksicelulozni materijali u suspensiji, koja se nalazi u ocednoj vodi u fabrikama hartije od esparto trave, u kojima se upotrebljava prah za beljenje.

5) Postupak po zahtevu 1—4, naznačen time, što se vlaknasti oksicelulozni materijali pripravljaју time, što se isti odvajaju od ocedne vode taloženjem ili kojim drugim poznatim načinom, sušenjem nataloženog materijala i mlevenjem isto vrlo sitno.

6) Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se sastoji u mešanju suhog materijala dobivenog sa formaldehidom i fenolom u propisanim proporcijama, u zagrevanju istog do 50°C, da bi se izvela prethodna kondenzacija, dok proizvod ne dobije zrnasti oblik, zatim u završnom mlevenju dobivenog proizvoda i u presovanju u kalupskim presama pod pritiskom i na toploti.

7) Postupak po zahtevu 4—6, načen time, što se celuloznom materijalu dodaje kaša od ugašenog kreča, da bi se dobila željena količina kreča i hipohlorita.

8) Postupak po zahtevu 1—7, naznačen time, što se ocedna voda skuplja, koja sadrži u suspensiji ostatke esparto trave, skuplja u jedan sud u kome je doticala krečna kaša iz lužnog rezervoara, da bi se stvorila mogućnost pom. vode da primi željene količine kreča i hipohlorita.

katu potreba. Rasvorbta ovih polaznih materijalija oksidovanjem molekulnim prisvorenjem u pepeo usljedili na različita načina, već prema tome, da li se produkt, koji se ima nastvoriti, dovede u neprednji uski dodir sa velikim množinama kislonika pomoću brzo gibane vazdušne struje, ili polagano dočirani kislonik poluču rastvorbeni proces. Od ova rastvorbena produkta mogu se dobiti rastopine, koje su upotrebljive za svrhe, dolazere u obzir za predstojaci slučaj i u svrhu obradjuju se ostaci rastvorbenog procesa ili samo vodom ili slaboskalifikum ili lako nakiseljenom vodom. Ovakvo dobivena rastopina može se upotrebiti kakova jeste, ili po prethodnoj koncentraciji ili frakcioniranju.

Tako postignuti produkti sadrže, kako se je iskazalo, jako djelovane kemičke tvrti. Ovi sadrže prema okolnostima samponoviseće alkalijske i — kako je ranije spomenuto — sjepe

100 g. kroma jednog smeđeg ugljena, koji se lakažu analize kroz skoro slobodni od hlora i siromasti na kalcium, smelju se i pretvora u krupni prah, pošto su izrečtane eventualna još drvene primjesa. Na to se više puta izmješa s vodom najbolje u toplini i opet istisne i ugljeni prah ostati. Sada se odredi sadržina na stalnim ekstraktima, na to upepeži i pepeo s vodom potpun ekstrahiru kod obične temperature. Oprezna koncentrirana rastopina, odu, zaka supstancia upotrebljuje se izvani kao tekodje linetra u svrhu djelovanja na stanice i promjenu stančevine.

Primer 2.

Prema primjeru 1 dobiveni izloženi prah ugljena pomjesa sa jednakim djelovima nataloženog ugljenog praha, čija analiza poja-

