

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 22(3)

IZDAN 1. OKTOBRA 1923.

PATENTNI SPIS BR. 1330.

Bakelite-Gesellschaft m. b. H., Berlin i D-r Richard Hessen, hemičar, Erchner kod Berlina.

Postupak za zgotavljanje rastvorljivih i rastopljivih kondezovanih produkata od fenola i formaldehida.

Prijava od 25. marta 1921.

Važi od 1. januara 1923.

Pravo prvenstva od 1. marta 1920 (Nemačka.)

Poznato je, da pri kondenzaciji fenola sa formaldehidom, prema tome, kakovi su uvjeti, mogu nastati dvije vrste smole. Prvo smole, koje ne prelaze u nerastopljivu masu kad se ugriju (novolak). Drugo smole, koje prelaze u nerastopljivu masu kad se ugriju (rezoli). Kod zgotavljanja rezola može se dogoditi, da se ne poluči, da se može smljeti u prah. Predugo i ponovno pretaplanje produkata, može prouzrokovati opasnost, da odviše brzo pređu u nerastopljivi konačni produkt. Boje, kojima se hladnim putem bojadiše i politure, omekšaju lako pri grijanju i mogu se potom ljepiti.

Po ovome postupku dobijaju se rezoli i novolakovi, koji se odlikuju time, što imaju visoku tačku topljenja lako se smliju u prah, bez mirisa su i posjeduju visoku postojanost prema svjetlu.

Postupak se sastoji u tome, što se na poznati način kondenzuju fenoli i aldehidi sa kondenzirajućim sredstvima koja bazisno djeluju i pošto su se stvorili rezoli puste se da djeluju kiseline ili kiselo djelujuće tvari u takovoj količini ili koncentraciji, da bude količina baza sasvim ili najvećim dijelom vezana ili da ne pospješuje stvaranje tvorba rastopljivog, i rastopljivog produkta, te da se onda daljnim grijanjem prouzrokuje pretvaranje.

Jedan uvjet postupka jeste, da nema toliko suviše kiseline, da bi prouzrokovala postanak nerastvorljivih i nerastopljivih konačnih produkata. U gore označenim gra-

nicama, mogu se upotrebiti različite količine kiseline, te se tako postižu i različiti rezultati. Prema količini kiseline mogu se dobiti novolakovi, koji se ne mogu pretvoriti u nerastopljive, nerastvorljive konačne produkte ili se mogu dobiti rezoli, koji se još mogu pretvoriti u konačne produkte.

Izvođenje postupka događa se primjerice ovako:

Najprije se kondenziraju fenoli i formaldehidi sa bazisno djelujućim tvarima. Ovoj reakcionoj mješavini ili odjeljenom i od vodnaste tekućine, rastopljenom ulju ili neč dobivenoj smoli dodaje se kiselina ili kiselo djelujuće tvari u tolikoj količini, da je baza većim dijelom ili potpuno vezana, ali da se ne nalazi toliko kiseline, koja bi pri daljnjem djelovanju ili grijanju prouzrokovala stvaranje rezita. Mješavina se može, već prema stupnju kondenzacije, koji dobije mješavina, odmah ispariti ili se može još neko vrijeme ugrijati. Zatim se odijeli smola od tekućine ili se tekućina ispari, smola se opere i s njom se postupa na uobičajen način za preradu smole. Količina kiselina ili kiselih tvari, koje se dodaju, ravnaju se prema tome, da li se hoće da dobije rezolova smola, koja može otvrdnuti ili novolakove smole, koje se ne daju otvrdnuti. Ako je količina kiseline jednaka ili manja od one, koja je potrebna za neutralizaciju cijele količine baze, tada nastaju rezoli. Ako se naprotiv neutralizacija prekorači, pri čemu se ne smije upotrebiti više kiseline, nego li je potrebno za

stvaranje rezita, dobije se novolak. Količina kiseline proračuna se po upotrebljenoj količini baze, pri čemu se mora računati i ona količina baze koja se odstrani ako se vodenasta tekućina odijeli od odijeljenog ulja ili smole.

Količina kiseline, koja se upotrebljuje zavisi djelomično od karaktera kiseline. Ako se upotrebi kiselina sa niskom elektrolitičkom disocijacionom konstantom, tada imaju smole i ako se upotrebi srazmjerno veća količina, još uvijek karakter rezola, a da se ne treba bojati, da bi se načinili reziti. Ako se upotrebi hlorovodonična kiselina ili sumporna kiselina, smije se ići samo do neutralizacije i mora se paziti, da se ne upotrebi previše, da mogu nastati rezoli, a ne reziti. Naprotiv može se pri upotrebi oksalne kiseline, limunske kiseline i slične, upotrebiti i više od iste.

Upotrebljene kiseline mogu biti anorganske ili organske prirode, te u čvrstom, tekućem i plinovitom stanju (n. pr. sumporasta kiselina kao plin). Mogu se upotrebiti, i kiselu djelujuće tvari na pr. alkalibisulfat, kiseli fluorovodonični kiseli kalijum ili natrium. Betain — hlorni hidrat, kiseli hloridi i slično.

Kao fenoli mogu se upotrebiti fenol C_6H_5OH , krezoli kao karbolno kiseli o —, m — ili p — krezol i ostale homologe. Kao aldehid mogu se upotrebiti formaldehid i njegovi polimeri, kao paraformaldehid i njegovi polimeri, kao paraformaldehid, trioksemetilen (u njegovim različitim modifikacijama) heksametilentetramin.

Rezoli, koji se po ovom postupku dobiju, imaju veću tačku topljenja, nego oni, koji se zgotove na poznati način sa bazama ili kiselinama. Tvrdina smola je takođe veća od onih, koje se zgotovljavaju na drugi način. Produkti su skoro bez mirisa. Rastvori smole u lako rastvornim topivim srestvima kao u alkoholu, mogu se upotrebiti kao lakovi i politure i daju se isvršno upotrebiti mjesto šelaka. Unatoč visoke tačke topljenja i tvrdine, mogu se rezoli više puta pretopiti, a da ne pređu u nerastopivo i nerastaljivo stanje. Stvaranje nerastvorljivih i nerastopljivih konačnih produkata, nastaje istom kod mnogo duljeg i jačeg grijanja, nego kod običnih rezola. Reziti su jako postojani na svjetlu, te su mehanički čvrsti i izvrsna su izolaciona srestva.

Novolakovi, koji koji se dobiju na taj način jako su postojani na svjetu i imaju visoku tačku topljenja. Dobitak smole je veći nego kod ostalih načina, očigledno pošto stupa u reakciju lako vezani ili nevezani fe-

nol odnosno aldehid, koji je na poznat način, a pri iskuvavanju isparuje.

Po jednom načinu dodavala se je početnim kondenzirajućim produktima, koji se dobiju pomoću bazisnih ili neutralnih soli, tolika količina kiseline, odnosno u tolikoj koncentraciji, da je uslijedilo pospješeno pretvaranje u nerastvoran i nerastvorljivi produkt. Način, o kojem se ovdje govori razlikuje se od toga, kiseline i vremenom kao i načinom njezinog djelovanja.

Po jednom drugom načinu prekida se alkalička kondenzacija, početni kondenzirajući produkt se pretvori u rastvor i tada se neutrališe sa organskom, u vodi nerastvorljivom kiselinom (stearinska kiselina, kalafonijum), da se dobiju teško rastvorljive ili nerastvorljive soli. Time se ne može postići povišenje tačke topljenja, tvrdine i slično, kao po ovome načinu. Po načinu američanskog rukopisa patenta 1, 111.288 pretvori se dobiveni početni kondenzovani produkt, koji se dobije s bazom ali alkalioksidom odnosno hidrok- sidom u rastvor i tada se izluči kondenzirajuće srestvo dodatkom sumporne kiseline ili ugljene kiseline, odnosno učini se neškodljivo tvorbom električno izolirajućem solju.

Po načinu, o kojemu se ovdje govori ne upotrebljuju se samo kiseline, koje daju s bazama nerastvorljive tvari. Kiseline se isto ne dodaje rastvorima početnih kondenzovanih produkata, nego samim početnim kondenzovanim produktima.

Primer 1.

110 dijelova tekućeg fenola 85 dijelova 40% formaldehida sa 2 dijela natriumkarbonata (kristaliziranog) grije se po prilici 25 minuta, zatim se doda 1 dio oksalne kiseline rastvorene u vodi i ugrije se dok se ne odijeli. Odijeljena smola se opere i ispari. Dobivena smola je rezol. Isparena smola je opora, bez mirisa, daje se lako smljeti u prah i rastvara se i u alkoholu i u acetonu.

Primjer 2.

100 dijelova krezola D. A. B. 4;80 dijelova 40% — nog formaldehida sa 2 dijela 18% — nog amonijaka, grije se kao u prvom primjeru 40 do 45 minuta, zatim se sa 8.2 dijela 10% ne fluorovodonične kiseline spoji, grije se po prilici 15 minuta i odijeljena smola se opere i ispari. Dobivena smola je novolak. Isparena smola je opora, lako se daje smljeti u prah rastvorna je u acetonu i u alkoholu.

Primjer 3.

100 dijelova krezola D. A. B. 4;80 dijelova 40% — nog formaldehida sa 3 dijela

18% — nog amonijaka, grije se po prilici 45 minuta i zatim se sa 12 dijeloma 30% — nog kalijum bisulfatovog rastvora spoji i po prilici 10 minuta grije, odijeljena smola se opere i ispari. Dobivena smola je rezol. Isparena smola je bez mirisa, tvrda lako se smelje u prah i rastvorna je u alkoholu i u acetonu.

Primjer 4.

110 dijelova, rastvorenog fenola 65 dijelova 40% — nog formaldehida sa 10 dijelova 10% ne kalijumove lužine djeluje 20 minuta. Zatim se doda mješajući 1.6 dijelova benzoilhlorida i pusti se da reagira dok se odijeli, te se odijeljena smola opere i ispari. Nastala smola je novolak. Isparena smola je jako tvrda, čvrsta i bez mirisa, lako se daje smljeti u prah i rastvorna je u acetonu i u alkoholu.

Primjer 5.

100 dijelova krezola D. A. B. 4;75 dijelova 40% — nog formaldehida sa 2 dijela 18% — nog amonijaka grije se 45 minuta, zatim se mješajući tako dugo dodaje sumporni dioksid, dok odijeljena voda kiselo reagira i iza tog ponovno 10 minuta grije. Nastala smola je novolak. Isparena smola je bez mirisa, tvrda, dobro se daje smljeti u prah i rastvorna je u alkoholu i u acetonu.

Primjer 6.

110 dijelova rastopljenog fenola, 26 dije-

lova triksimetilena sa 2 dijela natrijum karbonata (kristaliziranog) grije se po prilici 15—20 minuta, zatim se doda 2.5 dijela oksalne kiseline rastvorene u vodi i ugrije se ponovno dok se odijeli, odijeljena smola se opere i ispari. Nastala smola je novolak. Čvrsta smola je bez mirisa, tvrda, lako se daje stucati u prah i rastvorna je u alkoholu i u acetonu.

PATENTNI ZAHTEVI:

1.) Postupak za zgotovljavanje rastvornih i rastopljivih kondesovanih produkata od fenola i formaldehida pomoću bazisno djelujućih kondenzirajućih srestava, naznačeno time, što se poslije djelovanja baza dodaju kiseline ili kiselo djelujuće stvari u tolikoj količini, koja nije dovoljna da bi prouzrokovala pretvaranje u rezite.

2.) Način izvodjenja po zahtevu 1.), naznačen time, što se kiselina i kiselo djelujuće tvari upotrebljuju u kiselini, koja ne prekoračuje neutralizirajuću količinu, u svrhu dobivanja smola, koje otvrdnjuju (rezoli).

3.) Način izvodjenja postupka po zahtevu 1.), naznačen time, što se kiseline ili kiselo djelujuće tvari dodaju u većoj količini nego što je potrebno za neutralizaciju baza, ali u manjoj količini nego što je potrebno za neposredno stvaranje nerastvorljivih i nerastopljivih konačnih produkata, da se tako dobiju smole, koje ne otvrdnjuju (novolakovi).

