



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

199208

(11)

(B2)

(22) Přihlášeno 30 01 76
(21) (PV 612-76)

(40) Zveřejněno 31 08 79

(45) Vydáno 15 05 83

(51) Int. Cl.³

C 08 G 61/24

C 08 G 61/28

COB 12/12
COB 12/12
COB 04/04
COB 61/58

(72)

Autor vynálezu

BONNINGTON MICHAEL GLYNN, SEDGLEY (Velká Británie)

(73)

Majitel patentu

BRITISH INDUSTRIAL PLASTICS LIMITED, MANCHESTER
(Velká Británie)

(54) Způsob výroby vytvrzeného bezcelulóзовého plnivového materiálu na bázi aminové pryskyřice

1

Vynález se týká způsobu výroby vytvrzeného bezcelulóзовého plnivového materiálu na bázi aminové pryskyřice, vhodného pro použití v termosetické tvářecí kompozici.

V britském patentu č. 1 136 260 je popsáno použití rozmělněné aminové pryskyřice jako plniva ve vytvrzovatelné pryskyřičné směsi, která se vytvrzuje bez uvolňování těkavých látek.

V německém patentovém spise DOS 2 415 762 je dále popsáno použití částic aminové pryskyřice jako matovacího činidla při přípravě povlaků. Švédský patent č. 319 004 konečně popisuje přípravu jemného prášku vytvrzené melaminoformaldehydové pryskyřice a zmiňuje se o jejím použití jako plniva v pryžích nebo pryskyřičných kompozicích.

Plnivové materiály popisované v uvedených spisech jsou všeobecně získávány vysrážením z vodného systému, obsahujícího povrchově aktivní činidlo nebo ochranný koloid, a jelikož jsou velmi jemně rozmělněny, mají velmi nízkou schopnost absorbovat vodu. Plniva vyrobená tímto způsobem nemohou být používána pro přímou náhradu celulózy při normální výrobě tvářecích práškových kompozic, neboť jejich velmi nízká schopnost absorbovat vodu ovlivňuje zpracovávání materiálu.

2

V německých patentových spisech DOS 2 322 617 a 2 310 408 je popsán způsob přípravy plniv na bázi vytvrzených močovinoformaldehydových pryskyřic rozkladem pěny a vysrážením. V prvním případě má získané plnivo schopnost absorbovat vodu menší než 2 ml/g a ve druhém nad 2 ml/g. V obou případech se při přípravě plniva používá povrchově aktivní činidlo.

Rozklad pěny je nevýhodným způsobem přípravy plniva, neboť použití povrchově aktivního činidla vede k obtížím s pěněním v potřebném míchaném systému a k obtížnému ovládnutí jeho koncentrace v reakční směsi. Nadbytek povrchově aktivního činidla ve výrobku je zjevně nežádoucí.

Podstatou vynálezu je způsob výroby vytvrzeného bezcelulóзовého plnivového materiálu na bázi aminové pryskyřice, vhodného pro použití v termosetické tvářecí kompozici, při kterém se podle vynálezu vytvoří vodný systém bez povrchově aktivního činidla o pH nižším než 4, obsahující močovinoformaldehydovou nebo melaminoformaldehydovou pryskyřici nebo látky, z nichž se tyto pryskyřice získávají, a kyselý katalyzátor, přičemž se systém míchá k získání suspenze vytvrzené aminové pryskyřice ve vysrážené částicové formě a obsah vysrážené aminové pryskyřice v systému se udržuje na

stupni nižším než 20 hmot. %, přičemž suspenze vytvrzené aminové pryskyřice se filtruje nebo odstřeďuje pro oddělení vysrážené aminové pryskyřice a vysrážená aminová pryskyřice se neutralizuje a potom suší na částicové plnivo.

Obsah vysrážené aminové pryskyřice se s výhodou udržuje ve vodném systému tak, že se během vysrážení řídí teplota vodného systému. Množství pevných vysrážených částic aminové pryskyřice se s výhodou podle vynálezu ovládá ve vodném systému řízením obsahu pevných výše uvedených reakčních složek.

Takto řešený způsob podle vynálezu odstraňuje výše uvedené nedostatky známého stavu techniky tím, že umožňuje získat plnivo se schopností pohlcovat vodu, odpovídající potřebám obvyklých způsobů vytváření tvářecích práškových směsí, a vylučuje nutnost používat povrchově aktivního činidla.

S výhodou tvoří vytvrzovatelnou aminovou pryskyřici používanou ve způsobu podle vynálezu jako močovino-formaldehydová pryskyřice zvláště taková, kde je poměr mezi močovinou a formaldehydem před vytvrzováním v rozmezích 1:1,2 až 1:1,8; s výhodou částicová močovino-formaldehydová nebo melamin-formaldehydová složka má povrchovou plochu BET nižší než 10 čtv. metrů na gram, a ještě výhodněji méně než 1 čtv. metr na gram, a způsobilost pohlcovat vodu od 1,0 až 6,0 ml/g, přičemž výhodnějším stupněm je schopnost pohlcovat vodu v rozmezí 1,5 až 2,5 ml/g.

Výhodný materiál plniva tvoří močovino-formaldehydová pryskyřice s poměrem močovina:formaldehyd v molárním vztahu po vytvrzení od 1:1,0 do méně než 1:2,0 (to znamená, že poměr mezi močovinou a formaldehydem činí méně než 1:2,0 a plnivo má reaktivní $-NH$ -skupiny).

Částicový materiál močovino-formaldehydový nebo melamin-formaldehydový může tvořit úhrn plniva pro tvářecí kompozici nebo může být jednou ze složek plniva tvořeného z několika složek a výborně se používá jako částečná nebo úhrnná náhražka běžného obsahu plniva tvořeného celulózu v běžných aminových pryskyřičných tvářecích materiálech, obsahujících jako plnivo celulózu.

Plnivo může tvořit 15–80 hmot. % tvářecí kompozice a může představovat 1–100, s výhodou 30–100 hmot. % vztaženo na úhrnnou hmotnost plniva, částicového močovino-formaldehydového nebo melamin-formaldehydového materiálu.

Je výhodné vyrábět částicový močovino-formaldehydový nebo melamin-formaldehydový materiál postupem, při němž se vytváří vodný systém o hodnotě pH nižší než 4 a který obsahuje močovino-formaldehydovou nebo melamin-formaldehydovou pryskyřici nebo látky, které jsou prekursory pro výrobu těchto pryskyřic, a kyselý katalyzátor, přičemž se systém míchá k

vytvoření suspenze obsahující vytvrzený materiál aminové pryskyřice ve vysrážené částicové formě a udržuje se obsah vysrážené aminové pryskyřice v systému tak, aby byl nižší než 20 hmot. %.

Aminová pryskyřice, již se používá k získání vysrážené částicové hmoty, může být tvořena jakýmkoli aduktem nebo kondenzátem močoviny nebo melaminu a formaldehydu, jež byly vyrobeny mimo vodný systém. Jako alternativu lze pryskyřici vytvářet také in situ ve vodném systému tak, že se v reakční nádobě vytvoří vodný roztok aminové sloučeniny nebo formaldehydu a do roztoku se přidá formaldehyd nebo aminová sloučenina, s výhodou také ve vodném roztoku, nebo lze také vytvářet pryskyřici in situ tak, že se kombinují oddělené roztoky obsahující aminovou sloučeninu a formaldehyd za přivádění do reakční nádoby.

Dodatečnou reakcí doplňku, který tvoří ethylenglykol, glycerin nebo kaprolaktam, je možné vytvořit modifikované formy vysrážené aminové pryskyřice. Alternativně je také možno modifikovat vysráženou hmotu dodatečným působením modifikující složky, například epichlorhydrinu. Vysrážená aminová pryskyřice obvykle neobsahuje další plnivo.

Vysrážená aminová pryskyřice v pevné formě ve vodném systému tvoří s výhodou 5 až 20 hmot. % úhrnu, ještě výhodněji 6,0 až 18 hmot. % a ještě výhodněji od 9 do 12 hmot. %.

Molární poměr močoviny k formaldehydu na začátku vytvrzovací reakce je s výhodou alespoň 1:1,1 a více, s výhodou v rozmezích 1:1,3 až 1:2,2, a ještě výhodněji od 1:1, do 1:1,6. V případě, že se použije melaminu, se s výhodou tyto vztahy poměrově obmění.

Vodný systém se s výhodou udržuje na teplotě v rozmezí od 20 do 80 °C během vysrážení aminové pryskyřice. Teplota, stupeň míchání, jímž se působí na systém, molární poměr aminové sloučeniny k formaldehydu, stupeň kyselosti a stupeň zředění systému vesměs mají význam při ovlivňování povahy výsledné vysrážené částicové hmoty, alespoň pokud jde o jejich hydrofilní vlastnosti, to jest pokud jde o způsobilost k absorpci vody.

Za účelem získání částicové vysrážené hmoty místo gelu nebo pevné blokové močovino-formaldehydové nebo melamin-formaldehydové pryskyřice je nutné řídit obsah vysrážených pevných částic v systému. Toto je závislé na teplotě a bude proto nezbytné používat nižších teplot, jestliže přítomná pevná hmota má vyšší reaktivnost, aby se udržel systém v kapalném stavu, nebo může být nezbytné používat vyšších teplot, jestliže jde o pevné látky s nižší reaktivností, a to v rozmezí výše uvedených teplot, aby se dosáhlo požadované schopnosti absorbovat vodu ve vysrážené částicové hmotě. Jestliže obsah pevných látek je přibližně 19 %, může být například nutné snížit teplotu na přibližně

0 °C nebo méně, aby se zabránilo vytvoření souvislé hmoty nebo alespoň hmoty takové, kterou by nebylo možno míchat.

S výhodou se postupuje po šaržích, lze však postupovat i kontinuálně, jestliže se vysrážené částice aminové pryskyřice mohou, co se týče množství, udržovat na množství nižším než 20 hmot. % seřízením teploty a dále ováděním vysrážené hmoty ze systému při jejím tvoření, nebo tak, že ovládá a řídí obsah reaktivních pevných látek v systému.

Pod pojmem „obsah reaktivních pevných látek“ se rozumí obsah složek v systému, které vzájemně chemicky reagují k vytvoření vytvrzeného produktu, a proto pod tento pojem nespadá obsah kyselého katalyzátoru a obsah jakéhokoliv jiného chemicky neaktivního materiálu, který by mohl být přítomen.

Vysrážená hmota se může oddělovat z vodného systému odvodňováním, jako například jednoduchou filtrací nebo odstředováním, a vodná složka systému může být zpětně uváděna do oběhu a aminová sloučenina a/nebo formaldehyd a/nebo aminoformaldehydová pryskyřice se může přidávat, je-li to nutné, aby se obsah reaktivních složek přivedl zpět na požadovanou hladinu. Vysrážená hmota nemusí a ve skutečnosti také zřídka může mít stejný molární poměr mezi aminovou složkou a formaldehydem, jaký byl ve vodném systému, ve kterém vzniká. Vysrážená složka se může promýt a sušit a přímo použít. Jako alternativa je možno vysráženou složku, popřípadě promytou nebo promytou a vysušenou, neutralizovat bází, například dispergováním ve vodě a přidáním vypočteného množství báze. Neutralizovaná vysrážená hmota se může znovu filtrovat, promýt a vysušit před použitím.

Vysrážená hmota se získává, pokud se dbá výše uvedených podmínek, ve formě volných aglomerátů částic přibližně kulovitých, neporezních, vytvrzených, neobsahujících plnivo, o středním průměru přibližně 0,5 až 5 μm s povrchovou plochou nižší než 1 m^2/g , přičemž tyto částice jsou tvořeny v podstatě plně zesíťovanou aminovou pryskyřicí s methylovým obsahem nižším než 2 %, což znamená, že pryskyřice je přibližně z 98 % zesíťovaná.

Podle výhodného postupu se močovina rozpustí ve vodném roztoku formaldehydu a uvádí v reakci při 30 až 40 °C a pH 7 až 9 po dobu 1 hodiny. Tyto podmínky nemají rozhodující význam pro následnou výrobu částic

a přítomnost jiné sloučeniny v pryskyřici obvykle neovlivňuje tento postup.

Pryskyřice se rozředí vodou a přidá se kyselina k vysrážení částic. Po reakční době se suspenze odstředí a filtrát se vrací do další zředěné pryskyřice. Takto získaný produkt se smíchá s bází k dosažení neutralizační zbytkové kyselosti a pak se suší.

Dále se uvádějí hodnoty pro jednotlivé parametry:

molární poměr mezi močovinou
a formaldehydem v pryskyřici 1:1,33

obsah vytvrzených pevných složek ve srážecí nádobě	asi 9 hmot. procent
přísada kyseliny	1 hmot. % 65% kyseliny H_3PO_4
pH v reakční nádobě	2 až 2,5
reakční doba	45 min
reakční teplota	45 °C

Je třeba poznamenat, že tímto popsaným způsobem se získává částicový močovino-formaldehydový materiál, který se po vysušení může přímo použít jako plnivo do vytvrzeného systému aminové pryskyřice, aniž je třeba jakéhokoliv rozměňování, například kulovým mlýnem nebo jiným mlecím postupem.

Bylo dále s překvapením zjištěno, že tento materiál, který není vláknité povahy, se může použít místo celulózy jako plnivo v tvářecích hmotách bez význačné ztráty jakékoliv výhodné vlastnosti tvářecí hmoty nebo předmětů z ní vytvářených.

Následující příklady vysvětlují výhodná provedení vynálezu, přičemž díly a procenta jsou hmotnostní, pokud není uvedeno nic jiného. Příklady 1 až 7 vysvětlují výrobu materiálu používaného jako plniva podle vynálezu s bližším vysvětlením v následujících příkladech.

Příklad 1

Vyrobila se řada vytvrzených celulózu neobsahujících částicových močovino-formaldehydových pryskyřic tak, že se napřed vytvořily základní roztoky v různých poměrech močoviny a formaldehydu, jak je uvedeno dále.

Tabulka 1

Základní roztok	močovina:formaldehyd molární poměr (reaktivní pevné látky)	dílů močoviny	dílů 36% formaldehydového roztoku
A	1:1,3	600	1083
B	1:1,4	600	1167
C	1:1,5	600	1250
D	1:1,6	600	1330
E	1:1,9	600	1580
F	1:2,2	600	1834

Tyto roztoky se mohou ředit podle potřeby. Tak u roztoků například s 6% obsahem reaktivních pevných látek množství základního roztoku pro zředění na 4,0 l je:

Základní roztok:	Množství v g:
A	407
B	416
C	423
D	425
E	447
F	463

Každá reakční směs (neboli vodný systém) tvořená 4 litry kapaliny obsahovala 40 ml roztoku 65% kyseliny fosforečné. V každém případě se systém míchal 2 hodiny za požadované teploty k vytvoření suspenze a pak se suspenze filtrovala k odstranění vytvrzeného močovino-formaldehydového materiálu, který se vytvořil jako částicová vysrážená hmota. Vzorek každé vysrážené hmoty se vysušil v peci při 110 °C, pak se zkoušel na stupeň schopnosti absorbovat vodu hnětením na skleněné desce za přikapávání vody a schopnost absorpce se definovala jako ma-

ximum objemu vody absorbované jedním gramem materiálu bez oddělování vody podle vizuálního zjišťování. Provedla se dále neutralizace vysrážené hmoty tak, že se provedla nová disperze vysrážené hmoty ve vodě při 85 °C za míchání po tři hodiny a během této doby se přidával uhličitán vápenatý tak, aby se pH nové suspenze upravilo přibližně na 7,0. Neutralizovaná vysrážená hmota se znovu filtruje a vysuší a způsobilost absorbovat vodu se u každého vzorku zjišťuje výše popsaným způsobem. Výsledky jsou v tabulkách II a III a údaje o schopnosti absorbovat vodu v zvěrkách se týkají vzorků neutralizovaných materiálů.

Pod pojmem „prakondenzace“ se rozumí kondenzace provedená s bezprostředními prekursorů v koncentrovaném roztoku pod zpětným chladičem před okyselením systému k vysrážení vytvrzované částicové hmoty.

Poměr mezi močovinou a formaldehydem u každého z neutralizovaných produktů se pohybuje v rozmezí 1:1,25 až 1:4,0. Povrchové plochy BET u těchto materiálů bylo obtížno stanovit, byly však vesměs nižší než 1 m²/g.

Tabulka II

Stupeň předkondenzace	0	42 sekund*		
obsah reaktivních pevných složek %	6	18	6	18
poměr močoviny k formaldehydu	schopnost absorpce (ml H ₂ O/g)			
1:1,3	3,6 (2,2)	3,8	3,4 (4,2)	2,8
1:1,6	5,2 (2,3)	4,2	7,4 (4,1)	4,6
1:1,9	3,6 (2,4)	5,1	7,9 (3,6)	4,4
1:2,2	4,6 (3,0)	4,5	7,9 (5,5)	4,7

V této tabulce je vyjádřen účinek na vysráženou práškovou hmotu vzniklou při předkondenzování reaktivních složek, po němž dochází ke srážení za teploty 25 °C.

*] Měřeno pomocí normalizované trubice „E-tube“ (viskozita vyjádřená v sekundách) podle britské normy 188.

Tabulka III

Stupeň předkondenzace	0		42 sekund (E-tube)	
obsah reaktivních pevných složek %	6	18	6	18
poměr močoviny k formaldehydu	schopnost absorpce (ml H ₂ O/g)			
1:1,3	5,0 (1,9)	5,1	3,5 (6,3)	6,0
1:1,6	4,1 (2,6)	6,3	8,3 (4,8)	6,3
1:1,9	5,5 (3,0)	7,0	8,6 (5,6)	5,3
1:2,2	6,5 (4,1)	6,0	7,2 (5,8)	5,9

Tabulka vyjadřuje účinek na vysráženou práškovou hmotu vzniklou při předkondenzování reaktivních složek, při němž dochází ke srážení za teploty 55 °C.

Příklady 2 až 4

Močovina se rozpustí ve vodě a smísí s vodným formaldehydem k vytvoření vodných reakčních systémů za teploty místnosti, jak uvedeno v tabulce IV, přičemž obsah

reaktivních pevných látek v každém případě se udržoval na 10 % tak, aby obsah vysrážených pevných látek byl nižší než 10 %. Bezprostředně se jako katalyzátor přidávalo 1 hmot./obj. % 65% kyseliny fosforečné a nechá se tvořit sraženina vytvrzené močovino-formaldehydové pryskyřice po dobu 2 hodin za míchání a za podmínek uvedených v tabulce IV. Neutralizovaná sraženina se vysuší při 90 °C za 16 hodin v peci nastavené na teplotu 110 °C.

Tabulka IV

Příklad	Podíl vody ve vysušených částicích (v %)	Pohlcování vody ve vysušených částicích (ml/g)	Molární poměr močovina: formaldehyd	Podmínky míchání
2	13,4	3,0	1:1,3	50 ot/min
3	10,0	4,5	1:1,6	50 ot/min
4	10,0	1,7	1:1,3	vysokorychlostní míchadlo Silverson

Příklady 5 a 6

Postupuje se jako v příkladech 2 a 3, s obměnou, že se vodný reakční systém nechá v klidu bez míchání 2 hodiny k vytvoření

prekondenzátu pryskyřice před přidáním kyselého katalyzátoru. V tabulce V jsou uvedeny výsledky u produktů neutralizovaných způsobem výše uvedeným.

Tabulka V

Příklad	Podíl vody ve vysušených částicích (v %)	Pohlcování vody ve vysušených částicích (ml/g)	Molární poměr močovina: formaldehyd	—
5	3,5	3,2	1:1,9	—
6	8,0	2,2	1:1,2	—

Příklad 7

Běžný typ močovino-formaldehydové pryskyřice s molárním poměrem močoviny k formaldehydu 1:1,6 (pryskyřice BU 700 — výrobek firmy British Industrial Plastics Limited) se zředí vodou k získání vodného systému, který obsahuje reaktivní pevné složky v množství 10 %, a 1 hmot./obj. % 65% kyseliny fosforečné se přidá jako katalyzátor. Suspenze pevného obsahu méně než 10 hmot. % se získá způsobem jako v předcházejících příkladech. Vysušená vysrážená

hmota obsahuje 16,5 % vody a má schopnost absorbovat 3,0 ml vody/g po výše popsané neutralizaci.

Ve všech příkladech 2 až 7 byla plocha povrchu BET produktu nižší než 1 m² a střední průměr částic byl přibližně 2 μm.

Příklady 8 až 21

Vyrobí se tvářecí práškové hmoty, z nichž část je na bázi formaldehydové pryskyřice a část na bázi melamin-formaldehydové pryskyřice, tak, že se míchají složky blíže u-

vedené dále v míchacím zařízení, majícím míchadlo o tvaru Z, při 60 °C 35 minut. Výsledná směs se v každém jednotlivém případě vysušila při 80 °C v sušárně (Mitchell) na obsah volné vody přibližně 1 % a suché chipsy takto získané se rozmělní míchacím zařízením Apex a rozemelou na jemný prášek. Před granulací na hnětači PR 46 Buss-Ko a před výsledným rozmělněním na zařízení Apex se přidá 0,25 % stearanu zinečnatého.

Prášková hmota na bázi močovino-formaldehydové pryskyřice

močovino-formaldehydová pryskyřice (poměr močoviny k formaldehydu 1:1,33, obsah sušiny 62,5 %)	3480 dílů
plnivo (celulosa + materiál vyráběný podle vynálezu)	896 dílů

katalyzátor	45 dílů
hexamethyltetramin	45 dílů
stearan zinečnatý	15 dílů
změkčovaadlo	8 dílů
síran barnatý	59 dílů

Prášková hmota na bázi melamin-formaldehydové pryskyřice

melamin-formaldehydová pryskyřice (molární poměr melaminu k formaldehydu 1:2, obsah sušiny 57 %)	3600 dílů
plnivo (celulosa + materiál vyráběný podle vynálezu)	896 dílů
změkčovaadlo	10 dílů

Jednotlivé kompozice a vlastnosti jsou dále podrobněji rozvedeny v tabulce VI

Tabulka VI

Příklad	% plnivové směsi (a) UF příklad		(b) ami- nová prys- kyřice	(c) tok	(d) vytvr- zování	(e) volná voda	(f) absorpce vody za varu studena	(g) smršťování při tvoro- vání	(h) elektric- ká pev- nost	měrný odpor (i) povr- chový	měrný odpor (j) obje- mový	ohybové vlastnosti (k) pev- nost	ohybové vlastnosti (l) mo- dul
8	(2)	50	UF	0,020	27	1,8	295	0,85	76,8	13,8	13,6	83	7,5
9	(2)	70	UF	0,036	23	1,5	236	0,82	90,8	13,5	14,0	83	7,8
10	(4)	50	UF	0,027	25	1,4	224	0,85	80	14,5	13,7	96	8,4
11	(4)	70	UF	0,036	24	1,7	210	0,89	76,8	13,5	13,4	82	7,6
12	(3)	50	UF	0,025	23	1,7	258	0,99	76	13,4	13,3	74	7,3
13	(3)	70	UF	0,022	22	1,7	248	0,98	76,8	12,9	13,4	79	6,9
14	(3)	50	MF	0,038	43	2,2	93	0,98	49,6	12,0	12,7	—	—
15	(5)	50	UF	0,033	23	1,8	—	—	—	—	—	82	7,6
16	(6)	50	UF	0,032	24	0,7	309	0,86	74,4	15,2	13,9	—	—
17	(6)	70	UF	0,031	23	—	276	0,90	82	15,1	13,7	—	—
18	(7)	50	UF	0,021	24	2,1	316	0,85	77,6	14,8	13,9	—	—
19	(7)	100	UF	0,032	18	2,4	529	1,48	56,8	12,9	13,1	67	5,9
20	(7)	50	MF	0,038	42	1,2	90	0,86	78,4	12,9	13,5	—	—

Poznámky:

(a)

UF příklad = močovino-formaldehydový materiál vyráběný podle příkladu, jehož číslo je uvedeno v závorkách.

(b)

UF = formaldehydová pryskyřice; MF = melaminformaldehydová pryskyřice použitá jako pojivo.

(c)

Kotoučová trysková zkouška v palcích (normalizovaná zkouška).

(d)

Vytvrzení = nejkratší doba lisování v sekundách k získání nezávadného výlisku.

(e)

Volná voda, v hmot. %, v hotové tvářecí práškové hmotě.

(f)

mg po ponoření do vroucí vody na 30 min nebo 24 hodin do studené vody.

(g)

v procentech.

(h)

Elektrická pevnost ve voltech na cm.

(i), (j)

Měrný povrchový odpor v $\log_{10}$ ohmů; měrný objemový odpor v $\log_{10}$ ohmů cm.

(k), (l)

Pevnost v ohybu v Pa $\cdot 10^6$; ohybový modul v Pa $\cdot 10^9$

Metody zmíněné podle (e) až (l) jsou metody, jichž se používá podle britské normy ve zkoušce 1322.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby vytvrzeného bezceluló-zového plnivového materiálu na bázi aminové pryskyřice, vhodného pro použití v termoplastické tvářecí kompozici, vyznačený tím, že se vytvoří vodný systém bez povrchově aktivního činidla o pH nižším než 4, obsahující močovinoformaldehydovou nebo melaminformaldehydovou pryskyřici nebo látky, z nichž se tyto pryskyřice získávají, a kyselý katalyzátor, přičemž se systém míchá k získání suspenze vytvrzené aminové pryskyřice ve vysrážené částicové formě a obsah vysrážené aminové pryskyřice v systému se udržuje na stupni nižším než 20 hmot. %,

přičemž suspenze vytvrzené aminové pryskyřice se filtruje nebo odstřeďuje pro oddělení vysrážené aminové pryskyřice a vysrážená aminová pryskyřice se neutralizuje a potom suší na částicové plnivo.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že obsah vysrážené aminové pryskyřice se udržuje ve vodném systému tak, že se během vysrážení řídí teplota vodného systému.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že množství pevných vysrážených částic aminové pryskyřice se ovládá ve vodném systému řízením obsahu pevných výše uvedených reaktivních složek.