



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

195572

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 21 12 77
/21/ /PV 8625-77/

(40) Zverejnené 31 05 79

(45) Vydané 15 04 82

(51) Int. Cl.³
C 09 J 3/16
C 08 G 12/12

(75)

Autor vynálezu

AMBROŽ FRANTIŠEK ing. a LIPKA RADISLAV, MICHALOVCE

(54) Spôsob výroby močovinoformaldehýdových živíc s nízkym obsahom uvoľňovaného formaldehydu

1

Predmetom vynálezu je spôsob výroby nového lepidla na báze močovinoformaldehýdových živíc s nízkym obsahom uvoľňovaného formaldehydu, kondenzáciou močoviny s vodným roztokom formaldehydu v prítomnosti hexametylen-tetramínu. Močovinoformaldehýdových lepidiel sa vo veľkej miere používa ako pojiva vo výrobe drevotrieskových, drevovláknitých dosiek a preglejok. Pritom sa v priebehu vytvrdzovania na lisoch vplyvom tepelného exponovania z použitého močovinoformaldehýdového pojiva odštiepuje formaldehyd. Je preto snaha zlepšiť životné prostredie tým, že sa čo najviac zníži množstvo odštiepovaného formaldehydu pri výrobe uvedených dosiek a preglejok.

Odštiepovanie formaldehydu závisí od viacerých faktorov, v podstatnej miere od molárneho pomeru močoviny k formaldehydu. Čím nižší je uvedený molárny pomer, tým menšie je aj množstvo odštiepovaného formaldehydu. So znižujúcim sa molárnym pomerom však súčasne klesá reaktivita vyrobeného lepidla. Spracovateľ požaduje k ekonomickému využitiu výrobného zariadenia reaktívne lepidlá pre skrátenie lisovacích časov. Ďalej množstvo odštiepeného formaldehydu závisí od reakčných podmienok, t. j. od teploty kondenzácie, pH, použitého katalyzátora a vlastností použitého formalínu, najmä z hľadiska obsahu stabilizačného metanolu.

Z literatúry je známe prevádzkať kondenzáciu pretržite i nepretržite v prítomnosti čpavku. Podľa patentového spisu US 2 397 194 sa kondenzácia prevádza pri molárnom pomere močoviny k formaldehydu v rozmedzí 1 : 1 až 1 : 2,4 v prítomnosti 1 až 3,75 molov čpavku

2

a teplotách v rozmedzí 95 až 100 °C. V priebehu kondenzácie sa destiláciou odstraňuje nadbytok čpavku, formaldehydu a vody, až sa objem reakčnej zmesi zníži na polovicu východzieho objemu. Pritom vznikajú bezzapachové sirupové produkty, vhodné pre lepenie preglejok. Popísaný postup je použiteľný iba pre pretržitý spôsob výroby, vyžaduje dlhodobú tepelnú expozíciu produktu, čo negatívne vplyva na reaktivnosť a vytvrdzovanie výrobku pri jeho spracovaní.

Ďalej je známy postup prípravy močovinoformaldehýdových lepidiel z vodných roztokov formaldehydu pri molárnom pomere močoviny k formaldehydu v rozmedzí 1 : 1,8 až 1 : 2,5 v prítomnosti čpavku pri teplotách nad 100 °C, pri ktorom zmes močoviny a formaldehydu reaguje za prítomnosti čpavku v molárnom pomere močoviny ku čpavku v rozmedzí 1 : 0,04 až 1 : 0,2 v prvom reakčnom stupni pri teplotách 100 až 140 °C za pretlaku 0,1 až 0,4 MPa. Doba reakcie je 10 až 60 minút. Potom sa prídavkom alkálií upraví pH na 7 až 8. V druhom reakčnom stupni sa prevádza modifikácia pri teplotách 40 až 80 °C, pričom sa udržiava molárny pomer močoviny k formaldehydu v rozmedzí 1 : 1,4 až 1 : 1,6. Získaný produkt sa zahusťuje pri teplote 40 až 80 °C a tlaku 5,3 až 79,5 kPa. Spôsob možno prevádzať pretržitým aj nepretržitým spôsobom. Formaldehyd sa použije vo forme bežného vodného roztoku o koncentrácii 30 až 45 % s obsahom stabilizačného metanolu v rozmedzí 4 až 6 %. Možno je tiež vychádzať z vodných roztokov predkondenzátu formaldehydu a močoviny. Uvedený postup kondenzácie pracuje

pri pomerne vysokých teplotách, bežný formaldehydový roztok stabilizovaný metanolom vyžaduje riešiť spätne získavanie metanolu zo štiavných kondenzátov, čo zvyšuje požiadavky na zariadenia a energiu. Získané lepidlo podľa tohoto postupu sa vyznačuje dobrou kvalitou, najmä nízkym obsahom odštiepeného formaldehydu, ako vyžadujú prísne hygienické požiadavky.

Predmetom tohoto vynálezu je spôsob výroby močovinoformaldehydových živíc s nízkym obsahom uvoľňovaného formaldehydu, pripravených kondenzáciou močoviny s vodným roztokom formaldehydu v molárnom pomere močoviny k formaldehydu v rozmedzí 1 : 1,4 až 1 : 2,6 s výhodou 1 : 1,7, v prítomnosti hexametylentetramínu pri teplotách v rozmedzí 20 až 140 °C. Zmes močoviny a formaldehydu reaguje za prítomnosti hexametylentetramínu v molárnom pomere močoviny ku hexametylentetramínu v rozmedzí 1 : 0,01 až 1 : 0,3 s výhodou 1 : 0,1. Formaldehyd sa použije

vo forme vodného roztoku s koncentráciou 30 až 45 % hmotových a obsahu stabilizačného metanolu v rozmedzí 0,01 až 3,5 % hmotových. Kondenzáciu možno prevádzať pretržitým aj nepretržitým spôsobom. V prvom reakčnom stupni reaguje vodný roztok formaldehydu upravený prídavkom hexametylentetramínu pri pH 8 až 9 s výhodou 8,3 a teplote 20 až 140 °C s výhodou 95 °C s močovinou na požadovaný kondenzačný stupeň /viskozita 10 až 50 mPa.s/. Doba reakcie je 10 až 70 minút. Po dosiahnutí požadovaného kondenzačného stupňa sa pH reakčnej zmesi upraví alkáliami na hodnotu pH 7 až 8. V druhom reakčnom stupni sa takto získaný kondenzát prípadne upraví odparením a močovinou na parametre predajného výrobku 0,01 až 0,8 % nezreagovaného formaldehydu. Parametre charakteristické pre súčasný výrobok a výrobok pripravený podľa tohoto vynálezu sú uvedené v tabuľke.

T a b u l k a

Vlastnosti	terajšie hodnoty	hodnoty podľa vynálezu a príkl. č. 1
Molárny pomer močoviny ku formaldehydu	1 : 1,3	1 : 1,45
Viskozita Ford 4 /20 °C/	45 až 70 s	80 až 120 s
Doba želatinácie pri 100 °C	80 až 95 s	60 až 70 s
Odštiepený formaldehyd z vytvrdeného lepidla	0,4 až 0,6 mg/g	0,4 až 0,6 mg/g

Postupom podľa tohoto vynálezu sa dosiahne výrazné zníženie spotreby modifikačnej močoviny na jednotku lepidla oproti súčasnemu postupu prípravy a zlepšia sa fyzikálno-chemické vlastnosti, t. j. požadované zvýšenie viskozity pri dosiahnutí rovnakého množstva odštiepeného formaldehydu. Pri súčasnom postupe sa požadované množstvo odštiepeného formaldehydu dosiahne podstatným zvýšením množstva modifikačnej močoviny, čo znižuje viskozitu, zvyšuje spotrebnú normu a zhoršuje lepiace vlastnosti výrobku. Veľkou výhodou je zvýšenie reaktivity takto pripraveného lepidla.

Pre ilustráciu podstaty vynálezu sa uvádzajú príklady.

P r í k l a d 1

V 993 g 37%-ného vodného roztoku formaldehydu sa rozpustí 98 g kryštalického hexametylentetramínu. Získaný roztok s pH 8,6 sa zohreje na 80 °C a v priebehu 20 minút sa pridá 560 g 75%-ného vodného roztoku močoviny. V priebehu dávkovania močoviny sa udržiava teplota reakčnej zmesi 97 °C a sleduje sa stupeň kondenzácie. Po dosiahnutí požadovaného stupňa kondenzácie približne po 30 minútach po ukončení dávkovania močoviny sa kondenzácia preruší neutralizáciou reakčnej zmesi 50%-ným vodným roztokom luhu sodného na pH 7,5. Získaný kondenzát sa za zníženého tlaku odparí na koncentráciu

65 % hmotových sušiny. Zahustený kondenzát sa pri teplote 55 °C modifikuje 114 g 75%-ného vodného roztoku močoviny po dobu 60 až 120 minút. Takto pripravené lepidlo je vhodné pre výrobu drevotriekových dosák, vykazuje nízke hodnoty odštiepeného formaldehydu.

P r í k l a d 2

Pre porovnanie uvádzame známy postup prípravy močovinoformaldehydového lepidla. K 993 g 37%-ného vodného roztoku formaldehydu s obsahom 2 až 5 % metanolu, v ktorom sa prídavkom kyseliny soľnej upraví pH na 4 až 6, sa pri teplote 80 °C pridá 490 g 75%-ného vodného roztoku močoviny. V priebehu 25 až 30 minút od ukončenia dávkovania močoviny prebieha kondenzácia pri teplotách 80 až 100 °C do požadovaného kondenzačného stupňa. Po jeho dosiahnutí sa kondenzácia preruší prídavkom vodného roztoku luhu sodného úpravou pH na 7,5. Získaný kondenzát sa za zníženého tlaku zahustí na koncentráciu 65 % sušiny. Takto upravený kondenzát sa modifikuje v prvom stupni 110 g 75%-ného vodného roztoku močoviny pri teplote 50 až 55 °C, v druhom stupni prídavkom 73 g 75%-ného vodného roztoku močoviny pri teplote 20 až 35 °C. Takto pripravené lepidlo vykazuje nízke hodnoty odštiepeného formaldehydu a vyhovujúce lepiace vlastnosti.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby močovinoformaldehýdových živíc s nízkym obsahom uvoľňovaného formaldehydu pripravených kondenzáciou močoviny s vodným roztokom formaldehydu vyznačujúci sa tým, že kondenzácia močoviny s formaldehydom, ktorý obsahuje 0,01 až 3,5 % hmotových metanolu, použitých v molárnom pomere močoviny ku formaldehydu v rozmedzí 1 : 1,4 až 1 : 2,6, s výhodou 1 : 1,7, je v prvom reakčnom stupni pre-

vádzaná pri teplote 20 až 140 °C v prítomnosti hexametylentetramínu v množstve 0,01 až 0,3 molov, s výhodou 0,1 molov hexametylentetramínu na 1 mol močoviny, do stupňa, keď roztok lepidla dosiahne viskozitu 10 až 50 mPa.s a nezreagovaný formaldehyd sa prípadne v druhom reakčnom stupni upraví na obsah 0,01 až 0,8 % modifikáciou močovinou.