



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

195490

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 J 3/16

/22/ Prihlášené 17 06 77
/21/ /PV 3999-77/

(40) Zverejnené 31 05 79

(45) Vydané 15 05 82

(75)

Autor vynálezu

KOMORA LADISLAV ing. CSc., PRIEVIDZA, MACHO VENDELÍN ing. DrSc.,
DVORSKÁ MÁRIA ing., NOVÁKY, KUBÍN JURAJ ing., BRATISLAVA, HOLEČKO
ŠTEFAN ing., STÁŽSKE a KELLNER MICHAL ing., HUMENNE

(54) Spôsob výroby kondenzátov a/alebo polykondenzátov formaldehydu s močovinou

1

Vynález rieši zníženie obsahu voľného a uvoľňovaného formaldehydu v močovinoformaldehydových, močovinomelamínoformaldehydových i melamínoformaldehydových kondenzátoch a/alebo polykondenzátoch, používaných spravidla ako pojidlá a lepidlá, napríklad v drevospracujúcom, v papierenskom priemysle a pod., spôsobom vhodným z hľadiska technologického a výhodným aj z hľadiska hygienického.

Zvýšený obsah voľného formaldehydu značne sťažuje pracovné podmienky v spracovateľskom priemysle pri aplikácii formaldehydových kondenzátov a polykondenzátov. Únik formaldehydu nielen že dráždi dýchacie cesty pracovníkom prichádzajúcim do styku s parami formaldehydu, ale napadá i očné spojivky a pri vysokých výronoch môže spôsobiť poruchy a práceneschopnosť.

Okrem toho aj hotové výrobky bývajú poznačené prítomnosťou uvoľňovaného formaldehydu, ktorý spôsobuje ťažkosti výrobcovi i spotrebiteľovi-užívateľovi aj viac týždňov, ba i mesiacov.

Zatiaľčo u výrobcu sa dá z pracovného prostredia odstrániť zápach formaldehydu rôznymi výkonnými odsávacími zariadeniami, spotrebiteľ je voči zápachu bezmocný. Preto je snahou znížiť obsah voľného formaldehydu ihneď výrobcom kondenzátov a/alebo polykondenzátov.

Zníženie obsahu voľného formaldehydu sa dosahuje úpravami technológie, a to prácou pri rôznych pH, prípadne rôznym spôsobom dávkovania surovín, úpravou reakčnej teploty i reakčnej doby /NSR pat. 2 207 921, 2 243 857/.

2

Iné postupy sa zakladajú na použití rôznych chemických činidiel, schopných reagovať s formaldehydom, a tým ho viazať za tvorby máloprchavej až neprchavej zlúčeniny.

Ako prídavok sa používa močovina vtedy, keď lepidlo obsahuje menej ako 1,8 hmotnostných % voľného formaldehydu. Pritom pri teplotách nad 60 °C sa používajú prídavky 10 až 70 hmotnostných % /Japonský patent 74-18 925 a 74-18 926/.

Ďalšími látkami znižujúcimi obsah voľného formaldehydu sú peroxidy [Kun-San-Tai, Taiwan Sugar 12, č. 2, 9 /1965/], aldehydy /NSR pat. 1 810 925/, fenoly /NSR patent 2 154 570/, odpadné sulfitové látky /PLR pat. 74 060/, ketóny /Jap. pat. 74-38 511/, rastlinné oleje /Jap. pat. 70-16 592/ a iné. Uvedenými postupmi sa síce znižuje obsah voľného formaldehydu a v niektorých prípadoch až úplne, ale lepidlá majú väčšinou malú životnosť, a preto ich je potrebné počas niekoľkých hodín aplikovať. Okrem toho, hoci obsah voľného formaldehydu je nízky, obsah uvoľňovaného formaldehydu z hotových výrobkov je v mnohých prípadoch ešte stále značný.

V mnohých prípadoch zasa stráca pojidlo reaktivitu tak, že sa nedá bežným spôsobom vytvrdiť. V ďalších prípadoch podľa uvedených postupov pojidlo stráca po vytvrdení lepiace vlastnosti, prípadne klesá pevnosť lepených spojov, alebo jednoducho výsledky s nimi sú nereprodukovateľné.

Pri skúmaní príčin uvedených nepriaznivých výsledkov bol teraz nájdený spôsob, podľa ktorého pri zachovaní dobrých lepiacich

cích vlastností kondenzátov sa dosahuje aj dobrá reprodukovateľnosť výsledkov a navyše nízky obsah voľného a uvoľňovaného formaldehydu.

Predmetom tohto vynálezu je spôsob výroby kondenzátov a/alebo polykondenzátov formaldehydu s močovinou a/alebo melamínom, prípadne s prísadami ďalších komonomérov, uskutocňovaný aspoň v dvoch stupňoch, pričom v prvom stupni sa uskutočňuje s molárnym pomerom formaldehydu k močovine a/alebo ekvivalentu melamínu 1,3 až 10, s výhodou 1,8 až 3,0, pri ktorom sa do druhého stupňa a/alebo ďalších stupňov až po finálnu úpravu pridá jednorázovo alebo postupne močovina a/alebo látka reagujúca s formaldehydom, v množstve vypočítanom na dosiahnutie výsledného pomeru formaldehydu k močovine $1,12 \pm 0,118$, spravidla so súčasným a/alebo následným prídavkom alebo prídavkami aspoň jednej zo zlúčenín prvkov I. a II. skupiny periodického systému a/alebo polymérov v množstve do 5 % hmotnostných.

Kondenzát močoviny s formaldehydom je možné pripravovať v kyslom i zásaditom prostredí, prípadne za prítomnosti iných látok - komonomérov, ako fenolu, alkylfenolov, melamínu alebo furfuralu, ktoré zvyšujú odolnosť produktu voči vode a vlhkosti. Prítom sa v prvom stupni spravidla pracuje s molárnym pomerom formaldehyd : močovina 1,5 až 3, s prerušením kondenzačného stupňa.

Dosiahnutie žiadaného kondenzačného stupňa sa kontroluje meraním viskozity roztoku, alebo zrážaním roztoku acetónom. Prerušenie kondenzácie sa robí neutralizáciou roztoku na pH 6,0 až 8,0. Nakoľko formaldehyd sa používa najčastejšie vo forme vodného roztoku o koncentrácii 30 až 36 hmotnostných percent, je potrebná časť vody z roztoku odstrániť destiláciou tak, aby finálna živica, resp. pojídlo /lepidlo/, obsahovalo 65 až 75 hmotnostných % sušiny.

Po oddestilovaní časti vody sa vykoná konečná úprava lepidla, a to tak, že sa k zahustenému kondenzátu pridá močovina, prípadne ďalšie amíny a amidy reagujúce s formaldehydom. Prídavky sa môžu pridať buď jednorázovo alebo postupne, spravidla pri teplote nižšej ako 100 °C, najlepšie pri 40 až 60 °C.

Nároky na teplotu sú uvádzané preto, že dekondenzovaním voľného formaldehydu pri vyššej teplote, napr. 2 h pri teplote 80 °C, vedie síce ku kondenzátu s nízkym obsahom voľného a uvoľňovaného formaldehydu, ale kondenzát má len krátku dobu použitia, resp. životnosti, nakoľko v priebehu ďalších hodín až niekoľkých dní zgelovatie až zblokuje.

Prítom aj pri teplote 50 °C je dostatočná doba reakcie 1 h a navyše kondenzát má už všetky predpoklady pre úspešnú aplikáciu.

Podstatná dôležitosť pre nízky obsah formaldehydu a dobré fyzikálno-chemické a mechanické vlastnosti polykondenzátov, teda hotového lepeného spoja, má optimálny molárny pomer formaldehydu k močovine, prípadne k inému komonoméru. V súvislosti s vynálezom bolo stanovené, že pre kondenzát majúci všetky požadované vlastnosti je rozhodujúci výsledný molárny pomer $1,12 \pm 0,118$ mólu formaldehydu na mól močoviny alebo ekvivalent iného komonoméru pred aplikáciou kondenzátu, teda pred finálnymi polykondenzačnými, resp. "sieťovacími" reakciami. Zatiaľčo nižší molárny pomer zhoršuje mechanické vlastnosti výrobku, vyšší molárny pomer má buď vyšší obsah voľného formaldehydu, alebo nižšiu životnosť kondenzátu.

V prípade, že sa časť formaldehydu viaže prídavkami iných činidiel, napr. melamínom, amínmi, alebo diamínmi, fenolmi a pod., mo-

lárny pomer formaldehydu platí podľa reakčných možností toho ktorého komonoméru, podľa ich reakčných schopností /molekularitu/.

Tak napr. pri doreagovaní formaldehydu jeden mól močoviny viaže 1 mól formaldehydu, mól melamínu 1,5 mólu formaldehydu, lubovoľný diamín 2 móly formaldehydu a triamín 3 móly formaldehydu. Výsledný molárny pomer formaldehydu ku komonomérom sa potom vypočíta ako pomer mólov formaldehydu k súčtu mólov jednotlivých komonomérov, pričom počet mólov jednotlivých komonomérov je násobený ekvivalentom jeho reakčnej možnosti s formaldehydom, ako sme už uviedli.

Napríklad, pre melamínomočovinoformaldehydovú živicu nastavenú triamínom pre molárny pomer 1,15 platí:

$$1,15 = \frac{\text{móly formaldehydu}}{1 \times \text{móly močoviny} + 1,5 \times \text{móly melamínu} + 3 \times \text{móly triamínu}}$$

Prídavanie močoviny a/alebo iného komonoméru je najvýhodnejšie robiť po zneutralizovaní predtým kyslého alebo alkalického roztoku. Týmto spôsobom sa totiž stabilizuje príprava natoľko, že nie je potrebné prísne dodržiavať reakčnú teplotu, potrebnú na dosiahnutie požadovaného kondenzačného stupňa.

Prídavok močoviny je možné, napríklad, vykonať hneď po ukončení prvého reakčného stupňa, a to i vo forme pevnej močoviny, prípadne vo forme roztoku, alebo dokonca zo surového vodného roztoku z medzistupňa výroby močoviny, kde sa nachádza ešte s malými prísadami amoniaku a ďalších prísad, napr. pred zakonzentrovaním roztoku odparením časti vody. No tiež je možné tento prídavok realizovať až tesne pred aplikáciou priamo u spracovateľa. Obidva spôsoby majú svoje prednosti. V prvom prípade sa značne zvýši využitie formaldehydu a zníži množstvo energie potrebné na zakonzentrovanie roztoku.

Druhý prípad si vyžaduje síce zvýšenú manipuláciu u spracovateľa, ale na strane druhej, zasa značne predlži životnosť kondenzátu.

Hoci aj takto pripravený kondenzát /lepidlo/ má pomerne dobré lepiace vlastnosti, dá sa už aj vizuálne stanoviť /po vytvrdení kondenzátu/, že prídavky zlúčenín I. a II. skupiny Mendelejevovej periodickej sústavy prvkov značne zvyšujú kohéziu molekúl kondenzátov, resp. polykondenzátov. Najčastejšie sú to soli silných anorganických kyselín, najmä halogenidy a sírany alkalických kovov a zemín, pričom nie je zvlášť dôležitá ich čistota.

Vhodné môžu byť napr. zahustené roztoky chloridu vápenatého, odpadajúceho z výroby trichlóretylénu alebo vinylchloridu. Menej vhodné, ale použiteľné sú soli uvedených prvkov so slabými, najmä organickými kyselinami. Môžu sa tiež aplikovať vo forme adičných a komplexných zlúčenín, napr. adičného produktu bezvodného chloridu vápenatého s alkoholmi a pod.

Žiada sa však doložiť, že zatiaľ čo napr. pri konečnom molárnom pomere formaldehydu k močovine 1:1 vytvrdený polykondenzát je krehký a dá sa lámať i v prscoch, po pridaní aspoň jednej zlúčeniny uvedených prvkov, sa podstatne zvýši súdržnosť materiálu tak, že jeho rozbitie bez náčinia je prakticky nemožné.

Prítom, ako bolo zistené, prídavky nezvyšujú obsah uvoľňovaného formaldehydu, ale naopak, ešte znižujú obsah voľného formaldehydu.

Odkúšané tiež boli rôzne množstvá prídavkov a efekt sa prejavuje už i s 0,5 hmotnostných % prídavku.

Tiež prídavky polymérnych látok do močovino-, prípadne melamínoformaldehydového kondenzátu a/alebo polykondenzátu zlepšujú a upravujú vlastnosti hotového výrobku. Napr. prídavok emulzie polyvinylacetátu alebo polyvinylchloridu zvyšuje odolnosť voči účinkom vody, prídavky polyvinylalkoholu zlepšujú manipuláciu s kopolymérom a pod. Ako polyméry sa môžu aplikovať predovšetkým vo vode emulgované alebo aspoň emulgovateľné homopolyméry alebo aj kopolyméry vinylových monomérov, ako vinylchloridu, vinylidénchloridu, styrénu, akrylátov ako aj samotnej kyseliny akrylovej, metakrylátov, akrylonitrilu a pod. Ďalej homopolyméry a kopolyméry 1,3-butadiénu, 1-olefínov i olefínov s vnútornou polohou dvojitej väzby. Tieto prídavky je možné pridávať tiež buď v štádiu prípravy kondenzátu alebo až spolu s tužidlom.

Výhodou spôsobu je vysoká reprodukovateľnosť prípravy /čo zabezpečuje rovnomernosť kvality/ močovinoformaldehydových a/alebo melamínoformaldehydových kondenzátov a/alebo polykondenzátov s nízkym obsahom voľného formaldehydu, s dobrými lepiacimi vlastnosťami, vysokou pevnosťou lepených spojov a dostatočne dlhou životnosťou pripraveného kondenzátu.

Ďalšou výhodou je možnosť technicky jednoduchým a ekonomicky nenáročným spôsobom vyrábať kondenzáty a/alebo polykondenzáty formaldehydu, a to buď priamo u výrobcu alebo až u spotrebiteľa, pričom hotový výrobok sa vyznačuje nízkym obsahom voľného formaldehydu, spravidla pod 0,3 hmotnostných % a 5 až 10krát menším obsahom uvoľňovaného formaldehydu, ako je tomu pri bežne priemyselne vyrábaných kondenzátoch a polykondenzátoch. To má mimoriadny význam z hľadiska hygienicko-zdravotného i produktivity práce, nielen u výrobcu kondenzátov a polykondenzátov, ale tiež u spotrebiteľa.

Tabuľka 1 - Vplyv výsledného molárneho pomeru formaldehyd : močovina a prídavkov chloridu vápenatého a prípadne polymérov /PVA1 = polyvinylalkohol, resp. parciálne zmydeľnený polyvinylacetát; PVAC = polyvinylacetát; PVC = polyvinylchlorid, všetky vo forme vodných emulzií/, pri teplote 50 °C na obsah voľného a uvoľňovaného formaldehydu a polykondenzačnú schopnosť kondenzátu. Molárny pomer nasádzaného kondenzátu 2 : 1.

Číslo pokusu	Výsledný molárny pomer formaldehyd : močovina	Prídavok /druh/	Formaldehyd		Polykondenzačná schopnosť [s]
			voľný /hmot. %/	uvoľňovaný /mg/g/	
1	1,04	-	0,21	0,38	99,6
2	1,15	-	0,18	0,53	87,6
3	1,17	-	0,18	0,55	87,0
4	1,23	-	0,45	0,92	86,0
5	1,28	-	0,50	1,24	85,2
6	1,50	-	0,83	4,2	83,0
7	1,04	CaCl ₂	0,04	0,33	96,0
8	1,15	CaCl ₂ + PVAC	0,10	0,42	86,0
9	1,17	CaCl ₂	0,10	0,42	84,0
10	1,23	CaCl ₂ + PVA1	0,16	0,78	82,0
11	1,28	CaCl ₂ + PVC	0,18	0,95	80,0
12	1,50	CaCl ₂	0,45	1,33	74,0

Zatiaľčo polykondenzát z pokusu 1, t. j. bez prídavkov /CaCl₂ a polymérov/, vykazuje čiastočné zníženie pevnosti pri aplikovaní na drevotriestkové dosky, produkt z pokusu 7, t. j. s tým istým molárnym pomerom, ale navyše s prídavkami chloridu vápenatého,

V neposlednom rade významné je zvýšenie kvality technických a úžitkových vlastností výrobkov zhotovovaných s použitím živíc pripravených spôsobom podľa tohto vynálezu. Napokon, výhodou je skutočnosť, že aplikáciou spôsobu podľa tohto vynálezu sa prakticky nezvyšujú výrobné náklady močovinoformaldehydových, močovinomelamínoformaldehydových a melamínoformaldehydových živíc, lebo prídavné látky sú bežné, technicky ľahkodostupné, niektoré sú v súčasnosti dokonca ekonomicky nezhodnocované látky, až odpady, ako napr. roztoky chloridu vápenatého z dehydrochloračných reakcií a pod. Ďalšie výhody, ako aj podrobnosti spôsobu podľa tohto vynálezu sú zrejmé z príkladov.

P r í k l a d 1

Močovinoformaldehydový kondenzát pripravený s molárnym pomerom formaldehydu : močovina = 2,0 o obsahu sušiny 71 % s obsahom voľného formaldehydu 6,43 hmotnostných % sa zmiešava s 12,0; 20,0; 22,5; 25 a 32 % močoviny a s takým množstvom vody, aby močovina bola 70 hmotnostných %. V niektorých prípadoch sa k zmesi pridáva 1 % chloridu vápenatého, prípadne 0,3 % polyvinylalkoholu, resp. parciálne zmydeľného polyvinylacetátu, prípadne 0,5 % polyvinylacetátu.

Zmes sa nechá reagovať pri teplote 50 °C 2 hodiny a potom sa stanovuje obsah voľného a odštiepovaného formaldehydu a reaktivita. Voľný formaldehyd sa stanovuje napr. siričitanovou metódou, odštiepovaný formaldehyd po vytvrdení kondenzátu s chloridom amónnym pri 100 °C a rozomletí vzorky, prefukávaním prášku temperovaného na 100 °C vzduchom o prietoku 1 000 cm³/min počas 50 minút a adsorpciou uvoľneného formaldehydu vodou pri 0 °C. Vo vode adsorbovaný formaldehyd sa stanovuje siričitanovou metódou a je udávaný v mg/g kondenzátu. Výsledky analýz na obsah voľného a uvoľňovaného formaldehydu sú uvedené v tabuľke 1.

dosahuje až o 22 % vyššie pevnosti.

Pri porovnaní pokusov 6 a 12 za s v prvom prípade bolo množstvo odštiepovaného formaldehydu 4,2 mg/g, zatiaľčo v druhom prípade sotva tretinovú z tohto množstva. Prídavky polymérov aplikovaných v pokusoch

8, 10 a 11 zasa znížili napučíavanie vo vode z 20 % na 17 % /skúška: 2 h pri 20 °C vo vode podľa ČSN 49 0144/.

Pr í k l a d 2

Močovinoformaldehýdový kondenzát pripravený s východiskovým molárnym pomerom formaldehyd : močovina = 2,0:1, sa zmiešava

s konštantným množstvom močoviny tak, aby výsledný molárny pomer formaldehyd : močovina bol 1,15 a obsah sušiny v produkte 65 hmotnostných %. Spolu s močovinou sa k produktu pridávajú zlúčeniny I. a II. skupiny periodickej sústavy prvkov. Zmiešavanie sa robí pri teplote 50 °C počas 2 h. Výsledky vplyvu prídavkov na vlastnosti hotového produktu sú zahrnuté v tabuľke 2.

Tabuľka 2 - Vplyv prídavkov zlúčenín I. a II. skupiny periodickej sústavy prvkov na vlastnosti močovinoformaldehýdového kondenzátu s výsledným molárnym pomerom formaldehyd : močovina = 1,15.

Číslo pokusu	Prídavok		Obsah formaldehydu		Polykondenzačná schopnosť [s]
	druh	množstvo /hmot. %/	voľný /hmot. %/	uvoľňovaný /mg/g/	
1	-	-	0,14	0,53	89
2	CaCl ₂	0,5	0,16	0,50	87
3	CaCl ₂	2,0	0,16	0,36	100
4	Ca/HCOO/2	0,5	0,045	0,42	118
5	Ca/HCOO/2	2,0	0,060	0,52	146
6	LiCl	1,5	0,08	0,59	71,4
7	NaCl	1,5	0,10	0,70	68,8
8	KCl	1,5	0,12	0,70	77,6
9	MgCl ₂	1,5	0,30	0,55	72,0
10	BaCl ₂	1,5	0,17	0,68	71,0
11	ZnCl ₂	1,5	0,30	0,72	100,2
12	CdCl ₂	1,5	0,04	1,07	96,8
13	CuCl ₂	1,5	0,11	0,43	130
14	Na ₂ HPO ₄	1,5	0,27	0,45	78
15	ZnSO ₄	1,5	0,17	0,54	91,1
16	K ₃ PO ₄	1,5	0,22	0,40	88,2
17	Na ₂ SO ₄	1,5	0,11	1,0	93,2
18	MgSO ₄	1,5	0,48	0,48	78,0
19	Ca/NO ₃ /2	1,5	0,65	0,67	67,0

Pevnosť lepených spojov na trojvrstvových bukových preglejách za použitia uvedených solí je v priemere o 10 až 15 % vyššia, ako bez použitia prídavkov. Tiež prídavky solí, ako vidieť z tabuľky, zvyšujú reaktivitu lepidla až o 20 %. Z tohto hľadiska sa ako najlepšie javia soli horčíka, bárya, vápnika a sodíka.

Pr í k l a d 3

Na rozdiel od predchádzajúcich príkladov sa prídavok močoviny /pevné/ aplikoval do kondenzátu ihneď po ukončení kondenzačného stupňa, po úprave pH roztoku na 7,5.

K roztoku kondenzátu pripraveného s molárnym pomerom formaldehyd : močovina = 2,0:1, s obsahom sušiny 40 % sa pridá 14,8 hmotnostných % močoviny /t. j. výsledný molárny pomer formaldehydu k močovine bude 1,15/ a po 30minútovom miešaní roztoku pri teplote 60 °C sa roztok privádza na odpadku. Tu sa pri teplote 60 °C odparí 26 % vody počas 1 h, čím stúpne obsah sušiny na 65 hmotnostných %. Zahustený kondenzát sa udržiava pri teplote 55 °C ešte 1 h a potom ochladí na 25 °C.

Takto pripravený kondenzát potrebuje na zahustenie na žiadaný stupeň odpariť o 26 % menej vody a tiež reakčná doba sa skráti na polovicu v porovnaní s prípravou močovinoformaldehýdového kondenzátu s pridávaním močoviny do zahusteného kondenzátu /príklad 1 a 2/.

Kvalita vyrobeného kondenzátu odpovedá platnej ČSN, obsah voľného formaldehydu je 0,28 hmotnostných %, množstvo odštepovaného formaldehydu 0,52 mg/g kondenzátu, reaktivita okolo 90 s. Stabilita lepidla vyš-

šia ako 2 mesiace pri teplote 20 °C.

Pri aplikácii spolu s močovinou 2 % chlóridu horečnatého /počítané na kondenzát/ sa reaktivita kondenzátu zvýši na 78 s a pevnosť spojov vzrastie o 13 %.

Pr í k l a d 4

Kondenzát melaminoformaldehýdový pripravený z formaldehydu a melamínu v molárnom pomere 3,2 o obsahu 45 hmotnostných % sušiny sa upravoval prídavkami 16,8 % pevnej močoviny a 1,94 % hexametyléndiamínu na kondenzát. Úprava sa robí pri teplote 25 stupňov Celzia počas 1 h za prítomnosti 2,0 % dihydrofosforečnanu sodného dávkovaním najprv močoviny a dihydrofosforečnanu sodného. Nakoniec sa k zmesi pridá hexametyléndiamín. Výsledný produkt o obsahu 54,5 % sušiny má molárny pomer formaldehyd : /1,5x mólmom melamínu + 1,0x mólmom močoviny + 2,0x móly hexametyléndiamínu/ = 1,05.

Výpočet na 1 kg kondenzátu:
 $6,467 : /1,5 \times 2,026 + 1 \times 2,80 + 2 \times 0,167/ = 6,467 : 6,173 = 1,047.$

Pripravený polykondenzát sa vyznačuje zvýšenou odolnosťou voči vode a pri spracovaní uvoľňuje len polovičné množstvo formaldehydu ako bez prítomnosti dihydrofosforečnanu sodného, a 10 % množstvo uvoľňovaného formaldehydu z bežným spôsobom upravovaných kondenzátov.

Pr í k l a d 5

Močovinoformaldehýdový kondenzát s vý-

chodiskovým molárnym pomerom formaldehyd močovina 1,8:1 v množstve 1 000 g s obsahom sušiny 60 % hmotnostných sa upravoval prídavkom acetaldehydu, cyklohexanonu a fenolu.

Prídavok acetaldehydu bol 0,85 mólu na 1 000 g vzorky pri teplote 40 °C za prítomnosti 0,4 mólu hydroxidu vápenatého. Po 15 minútach reakcie sa roztok zneutralizoval kyselinou mravčou na pH 6,5.

Obsah uvoľňovaného formaldehydu z 1 g kondenzátu bol 0,4 mg. Výsledný molárny pomer formaldehydu k močovine po zreagovaní formaldehydu s acetaldehydom bol 1,16 /acetaldehyd viazal 3,4 móly formaldehydu/.

Prídavok cyklohexanonu k 1 000 g vzorky bol 0,6 mólu, t.j. množstvo vypočítané

na získanie výsledného pomeru močoviny k formaldehydu 1:1,23 /cyklohexanon viaže 3 móly formaldehydu/. Po 20 minútach reakcie pri teplote 30 °C za prítomnosti 0,6 mólu hydroxidu sodného sa roztok zneutralizoval na pH 7 kyselinou fosforečnou. Množstvo uvoľňovaného formaldehydu bolo 0,5 mg/g kondenzátu. K 1 000 g močovinoformaldehydového kondenzátu sa pridal 1 mól fenolu a 1,5 móla močoviny pri teplote 50 °C. Po 20 minútach reakcie sa roztok ochladil a stanovilo sa množstvo uvoľňovaného formaldehydu z vytvoreného kondenzátu. Uvoľňovaný formaldehyd bol 0,37 mg/g kondenzátu. V produkte sa stanovil molárny pomer formaldehydu k močovine 1,16.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob výroby kondenzátov a/alebo polykondenzátov formaldehydu s močovinou a/alebo melaminom, prípadne s prísadami ďalších komonomérov, uskutočňovaný aspoň v dvoch stupňoch, pričom v prvom stupni sa uskutočňuje s molárnym pomerom formaldehydu k močovine a/alebo molekvivalentu melaminu 1,3 až 10, s výhodou 1,8 až 3,0, vyznačujúci sa tým, že do druhého stupňa a/alebo ďalších stupňov až po finálnu úpravu sa pridá jednorázove alebo postupne močovina a/alebo látka reagujúca s formaldehydom v množstve vypočítanom na dosiahnutie výsledného pomeru formaldehydu k močovine $1,12 \pm 0,118$, spravidla so súčasným a/alebo následným prídavkom alebo prídavkami aspoň jednej zo zlúčenín prvkov I. a II. skupiny periodického systému a/alebo polymérov v množstve do 5 % hmotnostných.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že látka reagujúca s formaldehydom je aspoň jedna organická aminozlúčenina s počtom uhlíkov 1 až 10 alebo anorganická aminozlúčenina, aldehydy alebo ketóny s počtom uhlíkov 1 až 8, alebo fenoly.

3. Spôsob podľa bodu 1 a 2, vyznačujúci sa tým, že zlúčeniny prvkov I. a II. skupiny periodického systému sú soli s organickými kyselinami C_1 až C_6 a/alebo anorganických kyselín, s výhodou soli silných anorganických kyselín, najmä kyseliny chlór vodíkovej, sírovej, dusičnej a fosforečnej.

4. Spôsob podľa bodu 1, 2 a 3, vyznačujúci sa tým, že polymérmi sú aspoň čiastočne vodorozpustné homopolyméry a/alebo vo vode emulgované, prípadne aspoň emulgovateľné homopolyméry a/alebo kopolyméry, najmä na báze vinylových monomérov.