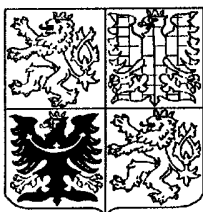


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 22.03.94
(32) 12.05.93, 19.01.94
(31) 93/060616, 94/184507
(33) US, US
(40) 14.02.96

(21) 2967-95

(13) A3

6(51)

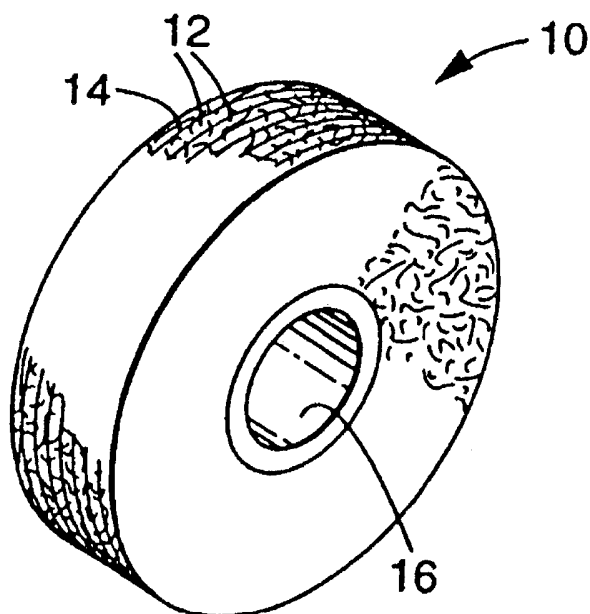
B 24 D 3/28
B 24 D 3/34
C 08 G 18/12
C 08 G 18/64

(71) MINNESOTA MINING AND MANUFACTURING
COMPANY, Saint Paul, MN, US;

(72) Krishnan Subramanian, Saint Paul, MN, US;
Miller Eugene, Saint Paul, MN, US;
Donovan Mary B., Saint Paul, MN, US;
Janochoski Ramona M., Saint Paul, MN, US;
Couvelard Caroline A., Saint Paul, MN, US;

(54) **Výrobky na ošetřování povrchů a způsob jejich
výroby**

(57) Výrobky na ošetřování povrchu mají různý stupeň odolnosti vůči špinění. Výhodně je výrobek charakterizován organickou maticí zalitou novým, houževnatým, adhezivním elastomerním pryskyřicovým pojivovým systémem zahrnujícím reakční produkt zvolený z (1) polyurethanového předpolymernu s aminového vytvrzovacího činidla, (2) emulze polyurethanového předpolymernu s epoxy-funkčním materiálem, a aminofunkčním materiálem, (3) emulze polyurethanového polymeru s epoxy-funkčním materiálem a amino-funkčním materiálem ve vodném systému.



7V2964-95

č.j.	0 7 5 1 4 1
DOŠLO	2 8 . X I . 9 5
URAD PRŮMYŠLOVÉHO VLASTNICTVÍ	PŘÍL.

Výrobky na ošetřování povrchů a způsob jejich výroby

Oblast techniky

Vynález se týká výrobku na ošetřování povrchu a způsobů jejich výroby.

Známary stav techniky

Výrobky na ošetřování povrchu tvořené organickou polymerní maticí vyrobenou z pevného nebo pěnového organického polymeru nebo netkaného vláknitého roouna, nacházejí upotřebení při těch ošetřováních povrchu, kterými se tento povrch připravuje pro další potahování, nebo které poskytují povrchům dekorativní konečnou úpravu. Z odlévaných, vrtaných nebo děrovaných částí je nutné odstranit otřepy a zatekliny za účelem dosažení požadovaného tvaru obrobku nebo jeho konečné povrchové úpravy. Výrobky na ošetřování povrchu ve formě kol, disku nebo pásů pracujících při vysokých rychlostech a vysokých tlacích musí mít dostatečnou pevnost a trvanlivost, aby odolaly vysokému tlaku vytvořenému během použití mezi tímto výrobkem a obrobkem. V některých případech může být žádoucí, aby byl uvedený výrobek dostatečně ohebný a mohl být zaveden do šěrbin uvedeného obrobku, v jiných případech může být naopak žádoucí, aby byl uvedený výrobek tuhý. Kromě toho, je třeba vzít v úvahu, že některé výrobky mají tendenci spinit povrch uvedených ošetřovaných obrobků. Spinění je zpravidla považováno za nežádoucí.

Polymerními pryskyřicovými pojivky, která jsou používána ke spojení uvedené matrice s abrasivními částicemi, neboli k zajištění uvedených abrasivních částic v matrici těchto produktů, jsou zpravidla polymerní pryskyřicová pojiva tvrdého termosetového typu nebo pevného houževnatého elastomerního typu. Tvrdé termosetové pryskyřice, například pryskyřice na bázi katalyzovaného fenolformaldehydu, se používají v širokém rozsahu k zajištění abrasivních částic ve fóliových pouzdech nebo vláknech netkaného pásu. Tato tvrdá pryskyřicová pojiva, i když mají zpravidla vysokou pevnost v tahu, nízké protažení v lomu a značnou odolnost, pokud jsou vystaveny zvýšeným teplotám, jsou křehké a tedy náchylné k lámání, což je nežádoucí. Při určitých aplikacích, které vyžadují houževnatější výrobky na ošetřování povrchu s větší trvanlivostí, jsou mnohem žádanější pevně houževnaté termoplastické pryskyřice. Tato elastomerní pojiva mají vynikající pevnost v tahu, vysoké protažení při přetržení a odolnost vůči lámání, ale mohou vykazovat značné změkčení při zvýšených teplotách, kterých lze dosáhnout v případě, že výrobek na ošetření povrchů bude působit proti obrobku při vysokých rychlostech a tlacích. Takové změknutí může mít za následek zašpinění povrchu obrobku nebo přenos částí výrobku na tento povrch, což jak již bylo uvedeno není žádoucí.

Průmysl zabývající se ošetřováním povrchů se snaží vyvinout výrobky, které by mnohem lépe splňovaly požadavky spotřebitele. Kromě toho, se snaží vyvinout zejména způsoby výroby těchto výše jmenovaných výrobků na ošetření povrchů, které by byly ekologické a neškodily životnímu prostředí, zejména vzduchu a vodě

Ve světle výše zmíněných požadavků by bylo výhodné, vyvinout výrobky na ošetření povrchů, jejichž charakter by bylo možné měnit jednoduchou regulací pojivových přísad od flexibilního k tuhému, při používaných tlacích a teplotách v podstatě neroztíratelnému, a k jejich výrobě by se používaly výrobní procesy, které by nevyžadovaly použití a následně odstranění tekavých organických uhlovodíků.

Chin a kol. (patent US 4 835 210) popisuje způsob výroby emulze blokového urethanového předpolymeru a diamínového vulkanizačního činidla ve vodě. Hoover a kol. (patent US 2 956 593) popisuje použití vulkanizátu vyrobených z reaktivních prekurzorů rozpuštěných v organickém rozpouštědle za účelem vytvoření abrasivních částic ve vzdušné organické matici. Fitzer (patent US 4 227 350) popisuje abrasivní produkt, které používá houževnaté pojivo na bázi elastomerní pryskyřice mající vynikající pevnost v tahu, velmi vysoké protažení v lomu a odolnost vůči lámání, ale při zvýšených teplotách vykazuje značné změknutí. Barnett a kol. (patent US 4 609 380) dále rozvíjí postupy navržené Hooverem a kol. a Fitzerem v tom smyslu, že použije jako předvulkanizát zablokované urethanové předpolymery s koncovými isokyanatovými skupinami a aromatické diaminy rozpuštěné v organickém rozpouštědle a přidáním polymeru s vysokým specifickým skelným přechodem rozpustného v organickém rozpouštědle do uvedených vulkanizačních prekurzorů se v těchto prekurzorech vytvoří abrasivní částice, které mají nízký oděr při vysokorychlostním broušení nebo obdobném provádění konečné povrchové úpravy. Všechna tato aditiva, která Barnett a kol. navrhuje, jsou rozpustná ve vodě. Kromě toho se Barnett a kol. uvádí, že specifickým kritériem pro volbu požadovaného polymerního

aditiva s vysokým skelným přechodem pro účely vytvoření abradivních částic, které nemají sklon k oděru je „rozpuštědlo“ (tj. rozpustnost v rozpouštědle“ (tj. rozpustnost v organické kapalině). Z tohoto důvodu snadná nebo přímá adaptace způsobu Barnettta a kol. na výrobu abradivních částic používanou pro vulkanizátové prekurzory, kterými jsou například prekurzory popsane v patentovém spisu China a kol., nebude přímo proveditelná.

Podstata vynálezu

Pokrokem vynálezu oproti vynálezu China a kol. je dále to, že takové kompozice mohou být vhodné pro vázání nepravidelně vzduchem kladené organické stráže, a tedy výrobu porezního, vzdušného rouna. Toto rouno se používá při výrobě netkaných abradivních výrobků, které jsou použitelné pro broušení, provádění konečné úpravy nebo leštění. Cílem vynálezu je rovněž postup, ve kterém mohou být inherentně vodou rozpustná, špinění-redukující aditiva, popsaná Barnetttem a kol., za použití emulgátoru dočasně rozpuštěna v organickém rozpouštědle a smísená s emulgovatelným lineárním polyurethanovým předpolymerem se zablokovanými koncovými isokyanátovými skupinami a diaminovým vytvrzovacím činidlem. Kombinace uvedeného organického rozpouštědla a emulgátoru se použije k homogennímu zabudování špinění-redukujících aditiv rozpustných v organickém rozpouštědle do uvedeného předpolymeru a vytvrzovacího činidla.

Vynález dále uvádí, že vlastnost, kterou je redukce špinění, může být pojivu rovněž propůjčena i bez potřeby zabudování aditiv rozpustných v organickém rozpouštědle s vysokou teplotou T_g skelného přechodu neboli s tím související nezbytnosti použít

organické rozpouštědlo jako nosič v průběhu předemulzního homogenizačního kroku, vytvořením vysokého skelného přechodu pro vytvrzené vulkanizáty generováním epoxy-aminového aduktu na místě, který bude dále reagovat s již zmíněným emulgovatelným lineárním urethanovým předpolymerem se zablokovanými isokyanatovými koncovými skupinami.

V souladu s vynálezem jsou prezentovány výrobky na ošetřování povrchů, kterými se může působit proti povrchům obrobků při vysokém tlaku a/nebo vysoké rychlosti a které budou za těchto podmínek vykazovat malé špinění, neboli přenos materiálu výrobku určeného na ošetřování povrchů na ošetřovaný povrch obrobku, který není na závadu.

Výraz „nespinící“, jak je zde uveden, znamená provedení vynálezu, které v podstatě nevykazuje žádné viditelné známky toho, že by výrobek určený na ošetřování povrchů zůstal na povrchu obrobku potom, co byl tímto výrobkem uvedený obrobek ošetřen. U těchto provedení, lze výrobky podle vynálezu působit proti povrchu obrobku při vysokých provozních rychlostech a/nebo tlacích, aniž by přitom docházelo k zašpinění uvedeného obrobku použitím výrobku na ošetřování povrchu. Výraz „na ošetřování povrchu“, jak je zde uveden a jak se obecně používá, zahrnuje například povrch obrušující, lapovací, leštící, oštěpy odstraňující nebo povrch začišťující.

Prvním předmětem vynálezu je tedy výrobek na ošetřování povrchu jehož podstatou je organická matrice v podstatě zalitá pojivem, přičemž uvedené pojivo je tvořeno materiály zvolenými ze skupiny obsažující:

- a) reakční produkt odvozený z prekurzorové emulze na bázi vodného pojiva, která zahrnuje množinu lineárních zablokovanými isokyanátovými skupinami zakončených polyurethanových předpolymeru a aminofunkčního materiálu majícího průměrně alespoň dvě funkční aminoskupiny, přičemž uvedená emulze dále zahrnuje složku zvolenou ze skupiny zahrnující:
- i) dostatečné množství zahušťovadla; a
 - ii) kombinaci slučitelého znečištění-redukujícího aditiva, organického rozpouštědla a povrchově aktivního činidla;
- b) reakční produkt množiny lineárních zablokovanými isokyanátovými skupinami zakončených polyurethanových předpolymeru s prvním aduktem, přičemž uvedený první adukt představuje reakční produkt aminofunkčního materiálu mající průměrně alespoň dvě funkční aminoskupiny a epoxidového materiálu majícího průměrně alespoň dvě funkční epoxidové skupiny, za podmínky, že uvedený první adukt má alespoň jednu aminoskupinu reagující s isokyanáty a alespoň jednu sekundární hydroxylovou část reagující s isokyanáty; a
- c) uvedený reakční produkt množiny lineárních polyurethanových polymerů majících vysokou molekulovou hmotnost a množinu iontových částí, s druhým aduktem, přičemž tento druhý adukt je zvolen ze skupiny zahrnující

i) reakční produkt materiálu s aminovými funkčními skupinami a materiálu s epoxidovými funkčními skupinami z výše zmíněné části b), a

ii) reakční produkt materiálu s funkčními aminoskupinami a homopolymerovaného materiálu s epoxidovými funkčními skupinami,

za podmínky, že uvedený druhý adukt má alespoň jednu epoxidovou funkční skupinu reagující s iontovými zbytky a výhodně alespoň jednu funkční aminoskupinu reagující s uvedenými iontovými zbytky.

Výraz „v podstate zalitá“, jak je zde použit, znamená, že výrobek na ošetření povrchů podle vynálezu je tak porézni, že jeho mezerový objem představuje přibližně 25% až 95% celkového objemu tohoto výrobku. Výrobky podle tohoto vynálezu mají hustotu v rozmezí přibližně od 1,0 do přibližně 2,0 g/cm³.

Výrobky, které neobsahují abrasivní částice, lze použít k leštění materiálu a pod. Pokud výrobky na ošetřování povrchů podle vynálezu zahrnují množinu abrasivních částic dispergovaných a přidržovaných v uvedeném pojivu, potom lze tento výrobek použít jako brusný výrobek.

V reakčním produktu a), je uvedené pojivo odvozeno z vodne pojivové prekurzorové emulze, která zahrnuje složku, jakou je například methylcelulóza, která umožňuje aplikovat uvedenou prekurzorovou kompozici na porézni načechrane rouno. Bylo zjištěno, že přímá aplikace vodných emulzí prostých

činného zahušřovačla, jaký je například popsán v patentu US 4 835 210, pomocí válcového potahovacího zařízení by neprodukoval produkty s přijatelným konečně upraveným povrchem, protože vlákna ve vzduchem-kládenem rounu byla tímto válcovým potahovacím zařízením z uvedeného rouna příliš snadno extrahovatelná, a v důsledku toho docházelo ke kontaminaci uvedené potahové kapaliny těmito extrahovanými vlákny. „Dostatečným množstvím“ zahušřovačla se tedy rozumí množství nezbytné pro poskytnutí viskozity pojivové prekurzorové emulze alespoň 2000 MPa, měřeno za použití Brookfieldova viskozimetru při 30 ot/min, 20°C, a za použití vřetene číslo LV-3. Použití pojivové prekurzorové emulze a) rovněž umožňuje použití vodou nerozpustná, v organickém rozpouštědle rozpustná spínění-redukující aditiva, v případě, že bude uvedená emulze obsahovat rovněž povrchové aktivní činidlo, jakým je například stearát lithný.

U reakčních produktů b) a c), se na místě (in situ) produkuje polymerní vytvrzovací činidlo. Za použití pojiv podle vynálezu lze získat výrobky podle vynálezu dosahující širokého rozmezí ohebnosti a nespínivosti, které tyto výrobky předurčují pro agresivní broušení obrobku, zbavování obrobku ostěpu nebo obrábění obrobku, stírání povrchu obrobku nebo leštění obrobku. Kromě toho, pojivo podle vynálezu může být a výhodně je aplikováno na organickou matici ve formě vodné kompozice, čímž se eliminuje nebo podstatně redukuje uvolňování těkavých organických sloučenin při výrobě výrobků podle vynálezů.

Druhým znakem vynálezu je výrobek na ošetření povrchu, který má výhodně formu nekonečného pásu, a který zahrnuje načechrané, pružné, třírozměrné netkané rouno tvořené množinou

organických polymerních vláken vzájemně spojených v místech, kde kontaktují pojivo podle vynálezu. Výhodné výrobky v rámci tohoto znaku vynálezu zahrnují množinu abrasivních částic, které jsou přichyceny k uvedeným vláknům a pojivu pomocí druhého pojiva, zpravidla a výhodně termosetového pojiva. Zejména výhodný výrobek v rámci tohoto znaku vynálezu je výrobek, který zahrnuje třetí pojivo zahrnující pojivo podle vynálezu.

Třetím znakem vynálezu je způsob výroby vrstveného kompozitu, ze kterého může být vyroben výrobek na ošetření povrchů, který lze vhodně použít při leštění materiálů a/nebo zbavení materiálu, jakými jsou například kov a dřevo, oštěpu, přičemž tento způsob zahrnuje:

- a) výrobu načechraného, pružného, třírozměrného netkaného rouna tvořeného organickými vlákny;
- b) potažení větší části vláken uvedeného netkaného rouna předem spojenou prekurzorovou kompozicí za vzniku prvního potaženého rouna;
- c) vystavení prvního potaženého rouna účinku energie, který je postačující pro alespoň částečné vytvrzení prekurzorové kompozice předem spojené základní potahovou vrstvou, za vzniku vláken načechraného, pružného, třírozměrného netkaného předem spojeného rouna;
- d) potažení alespoň části vláken uvedeného předem spojeného rouna vodnou suspenzí zahrnující vodu, abrasivní částice a pojiva za vzniku druhého potaženého rouna, přičemž uvedené pojivo zahrnuje pojivo podle vynálezu;

- e) vystavení uvedeného druhého potaženého rouna vlivu energie dostatečné pro odstranění v podstatě veškeré vody a vzniku v podstatě suchého rouna;
- f) umístění množiny v podstatě suchých roun vedle sebe za vzniku prekurzorového vrstveného kompozitu; a
- g) stlačení uvedeného prekurzorového vrstveného kompozitu tlakem a při teplotě dostatečných pro vznik vrstveného kompozitu.

Výhodné jsou ty způsoby, ve kterých se vrstvený kompozit strojově zpracuje do formy výrobku na ošetření povrchu, jakým je například kotouč, kolo, obdelnicový blok a pod. Rovněž výhodné jsou ty způsoby, ve kterých předem vázaný prekurzor zahrnuje pojivo podle vynálezu.

Čtvrtým znakem vynálezu je způsob výroby výrobku na ošetřování povrchu, který lze vhodně použít jako leštící výrobek, přičemž uvedený způsob zahrnuje:

- a) výrobu nacechraného, pružného, třírozměrného netkaného rouna tvořeného v podstatě hydrofilními organickými vlákny;
- b) potažení větší části uvedených vláken netkaného rouna vodnou kompozicí, která obsahuje vodu a pojivo, za použití účinného tlaku, za vzniku potaženého rouna, přičemž uvedené pojivo zahrnuje pojivo podle vynálezu;

- c) umístění množiny uvedených potažených roun vedle sebe za vzniku prekurzorového vrstveného kompozitu; a
- d) stlačení uvedeného prekurzorového vrstveného kompozitu tlakem a při teplotě dostatečných pro vznik vrstveného kompozitu.

Pátým znakem vynálezu je způsob výroby načechraného, pružného netkaného abrasivního výrobku, přičemž uvedený způsob zahrnuje:

- a) výrobu načechraného, pružného, třírozměrného netkaného rouna organických vláken;
- b) pocuchání organických vláken uvedeného netkaného rouna za vzniku pocuchaného rouna majícího účinnou hustotu;
- c) potažení uvedeného pocuchaného rouna vodnou kompozicí zahrnující vodu a pojivo za vzniku potaženého rouna, přičemž uvedené pojivo zahrnuje pojivo podle vynálezu;
- d) vystavení uvedeného prvního potaženého rouna vlivu energie dostatečnému pro odstranění v podstatě veškeré vody, čímž se vytvoří suché, potažené, pocuchané rouno;
- e) potažení uvedeného suchého, potaženého, pocuchaného rouna suspenzí obsahující abrasivní částice a pojivový prekursor za vzniku suspenzí potaženého rouna; a
- f) vystavení suspenzí potaženého rouna vlivu energie, který bude dostatečný pro v podstatě

úplné vytvrzení pojivového prekurzoru, čímž se získá netkaný výrobek na ošetření povrchů.

Výhodným způsobem v souladu s tímto znakem vynálezu je způsob, ve kterém má výrobek na ošetřování povrchů první a druhé konce, které jsou vzájemně spojeny nebo spleteny tak, že tvoří nekonečný pás. Výraz „účinná hustota“, jak je zde použito, znamená hustotu dostatečně nízkou na to, aby umožnila třískám, nebo jemným kovovým pilinám procházet výsledným výrobkem, ale dostatečně vysokou na to, aby poskytla výrobku vysokou pevnost v tahu jak v příčném, tak v podélném směru.

Šestámi znakem vynálezu je vodná kompozice zahrnující pojivo podle vynálezu.

Výrobky na ošetřování povrchů podle vynálezu jsou zejména účinné při broušení kovů, přičemž jejich účinnost spočívá zejména v jejich velmi nízké špinivosti. Pokud se použije reakční produkt b), může se amino/epoxidová reakční stechiometrie regulovat vznikem distribuce molekul, ve kterých všechny epoxy-skupiny zreagovaly, ale které obsahují méně než požadované množství aminových ekvivalentů pro reakci s isokyanátovými skupinami. Tímto způsobem lze vyrobit relativně tuhý výrobek, který má vysokou tepelnou stabilitu (vysokou teplotu skelného přechodu, přibližně 33°C nebo větší, měřeno diferenčním scannovacím kalorimetrem neboli „DSC“). Pro srovnání, v případě, že se výrobek vyrobený způsobem podle patentu US 4 609 360 (Barnett a kol.) otáčí proti obrobku za podmínek generujících teplo, jakými jsou například vysoký tlak mezi uvedeným kolem a obrobkem a povrchová rychlost, mohou tyto podmínky způsobit, že uvedené kolo určené pro ošetřování

povrchů znečistí povrch uvedeného obrobku nebo se na něj částečně přenesou.

Důležitým znakem vynálezu je to, že výrobky podle vynálezu mohou využít pojiv podle vynálezu, která těmto výrobku propouští vysokou resistenci vůči onybove unave (jinými slovy umožňují deformaci a pronikání výrobku na ošetření povrchu do šterbín a zářezů v kovovém obrobku a jeho následné vrácení do svého původního tvaru v cyklických procesech). Výrobky tohoto charakteru mají střední teplotu skelného přechodu (v rozmezí od 28 do 33°C) a lze je vyrábět regulováním stechiometrie amino/epoxidové reakce ponechávající distribuci molekul obsahující ekvivalentní počet vzájemně reagujících aminových koncových a isokyanatových skupin. Tato stechiometrie poskytuje zesíťovanou strukturu, která je primární strukturou získanou reakcí aminoskupin a epoxidových skupin.

Konečně, výrobky podle vynálezu mohou být formulovány tak, aby byly vysoce ohebné. Tyto výrobky při použití vysokých tlaků a/nebo vysokých povrchových rychlostí značně špiní, ale jsou v podstatě nešpinivé, pokud se použijí nízké tlaky a/nebo povrchové rychlosti. Za účelem dosažení tohoto cíle se formuluje amino/epoxidová reakce tak, aby ponechala distribuci molekul obsahujících více než požadované množství aminových ekvivalentů potřebných pro úplné zreagování s odblokovanými isokyanátovými skupinami. V tomto případě, bude mít získaný polymočovinový reakční produkt mnohem nižší průměrnou molekulovou hmotnost, než produkt získaný při použití výše zmíněného nešpinícího pojiva, což má za následek nižší tepelnou stabilitu (teplota skelného přechodu je nižší než 28°C).

Jak již bylo naznačeno, některá provedení výrobků podle vynálezu mohou být značně agresivní při provádění požadované obrušovací operace, aniž by bylo zapotřebí abrasivních částic. Nicméně, mnoho aplikací jako například odstraňování ořezů ocelových částí nebo aplikování matovací úpravy na nerezavějící ocel si vyžaduje přidání abrasivních částic.

Výhodné částice v rámci vynálezu mohou rovněž zahrnovat v pojivo účinná množství funkčních aditiv, jakými jsou například plniva, ztušovačlá, barviva, změkčovačlá, brusné prostředky a/nebo běžná konvenční maziva (typu zpravidla používaného u výrobku na ošetření povrchu), která dále regulují stupeň špinění.

Pojiva podle vynálezu

1. Reakční produkt předpolymeru a aduktu

Jak již bylo uvedeno, pojivo podle vynálezu zahrnuje materiály zvolené ze skupiny obsahující a) reakční produkt množiny lineárních isokyanátovými skupinami zakončených polyurethanových předpolymerů s aminofunkčním materiálem majícím průměrně alespoň dvě aminové funkční skupiny; b) reakční produkt množiny lineárních isokyanátovými skupinami zakončených polyurethanových předpolymerů s prvním aduktem (dále označovaným jako „reakční produkt předpolymeru a aduktu“), a c) reakční produkt množiny lineárních polyurethanových polymerů majících vysokou molekulovou hmotnost a mající množinu iontových částí s druhým aduktem (dále označovaným jako „reakční produkt iontového polymeru a aduktu“).

Pokud pojivo podle vynálezu zahrnuje reakční produkt polyurethanového předpolymeru a aduktu, poskytuje polyurethanový předpolymer: pojivu podle vynálezu, pokud se vytvrdí, ohebností a odrazovou pružností.

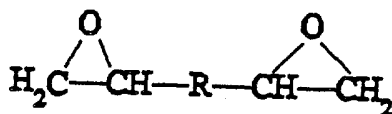
První adukt zase poskytuje síťovací místa (zpravidla a výhodně sekundární hydroxylové části), se kterými mohou isokyanáty polyurethanového předpolymeru reagovat. Uvedený první adukt zahrnuje reakční produkt materiálu s aminovými funkčními skupinami mající průměrně alespoň 2 funkční aminoskupiny a materiálu s epoxidovými skupinami majícího průměrně alespoň dvě funkční epoxy-skupiny. Výraz „materiál mající epoxidové funkční skupiny“ jak je zde uveden, není omezen pouze na oxiran-obsahující materiály, ale může zahrnovat oxetan-obsahující materiály, za předpokladu, že jejich reakce s funkčními aminoskupinami je přijatelná. Výraz „materiál mající funkční aminoskupiny“ znamená materiály zahrnující primární a sekundární aminy.

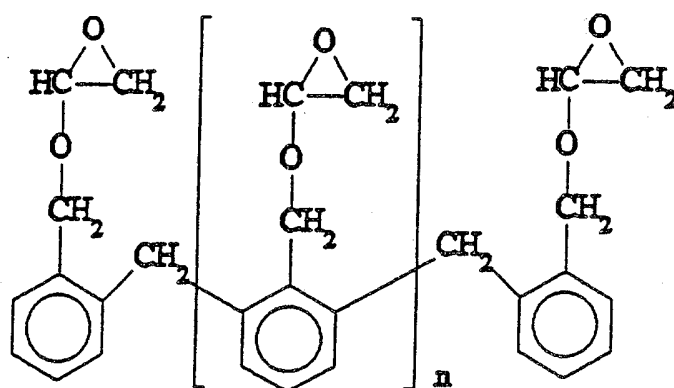
Při přípravě uvedeného prvního aduktu na místě v souladu s níže diskutovanou reakcí 1, přičemž uvedený první adukt má alespoň jeden amin (vyhodně alespoň jeden primární amin) reagující s isokyanáty a alespoň jednu sekundární hydroxylovou část reagující s isokyanáty.

Pokud uvedené pojivo podle vynálezu zahrnuje reakční produkt polyurethanového předpolymeru a aduktu, je výhodně odvozeno z vodné emulze, přičemž uvedené pojivo je připraveno z emulze ketoximem-blokovaného polyurethanového polymeru zreagované s aduktem vznikajícím na místě. Příklady vhodných ketoximem-blokovaných polyurethanových předpolymerů jsou

například ketoximem-blokované polyurethanové předpolymery připravené pomocí způsobů popsaných v patentu US 4 835 210 (Chin, a kol.) v příkladech 1 - 3, (viz níže uvedená reakce 1); „BAYBOND-116“ reakční produkt ketoximem-blokovaného hexametylen-diisokyanátu a polyolu komerčně dodávané společností Miles Inc., Pittsburgh, PA; a další isokyanatem-zakoncené předpolymery, které mohou být uvedeny do reakce s methylethylketoximem v nereakčním organickém rozpouštědle, jakým je N-methylpyrrolidon. Pokud se použije tato forma polyurethanového předpolymeru, uvedený adukt výhodně vznikne z reakčního produktu emulgované epoxidové pryskyřice a epoxidového vytvrzovacího činidla s aminovými funkčními skupinami (materiál s aminovými funkčními skupinami). Pokud je použitým předpolymerem polyurethanový předpolymer známý pod obchodním označením „Adipren L-167“ mající „m“ opakujících se butoxy-jednotek, pohybuje se „m“ v rozmezí od 20 do přibližně 50, přičemž pokud je „m“ vyšší než přibližně 50, může vzniknout voskové pojivo mající příliš nízkou teplotu skelného přechodu, zatímco pokud je „m“ nižší než 20, získají se mnohem tužší výrobky.

Materiál mající epoxidové funkční skupiny představuje prostředek pro regulování tvrdosti pojiva podle vynálezu, pokud je toto pojivo vytvrzeno. Materiál mající epoxidové funkční skupiny je výhodně tvořen materiály zvolenými ze skupiny obsahující materiály s funkčními diepoxy-skupinami mající obecný vzorec



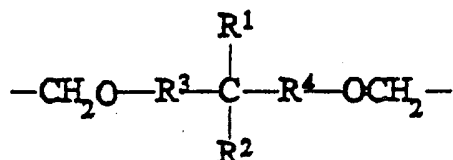


ve kterém n může znamenat 1 až přibližně 10. Vodnou emulzi epoxidové pryskyřice typu novolac lze získat od společnosti Ciba-Geigy Corporation, Hawthorne, NY pod obchodním označením „Ms 9772“.

Materiál s aminovými funkčními skupinami představuje prostředek pro zesíťování pojiva podle vynálezu v průběhu vytvrzování reakčního produktu polyurethanového předpolymeru a aduktu, který musí být reaktivní s materiálem majícím epoxidové funkční skupiny. Zvláště použitelné materiály s aminofunkčními skupinami, které rovněž reagují s uvedeným polyurethanovým předpolymerem potom, co zreagují s materiálem majícím epoxidové funkční skupiny, jsou materiály mající funkční sekundární aminoskupiny nebo primární hydroxylové skupiny.

Příklady použitelných materiálů s funkčními aminoskupinami jsou alicyklické diaminy, jako například isoforondiamin, komerční produkt společnosti Huls America, Inc., a 4,4'-diaminodicyklohexylmethan, dostupný jako hlavní složka v kompozici známé pod obchodním označením „PACM-20“ uváděná na trh společností Air Products and Chemicals, Inc., Allentown, PA; alifatické diaminy, jako například amino-funkční poly(oxyalkylen) sloučeniny dostupné pod obchodním označením „JEFFAMINE“ od společnosti Texaco, Inc., Houston, TX; a

ve kterém R může být jakýkoliv organický radikál pod podmínkou, že uvedený organický radikál nebrání emulgaci materiálu. Výhodně jsou těmito materiály s diepoxidovými funkčními skupinami ty materiály, u nichž je R zvoleno ze skupiny obsahující



kde R^1 a R^2 jsou nezávisle zvoleny ze skupiny obsahující alkylové skupiny mající 1 až přibližně 10 atomů uhlíku, a R^3 a R^4 jsou nezávisle zvoleny ze skupiny obsahující arylové a alkylované arylové radikály mající 6 až přibližně 20 atomů uhlíku. Je zřejmé, že u posledních jmenovaných materiálu, pokud R^3 a R^4 znamená aryl, může být tento aryl alkylovaný. Příkladem použitelného materiálu s epoxidovými funkčními skupinami tohoto typu je vodná disperze známá pod obchodním označením „EPI-REZ CMD-35201“, která je komerčním produktem společnosti Shell Chemicals, Inc., Houston, TX, ve které R^1 a R^2 znamenají metyl a R^3 a R^4 znamenají nesubstituované fenylové části.

Další třídou materiálů s epoxidovými funkčními skupinami vhodných pro použití při výrobě pojiv podle vynálezu jsou ty, kde materiál s epoxidovými funkčními skupinami zahrnuje epoxidovou pryskyřice typu novolac mající obecný vzorec

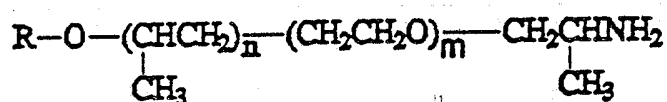
aromatické diaminy, jako například methyldianilin a diethyltoluendiamin. Zpravidla je reaktivita materiálu majícího funkční aminoskupiny při výrobě pojiva podle vynálezu

alifatická > alicyklická > aromatická.

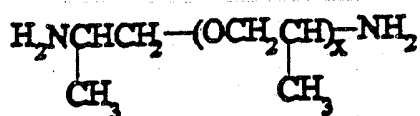
Vzhledem k vysoké reaktivitě alifatických diaminů, jsou výhodnými diaminy alicyklické a aromatické a směsi alicyklických a aromatických diaminů.

Poly(oxyalkylen)sloučeniny, jako například poly(oxyalkylen)aminy (POAA) a poly(oxyalkylen)acylmočoviny mající molekulovou hmotnost v rozmezí od přibližně 90 do přibližně 1000 jsou použitelné materiály s amonovými funkčními skupinami. Uvedené poly(oxyalkylen)sloučeniny použitelné podle vynálezu mohou nebo nemusí mít koncové funkční amino- skupiny.

Použitelné poly(oxyalkylen)sloučeniny, kterými jsou diaminy zvolené ze skupiny zahrnující sloučeniny mající obecné vzorce I, II, III a IV:

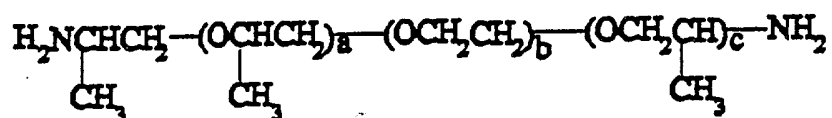


ve kterém R znamená alkylovou skupinu mající 1 až 4 atomy uhlíku a n a m znamenají celá čísla od 0 do 20;



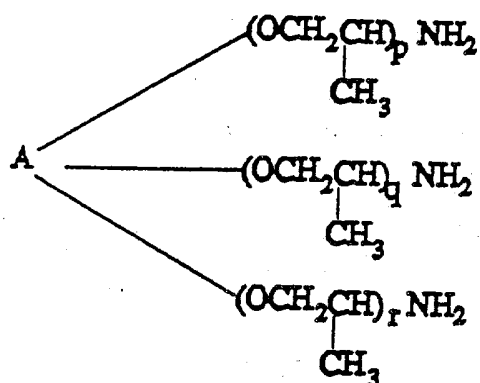
II

ve kterém x znamená celé číslo od 2 do přibližně 20; diaminy zvolené ze skupiny obsahující



III

ve kterém a, b a c znamenají celá čísla, přičemž součet a plus c se pohybuje v rozmezí od 1 do 5, a b v rozmezí od 0 do 20; a poly(oxyalkylen)aminy, které jsou triaminy zvolené ze skupiny obsahující sloučeniny mající obecný vzorec



IV

ve kterém p, q a r jsou celá čísla větší než nula tak, že součet p, q a r se pohybuje v rozmezí od 5 do přibližně 30 a ve kterém A znamená triolový iniciátor, jako například trimethylolpropan, glycerin a pod.

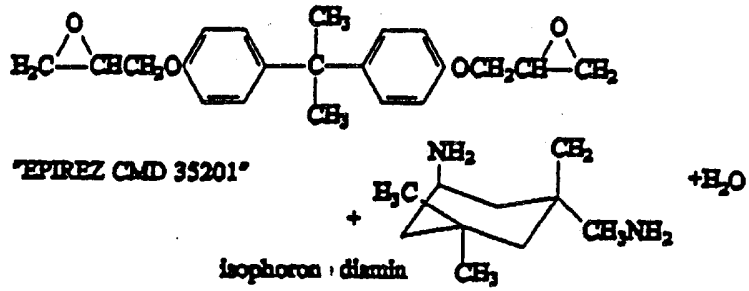
Reprezentativními příklady poly(oxyethylen)aminů, které se používají v praxi podle vynálezu : poly(oxypropylen)diamin, poly(oxyethylen-ko-oxypropylen)diamin, poly(oxyethylen-ko-

oxypropylen)močovina, poly(oxyethylen-ko-oxypropylen)dimočovina a třifunkční reakční produkty glycerinu nebo trimethylolpropanu s hydroxyskupinami zakončeným poly(oxypropylen)aminem.

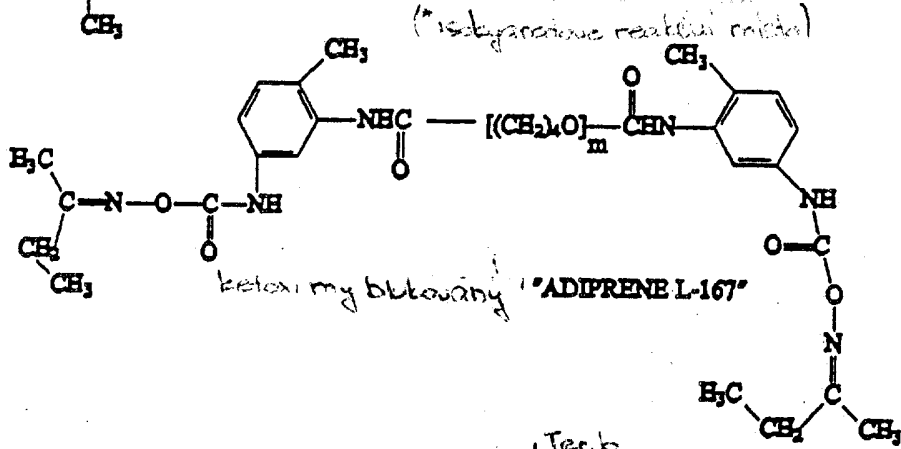
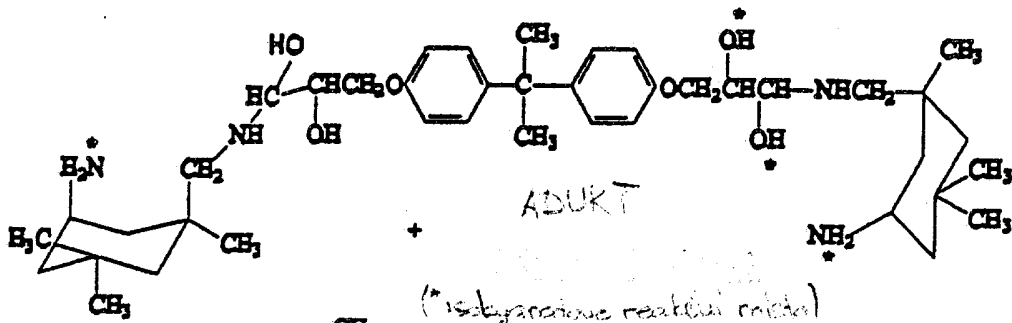
I když se nelze vázat na žádnou určitou teorii, dá se současně předpokládat, že pokud se tři složky pojiva podle vynálezu na bázi reakčního produktu polyurethanového předpolymeru a aduktu smísí, zreagují s epoxidovými skupinami materiálu majícího epoxidové funkční skupiny nejprve reaktivnější funkční skupiny materiálu s funkčními aminoskupinami za vzniku epoxido-aminového aduktu (reakce 1). V případě, že se použijí vodné emulze, se v důsledku ohřívání, po němž následuje odštěpení ketoximové blokační skupiny od polyurethanového předpolymeru, které umožní zreagování nových volných isokyanátových skupin s dostupnými aminoskupinami epoxy-aminového aduktu (reakce 2), odpaří voda. Přesto, že jsou pro reakci s odblokovanými isokyanátovými skupinami polyurethanového předpolymeru rovněž dostupné sekundární hydroxylové skupiny, srovnání celkové relativní reakčnosti jednotlivých skupin vypadá takto:

primární amin > sekundární amin >>> sekundární hydroxyl.

Po ukončení této reakce se pojivo podle vynálezu vyrobené reakcí polyurethanového předpolymeru a aduktu považuje za zcela vytvrzené.

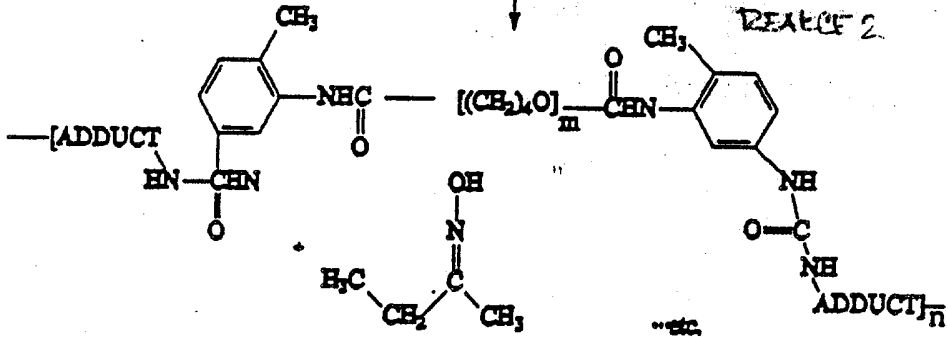


REACTION 1



Teil b

REACTION 2



Jak již bylo uvedeno regulací uvedených ekvivalentů aminu, epoxidu a isokyanátu lze měnit konečnou teplotu skelného přechodu pojiva podle vynálezu vyrobeného způsobem využívajícím reakce polyurethanového předpolymeru a aduktu. Například, ekvivalentní hmotnost isoforondiaminu pro reakci s epoxy-skupinou je 42,5 g/ekvivalent a pro reakci s isokyanátovou skupinou je 85 g/ekvivalent. V systému, ve kterém jsou smíseny epoxidová pryskyřice, diamin a blokovaný diisokyanátpolyurethanový předpolymer, lze množství diaminu regulovat tak, že nastane jeden z následujících tří stavů:

1. Ve směsi je přítomno adekvátní množství ekvivalentů aminu, které reagují jak s epoxidy, tak s isokyanáty přítomnými v uvedené směsi;
2. Ve směsi je přítomno méně než adekvátní množství aminu, které by bylo potřebné pro reakci jak s epoxidy tak s isokyanáty přítomnými ve směsi; a
3. Ve směsi je více než adekvátní množství aminu, které je potřebné pro zreagování jak s přítomnými epoxidy, tak s přítomnými isokyanáty.
4. Čtvrtým stavem potom je stav, kdy v uvedené směsi není přítomna žádná epoxidová pryskyřice.

V nepřítomnosti epoxidové pryskyřice (stav „4“) se použije substechiometrické (například o přibližně 5 až 15% méně než stechiometrické množství, výhodněji o 8 až 10% méně) množství aminu vzhledem k množství blokovaného isokyanátu, takže:

- (i) proběhne zesíťování, které vede k ztuhnutí pojiva, přičemž k zesíťování dochází v důsledku reakce řetězcových koncových isokyanátových částí s močovinovým dusíkem; a
- (ii) generováním amino-částí dochází k růstu řetězce, v případě, že isokyanát reaguje s trvale přítomnou přidanou vlhkostí, a emulze jsou vytvrzeny za okolních podmínek a dodávání tepla. Jak skutečnost (i) tak (ii) poskytují větší tepelnou stabilitu.

Jak je patrné z níže uvedených příkladů 1 až 6, a vysvětleno v předcházející části, ve stavu 2 (příklady 1 a 3) amino-epoxidová reakce ponechává distribuci molekul, ve které všechny epoxidové skupiny zreagovaly, ale obsahují méně než požadované množství aminových ekvivalentů pro reakci s isokyanátovými skupinami. V tomto případě, přebytečné isokyanátové skupiny reagují se sekundárními hydroxylovými skupinami generovanými v kruh otevírající epoxidové reakci a přispívají tak k většímu stupni zesíťování. Výsledné pojivo podle vynálezu je méně pružné, ale tepelně mnohem stabilnější, než pojiva vyráběná ze stavu 3 (příklady 2 a 4). Pojiva podle vynálezu vyrobená za použití stavu 1 vykazují střední hodnoty pružnosti a špinivosti v porovnání s pojivy, při jejichž výrobě se vychází ze stavů 2 a 3. Příklady 7 až 16 dále ukazují vliv na teplotu skelného přechodu fólií vyrobených za pomoci pojiv podle

vynálezu vyrobených reakcí polyurethanového předpolymeru a aduktu.

2. Reakční produkt iontového polyurethanového polymeru a aduktu

Pokud se pojivo podle vynálezu vyrobí z reakčního produktu množiny iontových polyurethanových polymerů s aduktem, poskytne polyurethanový polymer pojivu podle vynálezu po jeho vytvrzení pružnost a odrazovou pružnost (rezilienci). Uvedené polyurethanové polymery mají výhodně vysokou molekulovou hmotnost a jsou vodou dispergovatelné. Výraz „vysoká molekulová hmotnost“, jak je zde použit, znamená že polyurethany použité v pojivu podle vynálezu mají hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost v rozsahu přibližně od 10 000 přibližně do 50 000, výhodněji v rozmezí přibližně od 25 000 přibližně do 35 000.

Zejména výhodnými iontovými polyurethanovými polymery jsou tyto polymery ve formě vodných emulzí, rovněž známé jako polyurethanová „mýdla“. Použitelnými polyurethanovými emulzemi jsou například emulze známé pod obchodním označením „IMPERNIL DLN“ (Miles, Inc.) a „WITCOBOND 290H“ (Witco Corporation, New York, NY). Emulgované polyurethanové polymery použité v rámci vynálezu mohou mít urethanové vazby, močovinové vazby, nebo jak močovinové tak urethanové vazby.

Iontové polyurethanové polymery v emulgované formě mají zpravidla a výhodně jako své iontové části zavěšené karboxylové

nebo sulfonátové skupiny, nebo kvarterní amoniové ionty v hlavním polymerním řetězci. Uvedené iontové části umožňují uvedenému polymeru emulgaci ve vodě. Takové skupiny rovněž umožňují uvedenému polymeru reagovat s epoxy- nebo amino-funkčními částmi. Výhodně je uvedená iontová část zvolena ze skupiny zahrnující zavěšenou karboxylovou část, zavěšenou sulfonátovou část, zavěšenou ammonou část a amonium, které je součástí hlavního řetězce. Výhodnou iontovou částí je zavěšená karboxylová část. Počet iontových částí na polyurethanový polymer je zpravidla a výhodně alespoň jedna iontová skupina na 300 molekulových hmotnostních jednotek uvedeného polymeru, výhodněji přibližně od 5 do přibližně 50 iontových částí na 1000 molekulových hmotnostních jednotek.

Uvedený druhý adukt (připravený jako v níže uvedené reakci 3) představuje reakční produkt materiálu s funkčními aminoskupinami a materiálu s epoxidovými funkčními skupinami, za podmínky, že uvedený druhý adukt má alespoň jednu epoxidovou funkční skupinu reaktivní s uvedenými iontovými částmi a alespoň jednu funkční aminoskupinu reaktivní s uvedenými iontovými částmi.

Materiál s epoxidovými funkčními skupinami představuje prostředek pro regulaci teploty skelného přechodu pojiva podle vynálezu vyrobeného jako reakční produkt iontového polyurethanového polymeru a aduktu, po jeho vytvrzení, jako v případě reakčního produktu polyurethanového předpolymeru a aduktu. Příklady materiálů s epoxidovými funkčními skupinami použitelné v uvedeném vynálezu ve formě vodných disperzí byly již zmíněny a zahrnují materiály známé pod obchodním označením „CMD-35201“, „WD-510“, a „CMD_WJ55-3540“.

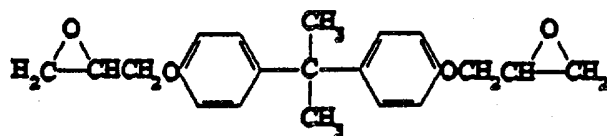
produkty společnosti Shell Chemicals, Inc., Houston, TX, a „MS 9772“, od společnosti Ciba-Geigy.

Materiál s funkčními aminoskupinami umožňuje zesíťování pojiva podle vynálezu vyrobeného za použití reakčního produktu iontového polyurethanu a aduktu během vytvrzování. Mezi použitelné materiály s funkčními aminoskupinami patří materiály uvedené již v předcházející části v souvislosti s reakčním produktem polyurethanového předpolymeru a aduktu, zejména isoforondiamin. Kromě těchto materiálů s funkčními aminoskupinami, může mít druhý adukt množinu epoxidových částí, které mohou reagovat s iontovými částmi iontových polyurethanových polymerů. V těchto provedeních pojiv podle vynálezu, se na místě generuje druhý adukt za použití sloučenin, které iniciují homopolymeraci materiálu s epoxidovými funkčními skupinami. Mezi takové sloučeniny patří například dikyandiamid, imidazolové deriváty, jako například 2-methyl-imidazol, anhydridy organických kyselin a hydrazidy organických kyselin.

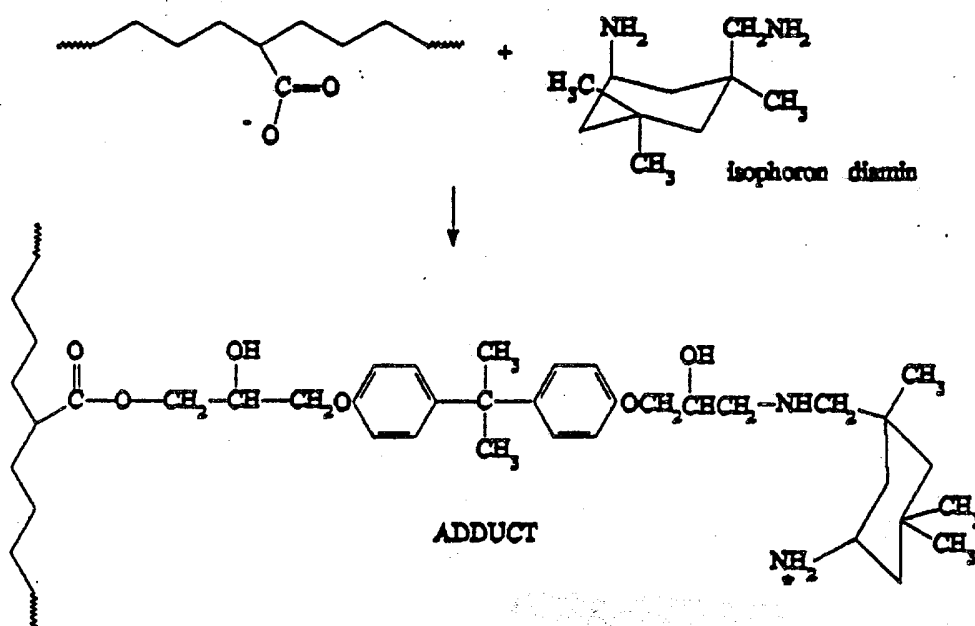
Dá se předpokládat, že pokud se do emulze polyurethanového polymeru přidá materiál mající epoxidové funkční skupiny a materiál mající funkční aminoskupiny, bude s epoxidovými funkčními skupinami epoxy-funkčního materiálu reagovat jak materiál s funkčními aminoskupinami, tak polyurethanový polymer (reakce 3). Protože je reaktivita materiálu s funkčními aminoskupinami s materiálem s epoxidovými funkčními skupinami zpravidla vyšší než reaktivita s materiálu s funkčními aminoskupinami s polyurethanovým polymerem, a protože přebytečné epoxidové části dále reagují s polyurethanem, je výhodné přidat substechiometrické množství materiálu s funkčními aminoskupinami. Výsledný adukt, který má dostupné

nezreagované epoxidové skupiny dále reaguje díky těmto přebytečným epoxidovým skupinám s přebytečnými iontovými částmi na uvedeném polyurethanu za vzniku pevného, tuhého, houževnatého, vytvrzeného pojiva podle vynálezu (reakce 4).

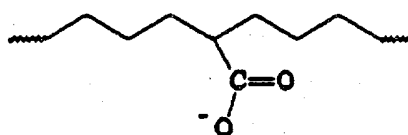
REAKCE 3



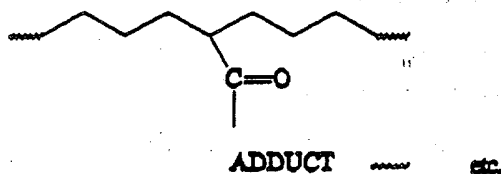
emulgovatelný polyuretan "EPIREZ CMD 35201"



(+ = karboxylové reakční místo)



REAKCE 4



emulgovatelný polyuretan

3. Reakční produkt polyurethanového předpolymeru a aminu

V tomto provedení pojiva podle vynálezu, se množina lineárních zablokovaným isokyanátem zakončených polyurethanových předpolymerů smísí a emulguje s materiálem s funkčními aminoskupinami mající průměrně alespoň 2 funkční aminoskupiny. Pojiva podle vynálezu tohoto charakteru jsou výhodné, protože umožňují inherentně vodou nerozpustným, v organickém rozpouštědle rozpustným špinění regulujícím aditivum, které jsou například popsány v patentu US 4 609 380, homogenní vnesení do uvedené směsi emulgovaného polyurethanového předpolymeru a aminového vytvrzovacího činidla a dosáhnout stabilní emulze.

Zablokovanými polyurethanovými předpolymery a materiály majícími funkční aminoskupiny, které lze použít v tomto aspektu vynálezu jsou předpolymery a materiály popsané již v předcházející části. Příklad přípravy použitelné emulze zablokovaného polyurethanového předpolymeru a materiálu majícího funkční aminoskupiny je uveden v příkladech 1 až 3 patentu US 4 835 210 (Chin a kol.).

Příklad 1 posledně jmenovaného patentového spisu popisuje přípravu isokyanátem zakončeného předpolymeru, při které se pod dusíkem za stálého míchání, pozvolna přidá 63,11 dílů polytetramethylenetherglykolu majícího číselnou průměrnou molekulovou hmotnost přibližně 1000 k 24,56 dílům 2,4-toluendiisokyanátu při teplotě 30-40°C. Současně se vzrůstáním teploty je okolo uvedené reakční nádoby cirkulována chladicí voda za účelem odstranění reakčního tepla. Rychlost přidávání uvedeného polytetramethylenetherglykolu je regulována vzhledem k exotermní povaze uvedené reakce tak, aby teplota nepřekročila 80°C. Teplota je regulována v rozmezí 80°C \pm 5°C po přibližně 2 dvě hodiny nebo do okamžiku, kdy obsah isokyanátu dosáhne 6,4%.

Příklad 2 výše jmenovaného patentového spisu (Chin a kol.) popisuje použití methylethylketoximu pro přípravu ketoximem blokováným isokyanátem zakončeného předpolymeru. Do sto dílů předpolymeru z výše zmíněného příkladu 1 umístěného v reaktoru v dusíkové atmosféře při 50 až 65°C se pozvolna za stálého míchání přidá 14,06 dílů methylethylketoximu (0,35% obsah vody). Rychlost zavádění se reguluje tak, aby teplota reakční směsi nepřekročila 80°C a je nastavena přibližně na 79 až 80°C po dobu jedné hodiny. Obsah volných isokyanátů rychle klesá na nedetekovatelnou úroveň. Kritický faktor dlouhodobé stability ve vodné emulzi, jak naznačuje Chin a kol., vyžaduje, aby měl volný isokyanát nulový nebo pouze nepatrný zbytkový přebytek methylethylketoximových zbytků, které zajištění úplného zablokování všech volných isokyanátů. Uvedená reakční směs se bezprostředně ochladí na 60°C a po ochlazení reakční směsi se rovněž přidá emulgační činidlo (kombinace 1,7 dílů

polyoxyethylensorbitanmonooleátu a 9,7 dílů sorbitanmonooleátu).

Příklad 3 výše uvedeného patentového spisu (Chin a kol. následně vysvětluje postup použitý pro přípravu vodného dispergovaného předpolymeru pomocí p,p'-methyldianilinu. Roztavený p,p'-methyldianilin („MDA“) se připravil jeho předehtím na 100°C. Potom se do 53,87 dílů emulgovatelného, dispergovatelného předpolymeru připraveného způsobem popsaným v příkladu 2, který se předehtál na 60 až 70°C pozvolna a za stálého míchání přidá 6,13 dílů. Teplota konečné směsi je 65 až 70°C. Výsledná směs se za prudkého přidání do 40 dílů vody rovněž zahřáté na 65 až 71°C. Potom co se celá směs předpolymeru a MDA přidá do vody a míchá přibližně 1,5 minuty, odstaví se uvedená disperze z tepla a ochladí se.

Samozřejmě, že lze podobně použít další dříve zmíněné polyurethanové předpolymery a materiály mající funkční aminoskupiny.

Jak vysvětlují příklady 34 až 36 podle vynálezu, pokud se použije polyurethanový předpolymer a materiál mající funkční aminoskupiny, mohou se slučitelná špinění-redukující aditiva, výhodně polymery, jakými jsou například polymery popsané v patentu US 4 609 380 (Barnett), vnést do uvedené emulze za použití vhodných organických rozpouštědel a povrchově aktivních činidel. Slučitelné špinění redukující polymery mají teplotu skelného přechodu vyšší než přibližně 50°C. Uvedený slučitelný polymer může vykazovat reaktivitu vůči polyurethanovému předpolymeru/materiálu majícímu funkční aminoskupiny, nebo s nimi může pouze tvořit fyzikální směs. Molekulová hmotnost

uvedeného slučitelného polymeru je zpravidla vyšší než 2000. Mezi použitelné slučitelné polymery lze zahrnout například fenoxypřyskyřici prodávanou pod obchodním označením „UCAR“ Fenoxypřyskyřice společnosti Union Carbide Chemical Corporation, epoxypřyskyřici na bázi bisfenolu A prodávanou pod obchodním označením „Epon“ 1007F společnosti Shell Chemical Company, částečně hydrolyzovaný kopolymer vinylchloridu a vinylacetátu se střední molekulovou hmotností prodávaný pod obchodním označením „UCAR“ VAGH-1 společnosti Union Carbide Chemical Corporation, a kopolymer styrenu a allylalkoholu prodávaný pod obchodním označením „RJ-100“ společnosti Monsanto Polymers a PetroChemical Company.

Směsi reakčního produktu polyurethanového předpolymeru/materiálu majícího funkční aminoskupiny a slučitelného špinu-redukujícího polymeru by měla mít teplotu skelného přechodu alespoň 40°C, výhodně alespoň přibližně 50°C.

Organická rozpouštědla použitelná při rozpouštění zahrnují alkoxyalkoholacetáty, jako například ethoxyethanolacetát. Pokud je pro rozpouštění slučitelného polymeru žádoucí vysoké množství organického rozpouštědla, je třeba použít pro udržení stabilní emulze zablokovaného předpolymeru/materiálu majícího funkční aminoskupiny/slučitelného polymeru rovněž zvýšená množství povrchově aktivního činidla. Bylo zjištěno, že jedním použitelným povrchově aktivním činidlem je stearát litný, obecně známé mazivo, ale postačující by měly být i veškeré oleje, mastné kyseliny nebo estery na bázi ropy. Pokud se použije stearát litný, přidává se zpravidla jako suspenze ve vhodném organickém rozpouštědle, jakým je například ethoxyethanolacetát, přičemž

hmotnostní poměr povrchově aktivního činidla : organickému rozpouštědlu se pohybuje v rozmezí přibližně od 1:2 přibližně do 2:1.

Nebo, pokud uvedené pojivové prekurzorové emulze podle tohoto znaku vynálezu nezahrnují špinění-redukující slučitelny polymer a související organické rozpouštědlo a povrchově aktivní činidlo, musí pojivová prekurzorová emulze zahrnovat zahušřovadlo, jakým je například karboxymethylcelulóza a další níže zmíněné, takže uvedená emulze je potažitelná.

Pojiva podle vynálezu vyrobená některým výše zmíněným reakčních způsobů mohou být buď v rozpustná v organickém rozpouštědle nebo jimi mohou být termosety a v nemodifikovaném, vytvrzeném nebo vysušeném stavu, výhodně mají mezní pevnost v tahu alespoň 20×10^6 Pa a protažení v lomu alespoň 100%. Tyto fyzikální vlastnosti pojiv podle vynálezu lze poněkud snížit přidáním maziv a/nebo dalších funkčních aditiv nebo plniv, pokud jsou použity, ale i bez takového snížení pojivo podle vynálezu adekvátně plní svou funkci, co se týče přilnutí k uvedené organické matici.

Pojiva podle vynálezu mohou obsahovat případná funkční aditiva nebo plniva, jako například barviva, ztužovadla, změkčovadla, brisné prostředky, a/nebo běžná maziva typu současně používaného v výrobcích na ošetření povrchů za účelem nastavení nešpinivosti.

Mezi konvenční maziva mohou patřit například kovové stearáty, jako například stearát litný a stearát zinku, nebo materiály, jako například disulfid molybdenu a pod. I když je

známo, že tato maziva poněkud snižují špinivost, výrobky podle vynálezu obsahující pojivový systém podle vynálezu a běžné mazivo mají neočekávaně zvýšenou odolnost vůči špinění oproti běžným pojivovým systémům obsahujícím mazivo.

Mezi barviva patří například anorganické pigmenty, organická barviva a pod. Zhušťovadla mohou zahrnovat například krátká organická nebo anorganická vlákna, kuličky nebo částice. Brusnými prostředky mohou být materiály, jakými jsou například poly(vinylchlorid), fluorborát draselný a pod. Mezi plniva lze zařadit uhličitan vápenatý, a další materiály, které jsou zejména inertní co se týče funkčnosti uvedených výrobků. Mezi změkčovadla lze zařadit například estery kyseliny ftalové, oleje a další materiály s relativně nízkou molekulovou hmotností.

I když pro mnoho aplikací výrobků podle vynálezu nejsou nezbytné, mohou být do uvedeného pojivového systému přidány abrasivní částice, které učiní působení výrobku na ošetření povrchů na obrobek mnohem agresivnějším. Takovými abrasivními částicemi, pokud se použijí pro výrobu uvedených povrch-ošetrujících výrobků podle vynálezu, mohou být jakékoliv známé abrasivní materiály běžně používané v oblasti brusných prostředků. Velikost a typ abrasivních granulí jsou velikost a typ běžně používané při výrobě výrobků na ošetření povrchů. Mezi vhodné abrasivní částice patří například částice karbidu křemičitého, oxidu hlinitého, oxidu ceričitého, kubický nitrid bóru, granát, pemza, písek, smírek, slída, kamínky, mastek, korundum, křemen, diamant, karbid bóru, slinutý kysličník hlinitý, keramický materiál na bázi alfa aluminy (produkt společnosti Minnesota Mining and Manufacturing Company, St. Paul, MN s obchodním označením „CUBITRON“) a jejich směsi. V rámci vynálezu mohou

rovněž nalézt uplatněné aglomerované abrasivní částice, které jsou popsány například v patentech US 4 652 275 a 4 799 939.

Vodné potahovatelné kompozice

Jak již bylo uvedeno, výhodná pojiva podle vynálezu jsou aplikována na organickou matrici ve formě vodných kompozic (emulzí, disperzí nebo suspenzí) zahrnujících reakční produkt polyurethanového předpolymeru a aduktu, reakční produkt iontového polyurethanového polymeru a aduktu a/nebo zablokovaného polyurethanového předpolymeru a materiálu s aminoovými funkčními skupinami. Vodné kompozice mohou zahrnovat změkčovadla, modifikátory viskozity, brusné prostředky a abrasivní částice, poslední jmenované v případě vodných suspenzí.

Zahušřovadla lze použít pro nastavení viskozity vodného nebo organického rozpouštědla dispergovaného pojivového systému, pokud se například použije v kapalném stavu, za účelem poskytnutí snadno potahovatelné kompozice. Mezi vhodná zahušřovadla patří například karboxymethylcelulóza, guaranová guma, gumový tragant, hom- a kopolymery poly(vinylalkoholu), methylcelulóza, modifikovaný škrob a pod.

Organická matrice

Uvedená organická matrice poskytuje pevnost a strukturní integritu výrobkům na ošetření povrchů podle vynálezu. Základním úkolem uvedené organické matrice je poskytnout substrát pro pojivo podle vynálezu a další pojiva.

Uvedenou organickou maticí může být buď pevný nebo napěněný organický polymer nebo netkané rouno tvořené organickými vlákny, výhodně hydrofilními organickými vlákny. Pokud se použijí hydrofilní organická vlákna, lze eliminovat nebo redukovat ohřívání tím, že budou uvedená vlákna absorbovat vodu z emulgovaného pojiva. Příkladem načechraného netkaného rouna vyrobeného ze zvlněné chemické stříže spojené v místech styku s pojivem, které obsahuje abrasivní částice popsané v patentu US 2 958 593 (Hoover a kol.). Patent US 4 227 350 (Fitzer) popisující matici tvořenou třírozměrně zvlněnými vnitřně do záběru uvedenými autogenně spojenými kontinuálními vlákny.

Uvedená organická matrice může být tvořena termoplastickou organickou chemickou stříží, jakou je například nylon (polyamid), polyester, nebo kombinací termoplastické a celulózové chemické stříže, jako například viskózovým hedvábím. Výhodnými termoplastickými vlákny jsou nylonová vlákna, zejména nylon 6,6. Pokud se použije kombinace termoplastických organických vláken a celulózových vláken, potom uvedená celulózová vlákna představují přibližně 5 až 50 hmotnostních procent celkové hmotnosti rouna. uvedená chemická stříž má výhodně přibližně 3 až 300 denierů a délku v rozmezí přibližně od 10 do 200 nm.

Výrobky na ošetření povrchů

Výrobky na ošetření povrchů podle vynálezumohou mít jakoukoliv z celé řady různých konvenčních forem, jakými jsou

například fólie, bloky, pásy, pruhy, kartáče, rotační chlopně, disky nebo pevná popř. napěněná kola. Zvláště použitelnými formami jsou kola ve formě koutouče nebo přímý (rotační) válec jejichž rozměry, mohou být velmi malé, například výška válce řádově několik milimetrů, nebo velmi velké, řádově dva metry nebo více, a jejich průměr může být velmi malý, například řádově pár centimetrů, nebo velmi velký, například jeden metr nebo více. Uvedená kola mají zpravidla středový otvor pro zavedení vhodného vřetene, hřídele nebo dalšího mechaanického úchopného prostředku, který umožní uvedenému kolu, aby se při použití otáčelo. Rozměry a konfigurace kola, nosný prostředek a rotační prostředek jsou v daném oboru dobře známy. Použitelný přehled různých forem kol použitých u výrobků na ošetření povrchů, které lze vyrobit za použití pojiv podle vynálezu, je popsán v publikaci „3M Wheels“, publikované v roce 1990 společností Minnesota Mining and Manufacturing Company, St. Paul, MN („3M“).

Výrobky na ošetření povrchů podle vynálezu, u kterých je organická matrice zalita pojivem, lze vyrobit vytvořením vrstveného kompozitu. Vrstvené kompozity (známé v daném oboru jako „plátky“) mohou být vyrobeny nařezáním, proděravěním nebo jiným strojovým zpracováním nevytvrzených nebo částečně vytvrzených rovin do fólií nebo kotoučů, které jsou na sebe následně naskládány a potom stlačeny a vytvrzeny za vzniku plátek s vyšší hustotou. Taková nařezání, proděravění a další strojové zpracování jsou v daném oboru dobře známá.

Vrstvený kompozit lze použít jako zdroj množiny výrobků podle vynálezu, z nichž každý má různé průměry, nebo všechny mají stejný průměr, podle požadavků uživatele. Výrobky podle

vynálezu mohou být vyrobeny z vrstvených kompozitů použitím vhodných technik strojového zpracování, které jsou rovněž v daném oboru dobře známé. Tvar kola může být například ražen ocelovým razníkem z plátku uvedeného vrstveného kompozitu. Kromě toho, lze pásy, pruhy nebo podlouhlé segmenty vrstveného kompozitu spirálově navinout do tvaru kola, zatímco je uvedené pojivo nevytvrzené nebo částečně vytvrzené a po dosažení požadovaného tvaru kola následně zcela vytvrzeno.

Stručný popis obrázků

Obr. 1 schematicky znázorňuje perspektivní pohled na leštící kolo 10 podle vynálezu;

obr. 2 schematicky znázorňuje perspektivní pohled na otřepy odstraňující kolo 20 podle vynálezu, které je podobné ve všech ohledech leštícímu kolu 10 z obrázku 1;

obr. 3 a 3a schematicky znázorňují zvětšený perspektivní a bokorysný pohled na chlopňový kartáč 30 podle vynálezu; a

obr. 4 schematicky perspektivně znázorňuje nekonečný netkaný abrasivní pás 40.

Jak již bylo uvedeno obrázek 1 perspektivně a schematicky znázorňuje leštící kolo 10 podle vynálezu. Uvedené kolo 10, jak je znázorněno zahrnuje množinu netkaných roun 12 sloužících jako organická matrice. Každé rouno bylo nejprve zalito pojivovým systémem 14 tvořeným částečně nebo zcela již popsáním pojivem podle vynálezu. Uvedená rouna byla následně

naskládána jedno na druhé a následně stlačena do znázorněného tvaru. Typickým stlačovacím tlakem je tlak pohybující se v rozmezí přibližně od $3,5 \text{ kg/cm}^2$ přibližně do $6,3 \text{ kg/cm}^2$, přičemž typickými teplotami jsou teploty přibližně od 100°C do 135°C . Kolo 10 je zpravidla vybaveno příslušným hřídelovým otvorem 16 a může tedy být k uvedenému nástroji připevněno.

Na obrázku 2 je znázorněno kolo 20 určené k odstraňování oštěpů je ve všech aspektech podobné leštícímu kolu 10 znázorněnému na obrázku 1 s výjimkou toho, že navíc v uvedeném pojivu zahrnuje abrasivní částice 18.

Chlopňový kartáč 30 obsahuje množinu načechranych, otevřených třírozměrných netkaných výrobků 32, které jsou podél jednoho hlavního povrchu připevněny k jádru 34 tak, že hroty uvedených vláken 36 vystupují vhodným způsobem pro broušení obrobku. Obrázek 3a znázorňuje chlopňový kartáč z obrázku 3 ve zvětšeném měřítku při otáčení provozní rychlostí ve směru naznačeném šipkou. Z obrázku je patrné, že jednotlivé netkaané výrobky 32 jsou ve skutečnosti vzájemně oddělené, ačkoliv se chlopňový kartáč, pokud je v klidovém stavu (viz obr. 3), může jevit jako celistvý výrobek.

Nekonečný netkaný abrasivní pás 40 znázorněný na obrázku 4 je tvořen množinou organických vláken 42 vzájemně spojených buď zamotáním (například vodným zamotáním nebo jehlováním) a/nebo pojivovým systémem zahrnujícím pojivo podle vynálezu. Alternativně mohou být vlákna zamotána tím, že se použijí zvlněná vlákna. Výrobky tohoto charakteru mohou zahrnovat abrasivní částice spojené s uvedenými vlákny pomocí pojivového systému a často používají zadní vrstvu, která dosedá na styková

kola s motorovým pohonem. Taková zadní vrstva může být zvolena z polymerních fólií, například nylonových a polyesterových. Výrobky typu znázorněného na obrázku 4 lze použít pro různé účely v čteně leštění a zdrsňování kovů lze je použít v kombinaci s lešticími sločeninami (tyčinka, spray nebo vlhke brusné kaly).

Jak je patrné výše uvedené diskuse, výrobky na ošetření povrchů podle vynálezu lze vhodně použít v celé řadě aplikací. Lze je přizpůsobit pro použití na povrchy obrobků vyrobených různých materiálů včetně dřeva, kovu, umělých hmot, kompozitů, skla, keramiky, cementu a dalších. Lze je navrhnout pro účely agresivního odstraňování materiálu z obrobku, čištění obrobku při přípravě na barvení, leštění povrchu nebo stírání povrchu za účelem odstranění tekutiny z tohoto povrchu atd.

Výhodné výrobky na ošetření povrchu podle vynálezu mohou zahrnovat množinu pojiv, ačkoliv pouze pojivo podle vynálezu je podstatné pro dosažení uvedeného přínosu. Vlákná netkaaného rouna, které je znázorněno na obrázku 4, mohou být například lehce potažena tvrdým termosetovým pojivem nebo houževnatým elastomerním pojivem, který vytvoří podklad pro následné pojivové potahové vrstvy. Na uvedenou první vrstvu lze aplikovat druhou potaahovou vrstvu, která má uvedená vlákna dále spevnit, učinit tvrdšími, houževnatějšími a/nebo poskytnout uvedenému kompozitu abrasivnější částice. Následně lze aplikovat třetí potahovou vrstvu za účelem dalšího poskytnutí abrasivních částic a dalšího zpevnění výrobku. Pojivo podle vynálezu lze použít ppro jakoukoliv pojivovou potahovou vrstvu nebo pro všechny tyto vrstvy a, jak je zde uvedeno, je schopné dodat všechny vlastnosti potřebné pro výrobu takové kompozice.

Zkušební metody

TEST NA ŠPINIVOST

Způsob použitý k testování tendencí kola na ošetření povrchu přenášet své části na uvedený ošetřovaný obrobek, neboli k testování jeho špinivosti byl následující.

Kola s průměrem 75 mm a 9,5 mm středovým otvorem, jehož tloušťka je 6 mm se přimontovala na vřeteno pneumaticky poháněného nástroje, který se otáčel nezatížený rychlostí 13500 až 14200 otáček za hodinu. Uvedený nástroj byl nesen ve stacionární poloze a zatížen silou kola proti testovanému obrobku. Uvedené otáčející se kolo bylo zatíženo 35,6 N (neboli silou dostatečnou pro zašpinění kontrolního srovnávacího vzorku) proti titanové desce o rozměrech 60 mm x 300 mm, která byla namontována na přesuvnu, která se pohybuje, což způsobí, že uvedené kolo vytvoří na uvedené kovové desce při rychlosti 25 mm/s dráhu dlouhou 200 mm.

Pro srovnávací účely, byla tendence výrobku přenášet svůj materiál na uvedený obrobek subjektivně zhodnocena podle následujícího schématu:

Hodnocení	Pozorování
1	žádný přesun
2	velmi nepatrný přesun
3	značný a nežádoucí přesun
8	velký přesun
10	obrovský přesun

Výhody a další znaky vynálezu budou dále objasněny pomocí následujících příkladů, které mají pouze ilustrativní charakter a nikterak neomezují rozsah vynálezu, který je jednoznačně určen přiloženými patentovými nároky. Všechny díly, pokud nebude uvedeno jinak, jsou hmotnostní díly.

Příklady provedení vynálezu

Příklady 1 až 6

Z 13 denierové nylonové (nylon 6,6) 38 mm stříže bylo na rounotvořícím stroji dostupném pod obchodním označením „Rando Webber“ připraveno 15 mm silné nízkohustotní netkané rouno vážící 80 g/m^2 . Výsledné nízkohustotní rouno bylo pomocí válečku potaženo základovou pryskyřicí, která představuje suchý hmotnostní přírůstek 45 g/m^2 za použití potahovacího roztoku obsahujícího 39,3% xylolu, 16,1% roztoku tvořeného 35 díly methyldianilinu (MDA) a 65 díly 2-ethoxyethanolacetátu, 44,6% ketooximem blokovaného poly-1,4-bytylenglykoldiisokyanátu majícího molekulovou hmotnost přibližně 1500 (prodávány pod obchodním označením „ADIPRENE BL_16“ společností Uniroyal Corporation), a stopové množství silikonového odpěňovače. Uvedená základová pryskyřice se vytvrdila do nelepivého stavu protažením uvedeného potaženého rouna konvenční pecí, jejíž teplotase udržuje na 150°C , přičemž doba setrvání uvedeného rouna v peci byla přibližně 7 minut. Výsledné netkané rouno potažené

základní potahovou vrstvou bylo přibližně 10 mm silné jeho hmotnost byla přibližně 126 g/m².

Pro příklady 1 až 5, se na výše zmíněnou základní potahovou vrstvu aplikovala suspenzní kompozice obsahující 3% vodného gelu „METHOCEL F4M“ methylcelulóзовého modifikátoru viskozity, isoforondiamin, změkčenou vodu z vodovodu, ketoximem blokový diisokyanátový předpolymer vyrobený podle příkladů 1 a 2 patentového spisu US 4 835 210 (Chin a kol.), „EPI-REZ CMD-35201“ epoxidový předpolymer, stopové množství silikonového odpěnovače („Q2“, společnosti Dow Corning, Midland, Michigan) a 1:1 směs 150 zrn a 180 zrn abrasivního karbidu křemíku v množstvích uvedených v tabulce 1. Uvedené složky byly přidávány do uvedené směšovací nádoby v uvedeném pořadí a uvedená směs byla kontinuálně míchána klíčkovým míchadlem. Příklady 1 až 5 se liší pouze v poměru isoforondiaminu : „EPI-REZ CMD-35201“ a v množství minerálu : celkovému množství pryskyřicových složek. Potahování suspenzí se provádělo za použití dvouválcového potahovače, u kterého byl spodní válec nabaluje suspenzi z potahovací misky přidržované pod uvedeným válcem zatímco nůž na stírání barvy roztíral stejnou suspenzi na uvedený horní válec. Uvedené rouno se základovou potahovou vrstvou se protahovalo mezi uvedenými pásy a tlak mezi uvedenými pásy byl nastaven tak, aby se dosáhlo požadované hmotnosti potahové vrstvy a takto potažené rouno se protahovalo pecí, jejíž teplota byla nastavena na 150°C, přibližně 7 minut. Na konci pece je většinou veškerá voda z potahové vrstvy odtažena a uvedené rouno si ponechalo zbytek uvedených složek. Potažené rouno bylo stabilní vůči dalším reakcím, pokud se nezahřálo, nelepilo na dotek a manipulace s ním v rámci další kompletace výrobků na ošetření povrchů byla

snadná. Nebyl zpozorován žádný ketoximový zápach, což je známkou toho, že uvedený zablokovaný urethanový předpolymer ještě nezreagoval s uvedenou pryskyřicí.

Příklad 6 se připravil stejně jako příklady 1 až 5 s výjimkou toho, že se isoforondiamin nahradil smísenou diaminovou kompozicí, jejíž hlavní složkou je 4,4'-diaminodicyklohexylmethan, produkt společnosti Air Products and Chemicals Co., s obchodním označením „PACM-20“.

Kola určená na ošetření povrchů pro provádění testů byly vyrobeny z potaženého rouna následujícím způsobem: Osm 600 mm-čtvercových dilů potaženého rouna se naskládalo na sebe a umístilo do lisu s lisovací deskou ohřátého na 135°C, stlačilo na 25 mm za použití vakuové hadice připojené skrze obklopující mezikus a držen pod tlakem 35 minut při teplotě tlačné desky, zatímco se na uzavřený prostorv desce aplikuje sání. Po uplynutí této doby, byly uvedené vytvrzené desky vyjmuty a dále odplyněny v peci při atmosferickém tlaku a 135°C po dobu 90 minut. V závěru způsobu výroby těchto desek, byla uvedená deska ochlazená na pokojovou teplotu a pomocí vývrtníku se vyřízla 25mm silná kola na ošetření povrchu s vnějším průměrem 203 mm a s násadovým otvorem 31,8 mm.

Kola určená pro testování špinivosti se vyrobila následujícím způsobem. Tři 305mm čtvercové segmenty částečně vysušeného pryskyřicí potaženého rouna byly položeny na sebe a umístěny do deskového lisu vyhřátého na 135°C. Materiál uvedeného rouna se stlačil na 6 mm a přidržel ve stlačeném stavu po dobu 15 minut za vzniku abrasivní desky. Částečně vytvrzená abrasivní deska se následně vyjmula z uvedeného lisu a

vytvdřila v běžné vzduchové peci, kde se ponechala po dobu 90 minut při teplotě 135°C. Potom, co se nechala vytvrzená deska vychladnout na pokojovou teplotu, se z 6 mm tlusté desky vykrojila kola mající průměr 75 mm a 9,5 mm středový otvor. Jako srovnávací kolo pro porovnání špinivosti se vyrobilo kolo popsané v příkladu 11 patentového spisu jehož autorem je Barnett a kol. Ve srovnávacím testu Barnett a kol. versus tento vynález, byly použity takové testovací tlaky, při kterých jedno z uvedených dvou porovnávaných kol při působení na uvedený titanový vzorek tento vzorek ztelně zašpinilo.

Kola v příkladech 1 až 5 měla tvrdost 80 ± 5 Shore A. Kolo v příkladu 6 mělo tvrdost 60 ± 10 Shore A.

Kola v příkladech 1 až 5 byla testována tak, že se měřila doba potřebná pro zahlazení škrábanců na vzorcích o rozměrech 76 x 152 x 1,6 mm z nerezavějící oceli, které byly vytvořeny odřením každého vzorku pomocí potaženého abrasivního pásu 36. Kola v příkladech 1 až 4 zahladila uvedené škrábance do pozadí přibližně během 10 sekund. Kolu v příkladu 5 toto zahlazení škrábanců trvalo dvakrát tak dlouho.

Výsledky testu kola v příkladu 6 demonstrovaly, že toto kolo bylo za stejných odíracích podmínek jako v příkladech 1 až 5, mnohem pružnější a umožnilo čištění a leštění vnitřních povrchů 3,2 mm hlubokých drážek v ocelových výrobcích.

Srovnávací příklad A

Srovnávací příklad A se připravil podle příkladu 11 patentu US 4 609 380.

Netkané roouno opatřené základovou potahovou vrstvou se vyrobilo stejným způsobem, který byl již popsán v příkladech 1 až 6.

Adhezivní pojivo obsahující 39,8% diethylenglykolmonoethyletheru, 59% bázi katalyzované fenolformaldehydové pryskyřice mající 70% netěkavých podílů, 1,2% vodného roztoku hydroxidu sodného (NaOH : H₂O 1:1) a 0,06% fluorchemického povrchově aktivního činidla (od společnosti Minnesota Mining and Manufacturing Company s obchodním označením „FC 170“) se pomocí válce nanoslo na a do výše popsaného rouna opatřené základovou potahovou vrstvou, přičemž nanos činil 54 g/m² (rozumí se suchá hmotnost). Na celé mokřím adhezivem potažené rouno byly rovnoměrně nanoseny abrasivní částice karbidu křemíku jakosti 100 (průměrná velikost částic 140 mikrometrů) při rychlosti 850 g/m² dispergováním abrasivních částic do proudu vzduchu, který byl současně nasměrován na obě strany uvedeného rouna.

Následně byla na uvedené potažené rouno aplikována šlichtová potahová vrstva obsahující 31,8% urethanový předpolymer mající zablokované diisokyanátové funkční skupiny známý pod obchodním označením „ADIPRENE L-315“ (urethanový předpolymer mající diisokyanátové funkční skupiny zablokované přidáním 14,8% 2-butanonoximem a 11,1% 2-ethoxyethanolacetátem (v současnosti dostupný jako produkt společnosti Uniroyal s obchodním označením „ADIPRENE BL-31“), 4,8% 4,4'-methylen-bis-anilinu (MDA), 4,5% stearátu litného (maziva), 1,4% xylolu (rozpuštědla), 45,2% 2-

ethoxyethanolacetátu (rozpouštědla), a 12,3% „UCAR“ Phenoxy PKHH (fenoxy-pryskyřice mající molekulovou hmotnost přibližně 30 000, produkt společnosti Union Carbide Chemical Corporation), přičemž suchý přírůstek činil 32% (vztaženo na již předem potažené rouno). Šlichtou potažené rouno bylo následně protahováno konvenční pecí, ve které byla udržována teplota 70°C, po dobu přibližně 4 minut za účelem částečného vysušení a odstranění skoro všech 8,5% těkavých složek, vztaženo na konečnou hmotnost suchého potaženého rouna.

Kola určená pro testování špinivosti se připravila z výše zmíněného potaženého rouna již popsáním postupem. Test špinivosti, jak již byl popsán se prováděl za použití tlaku mezi titanovým vzorkem a kolem na ošetřování povrchů, který je dostačující pro to, aby uvedené srovnávací kolo z příkladu A viditelně zašpinilo uvedený titanový vzorek. Stejný tlak se následně použije pro testování kol v příkladech 1 a 4. Výsledky srovnávacího testu špinivosti mezi příkladem 1 a 4 podle vynálezu a srovnávacím příkladem A jsou uvedeny v tabulce 2.

Tabulka 2

	Srovnávací příklad A	Příklad 1	Příklad 4
Špinivost	3 - 4	1 - 2	9

Příklady 7-16

Příklady 7 až 16 demonstrují regulování teploty skelného bodu (T_g) a tím i tvrdosti a/nebo pružnosti v širokém rozmezí,

kterého lze dosáhnout podle vynálezu. Pojivové systémy těchto příkladů se připravily stejně jako v příkladu 1, s výjimkou toho, že zahrnují kompozice naznačené v tabulce 3 a neobsahují abrasivní částice. Tyto pojivové systémy se nalily na polyesterové fólie do tloušťky 0,25 mm a v konvenční peci se zcela vytvrdily při teplotě 120°C za vzniku čiré fólie. Příklady 7 a 16 se liší relativním množstvím epoxidového prekurzoru a polyurethanového prekurzoru použitých při přípravě jednotlivých příkladů. Tabulka 3 rovněž ukazuje T_g každé vytvrzovací kompozice. Příklady 7 až 12 produkují tvrdé a křehké vytvrzené polymery. Příklad 13 ukazuje viditelné zvýšení odolnosti vůči ohybové únavě. Příklady 14 až 16 byly pružné a ohebné, což demonstruje široké rozmezí dosažených materiálových vlastností.

Příklady 17 a 18

Příklady 17 a 18 a srovnávací příklad B ilustrují přínos vynálezu v případě, že se použije pro výrobu leštících nebo stíracích výrobků.

Příklad 17 se připraví z kompozice obsahující 69 % „IMPERNIL DLN“ urethanové emulze (od společnosti Miles, Inc.), 8 % „EPI-REZ CMD-35201“ (produkt společnosti Rhone Poulenc), 8 % 3% roztoku „METHOCEL F4M“ (produkt společnosti Dow Chemical Company) ve vodě a 15 % vody. Tato kompozice nezahrnuje žádné abrasivní částice. Všechny přísady byly smíseny v uvedeném pořadí a míchány za vzniku homogení potahovatelné kapalné emulze. Takto připravená emulze se nanese na netkanou textilii 6 denierové stříže nylonu 6,6 vážící

157 g/m² použitím dvoouválcového potahovače. Pravoúhlé díly s rozměry 228 mm x 280 mm se protahly potahovačem, takže každý díl vážící přibližně 10 gramů přijme přibližně 3 gramy (suchá váha) pryskyřicového potahového materiálu. Uvedená netkaná textilie zcela absorbovala uvedenou pryskyřicovou směs, v případě, že se uvedený potahový materiál aplikuje za tlaku přibližně 3,52 kg/cm². Potážené díly, které byly v podstatě suché na dotek se zpracovaly na desky, které měly 12, 16 a 18 vrstev na palec tak, že se výše zmíněné stohy potážených textilií umístí mezi desky deskového lisu ohřáté na teplotu přibližně 107°C. Uvedené stohy textilií se stlačí na tloušťku přibližně 25 mm, zatímco se vytvoření podtlaku alespoň 3 524 Pa a tlak desek se udržuje na 12 kg/cm² po dobu 2,5 hodin. Takto vyrobené desky se následně vyjmou z uvedeného lisu a dále vytvrzovaly ve vzduchové konvenční peci při 120°C po dobu další 1,5 hodiny. Desky se následně ochladily a nařezaly na kola s vnějším průměrem 203 mm, vnitřním průměrem 25 mm a tloušťkou 25 mm.

Příklad 18 se připravil nanesením potahové kompozice z obrázku 17 na vzduchem kladený jehlou propíchaný netkaný textilní polštář dodaný společností Minnesota Mining and Manufacturing Company, St. Paul, MN pod obchodním označením „Type T Clean and Polish“ povrch upravující materiál uvedená pojivová kompozice se aplikovala za účelem dosažení 50% suchého přírůstku na 228 mm x 280 mm dílech uvedeného polštáře. Dvanáct vrstev potážené textilie se stlačilo na desku o tloušťce 25 mm, již popsáním způsobem. Z uvedených desek se vyřízla kola s vnějším průměrem 203 mm a 25mm středovými otvory.

Příklad 19 se připravil podobně jako příklad 17, ale tím, že se zvýšil poměr epoxidu : urethanu a zavedlo se vytvrzovací činidlo, poskytl tvrdší brusný výrobek.

Kompozice obsahující 63,3% „EPI-REZ CMD-35201“ epoxidu, 1,18% isoforondiaminu a 35,52% „IMPERNIL-DLN“ urethanu se nanasla na Typ-T netkaného polštáře tou měrou, že se hmotnost uvedeného polštáře, zvýší o 100%, pokud se v důsledku působení tepla zcela vytvrdí. Šest vrstev potaženého a nevytvrzeného (mokrého) rouna se stlačilo v ohřátém deskovém lisu v podtlaku na tloušťku vytvrzené desky 25 mm. Uvedená deska se ponechala v lisu ve stlačeném stavu 2,5 hodin. Potom byla uvedená deska ochlazená na pokojovou teplotu a z této desky se vykrojila kola pro testovací účely s vnějším průměrem 203 mm a 31,8 mm středovým otvorem.

Test zahrnoval otáčení uvedených kol rychlostí 2000 ot./min., zatímco se ocelový testový vzorek přidržel proti brusnému povrchu uvedeného kola. Měkčí kola z příkladu 17 a 18 byla relativně málo agresivní a poskytují povrchu uvedeného ovu lesklou konečnou povrchovou úpravu. Tvrdší kolo příkladu 19 bylo relativně agresivnější a vytvořilo na testovaném kousku drsnější škrábancové vzory.

Příklady 20-26

Příklady 20 až 26 demonstrují účinnost pojivového systému podle vynálezu, pokud se použily k výrobě agresivnějších obrušovacích kol.

č.j.	075441
DOŠLO	
28. XI. 95	
URAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ	
Příl.	51

Suspenze jejichž složení jsou uvedena v tabulce 4 byly pomocí válce nanášeny na rouna opatřená základovou povrchovou vrstvou vyrobená shodným způsobem jako v příkladech 1 až 6, takže suché přírůstky činily přibližně 700% uvedeného rouna opatřeného základovou vrstvou. Z desek připravených stlačením 8 vrstev potaženého a vytvrzeného rouna na konečnou tloušťku 25 mm byla opět vyříznuta kola na ošetření povrchů, jejichž vnější průměr je 203 mm, s 31,8 mm středovým otvorem.

Nejtvrďší kolo příkladů 20 až 26 bylo kolo v příkladu 24, které ještě bylo schopno vnikat do drážek 1,6 mm hlubokých za studena válených ocelových testovacích vzorků, pokud se jimi působí proti otáčejícímu se kolu, které se otáčí rychlostí 2 000 ot./min. Nějměkčím kolem bylo kolo příkladu 20 a bylo dostatečně měkké, aby mohlo být osobou s průměrnou silou přehnuto napůl a následně, pokud se uvolnilo, se vrátilo do své původní polohy, aniž by bylo potřeba evidentní separování vnitřní vrstvy. Uvedené kolo z tohoto příkladu se otáčelo rychlostí 2 000 ot./min, zatímco bylo proti sobě působeno plochým a šterbinami opatřeným ocelovým vzorkem a brusným výrobkem. Toto kolo poskytlo podstatně širší „stopu“ proti obrobku, provedl jemnější drápancový vzor, než kola dalších příkladů, a bylo dostatečně přizpůsobivé pro leštění šterbin 3,2 mm hluboké.

Příklady 27 - 29

Příklady 27 až 29 ilustrují použitelnost uvedeného pojivového systému podle vynálezu při výrobě netkaných chlopnových ktráčů na ošetření povrchů. Pro tyto příklady se

chlopňové kartáče vyrobily podobným způsobem jako komerčně dostupné produkty společnosti Minnesota Mining and Manufacturing Company s obchodním označením „A-VF-7“, ale jako konečný šlichtový potáhový materiál se použil pojivový systém podle vynálezu. Kartáče z těchto příkladů měly rozměry 200 mm vnější průměr, 76 mm vnitřní průměr a 50 mm tloušťka. Formulace použité pro potažení uvedených kartáčů v těchto příkladech jsou uvedeny v tabulce 5. Brookfieldova viskozita uvedených směsí byla 150 cps při 22°C. Uvedený chlopňový kartáč byl namontován vertikální otočné vřeteno vhodné velikosti pro přidržení 50 mm kartáče. Kontejner s pryskyřicovou emulzní směsí se umístil pod uvedený kartáč a zdvižen za účelem úplného ponoření uvedeného kartáče do této směsi. Doba ponoření činila 10 minut. Na konci této periody byl pryskyřicový zásobník spoštěn tak, že se uvedený kartáč nacházel zcela nad povrchem kapalliny. Vertikální úchopné vřeteno bylo následně otáčeno rychlostí 2 000 ot./min za účelem odstředění přebytečné pryskyřice z uvedeného kartáče. Pokud byla veškerá přebytečná pryskyřice odstředěna, nepřijímají již při kontinuálním otáčení uvedeného vřetena stěny uvedeného zásobníku další kapky pryskyřice. V tomto okamžiku se vřeteno zastaví, kartáč se vyjme a zváží. Zvýšení hmotnosti uvedeného kartáče představuje „mokrou“ hmotnost pryskyřice přidané na kartáč a z množství vody přítomné v uvedené pryskyřicové směsi se vypočetla teoretická konečná hmotnost uvedeného vytvrzeného kartáče. Hmotnost suchého pryskyřicového přírůstku byla stanovena jako $13 \pm 1\%$ hmotnosti kartáče před namáčením a otáčením. Uvedený mokřý kartáč se následně vytvrzoval v peci čtyři hodiny při teplotě 120°C.

Vytvrzené kartáče se ochladily na pokojovou teplotu a testovala otáčením kartáčů rychlostí 1900 ot./min zatímco se zváženým testovacím vzorkem z nerezavějící oceli působí proti povrchu každého kartáče. Výsledky testu jsou uvedeny v tabulce 6.

Příklad 30

Tento příklad demonstruje použitelnost pojiva podle vynálezu, pokud se použije při výrobě kola na leštění skla. Jako výchozí podložka pro tento příklad se použila vzduchem kládená jehlami proděravěná netkaná textilní podložka, povrch upravující materiál společnosti Minnesota Mining and Manufacturing Company, St. Paul, MN s obchodním označením „Type T Clean and Polish“. Vzorek tohoto lehce abrasivního rouna se potáhl vodným pojivovým systémem podle vynálezu obsahujícím:

Složka	Hmotnostní procenta
oxid ceru ¹	26
„WITCOBOND 29OH“ ²	11
„CMD-35201“ ³	10,7
„METHOCEL F4M“ ⁴	52
2-methylimidazol	0,3
„Q2“ ⁵	15 gramů v 45,5 kilogramů

¹3-4 mikrometrové částice od Carcoa, Inc., Lake Park, Florida.

²polyurethanová emulze od Witco Corporation, Organics Division, New York, NY.

³epoxidová emulze od Rhone-Poulenc, Inc.- Princeton, NJ.

⁴methylocelulózový modifikátor viskozity od Dow Chemical Co., Midland MI.

⁵silikonoový odpěňovač od Dow Chemical Corporation, Midland, MI.

Tato potahová vrstva se nanasla na uvedenou textilní podložku, přičemž se získalo rouno jehož celková hmotnost za sucha činila 733 g/m^2 . Zatímco se uvedená potahová vrstva nacházela ještě v mokřém stavu, bylo uvedené rouno spirálově svinuto v napnutém stavu za vzniku válce jehož struktura byla označena jako „válec rosolového typu“. Tato struktura byla obalena pružnou papírovou deskou propouštějící vlhkost upevněnou samolepicím adhezivním páskem a vytvrzována po dobu jedné hodiny při teplotě 135°C . Vytvrzená struktura byla následně nařezána na 38 mm silné části mající formu kol. Výsledná kola mají hustotu přibližně 490 kg/m^3 . Tato kola byla následně adhezivně připevněna na vstřikováním tvářené nylonové podpěrné desky a testovány při lapování hran těsnění televizní elektronky. Uvedená kola vyleštily hrany těsnění skleněné trubice do vysokého stupně lesku.

Příklad 31 a srovnávací příklad B

Příklad 31 a srovnávací příklad B ilustrují použitelnost vynálezu, pokud se použije při přípravě pásů na ošetřování povrchů.

Z chemické stříže nylonu 6,6 (58 denierů x 38 mm) se připravilo 61 cm široké načechrané, otevřené, netkané vzduchem kladené rouno s hmotností 301 g/m^2 . Výsledné rouno bylo následně umístěno na rovinné vázané nylonové síto (6 x 6

konců/cm, 840 denieru na přízi) a pomocí jehel k němu přistehováno při hustotě vpichu 30 vpichů/cm² za použití 15 x 18 x 25 x 3,5 háčkových jehel dodávaných společností Foster Needle Company, Manitowoc, WI pod obchodním označením „6--32-5.5B/3B/2E/L90“. Hloubka vpichu byla 22 mm. Tato operace má za následek získání spojeného laminátu přibližně s jednou třetinou vláken proniklých do spodního povrchu tkané textilie a přibližně dvě třetiny zůstanou na horní straně uvedené tkané textilie. Jeden vzorek zajehtého rouna byl impregnován kontrolovanou pryskyřicovou směsí (srovnatelný příklad B) a druhý vzorek byl impregnován experimentální pryskyřicovou směsí podle vynálezu pomocí dvouválcového nanašeče následujícím způsobem:

Složka nebo vlastnost	Srovnávací příklad B	Příklad 31
„ADIPRENE BL-16“ ¹	35,4	---
methyldianilin ²	12,3	---
předsměs stearátu litného ³	2,22	---
„WITCOBOND 290H“	---	70,1
„EPI-REZ CMD 35201“	---	29,8
2-methylimidazol	---	0,2
viskozita, centipois ⁴	1150	1800
hmotnost suché potahové vrstvy, g/m ²	440	360

¹Ketoximem-blokovaný isokyanátový předpolymer od Uniroyal Chemical Co., Inc., Middlebury, CT

²35% roztok v propylenglykolmonomethylesteracetátu

³44,1% disperze v propylenglykolmonomethyletheracetátu, stearát litný od Witco Corp., Chicago, IL pod obchodním označením „Type FS“.

⁴měřeno za použití Brookfieldova viskozimetru, #2 včetně, při 23°C, 12 ot/min.

Oba vzorky byly ohřívány v konvenční peci po dobu 5 minut při teplotě 160°C. Na oba vzorky byla následně rozstříkáním aplikována potahový materiál ve formě suspenze. Uvedená suspenze obsahovala 17,0 dílů propylenglykolmonomethyletheru, 20,8 dílů bází katalyzované resolfenolformaldehydové pryskyřice, 4,8 dílů směsi dále obsahující 80 dílů „ACELUBE 23N“ uhlovodíkového destilátu, (od společnosti Gopher Oil Company, Minneapolis, MN) a 20 dílů 325 mesh bentonitu (od společnosti American Colloid Company, Arlington Heights, IL pod obchodním označením „VOLCAY“), 58,3 dílů abrasivních částic Al₂O₃ kvality 100/150 a 4,7 dílů „EPICURE 852“, aminoofunkčního vytvrzovacího činidla od společnosti Rhone-Poulenc, Inc., Princeton, NJ. Výsledný roztok měl viskozitu přibližně 2000 cps. uvedená minerální suspenze se nastříkala na horní (strana s více vlákný) povrch uvedeného rouna a vytvrdila v konvenční peci, kde se ponechala 10 minut při teplotě 177°C. Suchá hmotnost uvedené suspenzové potahové vrstvy byla 1080 g/m² u srovnávacího příkladu B a 1190 g/m² u vzorku příkladu 31.

Testované výrobky v těchto příkladech měly formu nekonečných pásů. Uvedená rouna byla převedena na 76 x 229 mm nekonečné pásy pomocí běžných prostředků a přimontována na soustruh stojící na podlaze (Hammond Model 7VRO-B, od společnosti Hammond Machine Services, Inc., Rockford, IL) který využívá stykové kolo s průměrem 356 mm šířkou 76 mm z gumy,

jejíž naměřená tvrdost byla 85 (hloubka rýhy 9,5 mm, uhel rýhy 45. Rychlost se nastavila přibližně na 1810 ot/min. Uchycovač byl přispůsoben pro současné působení dvou testovacích tyčí z 1018 za studena válcované oceli (12,7 mm průměr a 356 mm délka) proti každému hnanému testovanému pásu. Uvedený uchycovač byl zatížen 9,55 kg břemenem za účelem aplikování konstantní síly na uvedené brusném rozhraní. Testy se prováděly pro šest dvouminutových cyklů. Každý cyklus zahrnoval 4 30 sekundové brousící intervaly (dva pro každou tyč). Po prvním 30 sekundovém broušení každé tyče se uvedené tyče ručně indexovaly podél jejich délky za účelem poskytnutí nového styčného povrchu. Mezi každým cyklem se uvedené tyče potočily o 180 ° okolo svých podélných os.

Po ukončení požadovaných 6 brusných cyklů se stanovila brusnost uvedeného pásu a oděr (opotřebování) uvedeného pásu na základě změření hmotnostních ztrát uvedených tyčí (brusnost) a uvedených pásů (oděr). Výsledky, které jsou uvedené v následující tabulce, ukazují, že pásy vyrobené za použití pojivového systému podle vynálezu mají srovnatelnou brusnost a podstatně nižší oděr, než pás vyrobený za použití konvenčního pojivového systému.

	Srovnávací příklad B	Příklad 31
brusnost pásu, (g)	171	157
oděr pásu, (g)	63	29
účinnost, brusnost/oděr	2,71	5,4

Příklady 32 a 33

Příklady 32 a 33 dále demonstrují zabudování funkčních plniv a maziv do uvedeného pojivového systému podle vynálezu.

Vzorek příkladu 32 byl vyroben shodně s příkladem m1 s výjimkou toho, že se do uvedené suspenze přidá 2,26 dílů suspenze obsahující 41 dílů mastku a 59 dílů 3% vodného roztoku produktu „METHOCEL F4M“.

Vzorek příkladu 33 se vyrobil shodně s příkladem 1 s výjimkou toho, že se ketoximem blokovaný diisokyanátový předpolymer nahradil ekvivalentním množstvím směsi 88 % ketoximem blokovaného diisokyanátového předpolymeru vyrobeného podle příkladů 1 a 2 patentového spisu US 4 835 210 (Chin a kol.) a 12 % stearátu lithného.

Složení potahových vrstev a vlastnosti výsledných výrobků na ošetření povrchů jsou uvedeny v následující tabulce. Kola obou příkladů vykazovala přijatelnou odolnost vůči špinění pro výrobky na ošetřování povrchů.

Složka/Vlastnost	Příklad 32	Příklad 33
METHOCEL F4M ⁹ , 3% roztok	13,58	13,58
isoforondiamin ¹⁰	2,19	2,19
voda	8,80	8,80
ketoximy-blokovaný poly-1,4- butylenglykoldiiso- kyanát mající mole- kulární hmotnost přibližně 1500 ¹¹	22,63	0
ketoximy-blokovaný poly-1,4- butylenglykoldiiso- kyanát mající mole- kulární hmotnost přibližně 1500 ¹¹ / směs stearátu lithného ¹²	0	22,63
EPI-REZ CMD 35201 ¹³	30,17	30,17
abrasivní částice ¹⁴	22,63	22,63
mastek ¹⁵	2,26	0
odpěnovač ¹⁶	0,02	0,02
mokrý přírůstek ¹⁷	1100%	1100%
tvrdost, Shore A	80±5	80±5
špinivost	1 - 2	1

⁹ methylcelulózní modifikátor viskozoty od Dow Chemical Co., Midland, MI.

¹⁰ epoxidové vytvrzovací činidlo od Huls America, Inc., Piscataway, NJ.

¹¹ isokyanátový předpolymer od Uniroyal Chemical Co., Inc., Middlebury, CT, který se použil v ketoximy-blokované formě vyrobené za použití způsobů popsaných v patentu US 4 835 210 (Chin a kol.), Příklad 2.

¹² směs 12 % stearátu lithného v blokovaném diisokyanátovém předpolymeru.

¹³ 60% emulze bisfenolu-A diepoxidu s ekvivalentní hmotností 700 g/mol epoxidové skupiny od společnosti Shell Chemicals, Inc., Houston, TX.

¹⁴ 1:1 směs kvality 150 a kvality 180 abrasivních částic karbidu křemíku.

- ¹⁵suspenze 41 dílů mastku v 59 dílech 3% vodného „METHOCELU F4M“.
¹⁶“Q2“silikonový odpěnovač od Dow Corning Co., Inc., Midland, MI.
¹⁷přírůstek hmotnosti netkané textilie potažené základovou vrstvou.

Tabulka 1

Složka	Příklad 1	Příklad 2	Příklad 3	Příklad 4	Příklad 5	Příklad 6
METHOCEL F4M ¹ 3% vodný	13,58	13,28	10,04	9,88	11,44	9,88
isoforon- diamin	2,19	4,30	1,62	3,20	2,77	0
PACM-20 ³⁰	0	0	0	0	0	3,20
voda	8,80	8,61	6,51	6,40	7,41	6,40
ADIPREN L- 167 ⁴	22,63	22,14	16,74	16,47	19,06	16,47
EPI-REZ CMD 35201 ⁵	30,17	29,51	22,31	21,95	25,41	21,95
abrasivní částice ⁶	22,63	22,14	42,77	42,08	33,88	42,08
odpěňovač ⁷	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
přirůstek ⁸	1062%	1084%	1198%	1057%	828%	1057%

¹ methylcelulózový modifikátor viskozity od Dow Chemical Co., Midland, MI.

² epoxidové vytvrzovací činidlo od Huls America, Inc., Piscataway, NJ.

³ 4,4'-diaminodicyklohexymethan od Air Products and Chemicals Co., Allentown, PA.

⁴ isokyanátový předpolymer od Uniroyal Chemical Co., Inc., Middlebury, CT, který se použil v ketoximy-blokované formě vyrobené za použití způsobů popsaných v patentu US 4 835 210 (Chin a kol.), Příklad 2.

⁵ 60% emulze bisfenolu-A dieoxidu s ekvivalentní hmotností 700 g/mol epoxidové skupiny od společnosti Shell Chemicals, Inc., Houston, TX.

⁶ 1:1 směs kvality 150 a kvality 180 abrasivních částic karbidu křemíku.

⁷ Q2[®] silikonový odpěňovač od Dow Corning Co., Inc., Midland, MI.

⁸ přirůstek hmotnosti netkané textilie potažené základovou vrstvou.

Tabulka 3

Složka	Příkl.7	Příkl.8	Příkl.9	Příkl.10	Příkl.11
„EPI-REZ“ epoxy (60%)	93	88	87	82	77
isoforondiamin (100%)	2	2	2	2	2
„IMPERNIL DLN“ ⁹ PU emulze (40%)	5	10	13	16	21
Tg, °C(DSC)	47,2	44,5	41,8	40,0	33,2

Tabulka 3 (pokr.)

Složka	Příkl.12	Příkl.13	Příkl.14	Příkl.15	Příkl.16
„EPI-REZ“ epoxy (60%)	73	70	67	63	60
isoforondiamin (100%)	1	1	1	1	1
„IMPERNIL DLN“ ⁹ PU emulze (40%)	26	29	32	36	39
Tg, °C(DSC)	33,3	30,8	25,8	<20,0	<20,0

⁹A 40% emulze pevného polyurethanu od Mobay Chemical Company

Tg teplota skelného přechodu

Tabulka 4

Složka	PřÍkl.20	PřÍkl.21	PřÍkl.22	PřÍkl.23	PřÍkl.24	PřÍkl.25	PřÍkl.26
Witcobond 290H	52	52	52	44	38	44	44
2-methylimidazol	0	0	0,08	0	0,3	0,2	0
isoforondiamin	0	0,2	0	0	0	0	0,5
EPI-REZ CMD 35201	5,2	5,2	5,2	13,2	19	13,2	13,2
Abrasivevní zrna	23	23	23	23	23	23	23
Vlastnosti	velmi pružný	pružný	pružný	mod. tvrdý	nejtvrdší	tvrdší	tvrdý

Tabulka 5

Složka/dílý	Příkl.27	Příkl.28 - hmotnostní dílý-	Příkl.29
CMD-35201 epoxidová emulze	55	55	55
„LUPHEN D 200 A“ ¹⁰	45	0	45
„IMPERNIL-DLN“ ¹¹	0	45	0
2-methylimidazol	0,5	0,5	0
isoforonedimin	0	0	1
voda	20	20	20

Tabulka 6

Vlastnosti	Příklad 27	Příklad 28	Příklad 29
brusnost, gram	9,0	6,0	7,4
oděr, gram	6,0	4,8	3,3

¹⁰Polyurethanová emulze od BASF, Ludwigshafen, Germany.

¹¹Polyurethanová emulze od Bayer AG, Leverkusen, Germany

Příklady 34-36: Potahování nahodile vzduchem kladené nylonové stříže pro výrobu načechraného netkaného rouna

Z 13 denierové nylonové (nylon 6,6) 38 mm stříže se na rounotvorném stroji s obchodním označením „Rando Webber“ vyrobilo 15 mm silné nízkohustotní netkané rouno vážící 126 g/m². Výsledné nízkohustotní rouno se pomocí válce potáhlo pryskyřicí, jejíž složení jsou uvedena v následující tabulce, přičemž hmotnostní přírůstek činil 45 g/m². Potažené rouno se protahovalo přibližně 1 minutu konvenční pecí, jejíž teplota se udržuje na 150°C, za vzniku porézního, načechraného, pružného a nelepkaového rouna potaženého základovou vrstvou.

Číslo příkladu	34	35	36
xylon	39,3	0	0
35% methyldianilin v 2-ethoxyethanol-acetátu	16,1	10,5	7,7
ketoximem-blokovaný poly-1,4-butylenglykoldiisokyanát mající molekulovou hmotnost přibližně 1500 ¹	46,6	0	0
ketoximem-blokovaným isokyanátem-zakončený předpolymer ²	0	33,1	24,3
voda při 70°C	0	52,2	38,3
3% vodný gel methylcelulózy ³	0	4,2	29,7
neiontové povrchově aktivní činidlo ⁴	0	0,075	0,055

¹ dostupný pod obchodním označením „Adipren BL-16“ od společnosti Uniroyal Chemical Company, Inc., Middlebury, CT

² vyrobený podle příkladů 1-2 patentu US 4 835 210 (Chin a kol.),

³ produkt Dow Chemical, Midland, MI, známý pod obchodním označením „Methocel F4M“.

⁴ neiontové povrchově aktivní činidlo známé pod obchodním označením „Triton GR5“, od Rohm and Haas Company, Philadelphia, PA

Kompozice 34 a 35 se smísily v uvedeném pořadí (zezhora dolů). Mixér/emulgační stroj s vysokým namáháním ve smyku, jaký například dodává společnost Gifford-Wood (Hudson, NY) se použil k výrobě emulze po přidání všech složek s výjimkou methylcelulózy a neiontového povrchově aktivního činidla. Po přidání těchto dvou složek v uvedeném pořadí, se použije klecové míchadlo pro vytvoření rovnoměrné konzistence. Kompozice 35 měla přibližně viskozitu 500 mPa, zatímco kompozice 36 měla viskozitu 2 200 mPa, naměřeno Brookfieldovým viskozimetrem při

20°C a za použití vřetene LV-2 (příklad 35) a LV_3 (Příklad 36), při rychlosti 30 ot./min.

Při nanášení kompozici 35 na nahodile vzduchem kladené nylonové vláknité rouno, byla vlákna horním ze dvou válců použitých k potahování vzduchem kladeného rouna z tohoto rouna vytahována. Nepřetržité pokračování co se týče nanášení potahového materiálu má za následek kontaminování potahové kapaliny vlákny z „uvedeného rouna. Interference takových ztracených vláken vytvoří „chuchvalcovitost“ v potaženém rounu jako vzor vystupujících vláken na horní straně ve vytvrzené konstrukci předběžně spojené základovou potahovou vrstvou. Kompozice příkladů 34 a 36 se nanasly snadno, bez výše zmíněných problémů a vytvrzeny za vzniku porézních nadýchaných konstrukcí majících průměrnou tloušťku 10 mm a hmotnost přibližně 170 g/m².

Testy tahových vlastností vzorků z příkladů 34, 36 předběžně spojených základovou vrstvou

Z rouna předběžně spojeného základovou potahovou vrstvou připraveného v příkladech 34 a 36 byly vyraženy pravoúhlé díly s šířkou 51 mm a délkou 178 mm tak, že se získaly vzorky jak v podélném, tak v příčném směru. Pevnost v tahu obou vzorků se stanovovala za použití testovacího stroje Instron. Vzorek se přidržel v čelistech testovacího stroje tak, že mezera mezi uvedenými čelistmi byla 127 mm. Uvedený vzorek byl protahován rychlostí 254 mm/min a měřila se příková pevnost uvedeného rouna před přetržením.

Píková pevnost v tahu°:		
	Příkl. rouna 34	Příkl. rouna 36
Podélný směr	182,4 N/51 mm	182,8/51 mm
Příčný směr	195,7 N/51 mm	179,7/51 mm

°Poznámka:Velikost vzorku ve všech případech, n = 8,
standardní odchylka 7 až 14 N.

Hodnoty píkové pevnosti v tahu z příkladů 34 a 36 ukazují, že emulgovaný lineární polyurethanový předpolymer mající zablokované isokyanátové koncové skupiny a diaminové vytvrzovací činidlo nebylo možné okamžitě aplikovat chemickým způsobem podle China a kol. za účelem svázání vláken a vytvoření otevřeného porézního rouna spojeného základní potahovou vrstvou, které by mohlo být dále použito u netkaných abrasivních prostředků, ale pokud se má dosáhnout tohoto cíle je třeba přidat další zhušťovadlo a emulgátor.

Příklady 37-39

Příklad 37:

Do 62,8 gramů emulze obsahující 24,7 dílů emulgovatelného ketoximem blokováného polyurethanového předpolymeru odvozeného z reakčních složek a procedúr příkladů 1-2 patentu US 4 835 210 (Chin a kol.), 7,7 dílů 35% roztoku methyldianilinu v ethoxyethanolacetátu (od BASF Corporation, Parsippany, NJ), 60,1 dílů vody a 7,5 dílů 3% vodného methylcelulóзовého gelu známého pod obchodním označením „Methocel F4M“ se přidaly 4 gramy 25% roztoku fenoxypřiskyřicoových pelet známých pod obchodním označením „UCAR“Phenoxy PKHH (Union Carbide

Chemical Corporation) v ethoxyethanolacetátu a směs se intenzivně míchala pomocí klecového míchadla. Přidaná fenoxylóvá pryskyřice ztuhla do polopevna ve středu uvedené emulze a uvedená emulze tedy již nebyla homogenní.

Příklad 38:

Smísením 27,4 gramů 35% roztoku methyldianilinu v ethoxyethanolacetátu, 98 gramů 25% roztoku „UCAR“ Phenoxy PKHH pryskyřice v ethoxyethanolacetátu a 80 gramů emulgovatelného ketoximem blokovaného polyurethanového předpolymeru odvozeného z reakčních složek a procedur příkladů 1-2 patentu US 4 835 210 (Chin a kol.) se připravila směs, která se velmi intenzivně promíchala klíčkovým míchadlem. uvedená směs byla homogenní s výjimkou vzduchových bublin, které směs strhává v důsledku míchání. Do 61 gramů této směsi se přidaly 24 gramy vody o teplotě 80°C a dvoufázová směs se homogenizovala po dobu 2 minut za použití Gifford-Woodova homogenizátoru, čímž se získala jemně krémovitá nažloutlá směs. Po odležení v uzavřené nádobě se směs rozdělí do dvou fází a po 12 hodinách 23% celkového objemu směsi tvořila exoemulzní kapalina nad sedimentem, kterou je téměř zcela organické rozpouštědlo.

Příklad 39:

Smísením 49,4 gramů 25% roztoku „UCAR“ Phenoxy PKHH pryskyřice v ethoxyethanolacetátu, 4,44 gramů diethyltoluendiaminu a 39 gramů emulgovatelného ketoximem blokovaného polyurethanového předpolymeru odvozeného z reakčních složek a procedur příkladů 1-2 patentu US 4 835 210 (Chin a kol.) se připravila směs, která se dále smísila s 25 mg

90:10 směsi kyseliny olejové (Industren-106 od Witco Organics Inc., Chicago, IL) a 1,4-diazabicyklo[2,2,2]-oktanu (dostupného pod obchodním označením „Dabco-TMR“ od Air Products and Chemicals Allentown, PA) a dobře zamíchá pomocí klíčkového míchadla, čímž se získala nazelenalá homogenní směs s výjimkou vzduchových bublin, které směs strhává v důsledku mísení. Do 50 gramů této směsi se přidalo 25 gramů vody při 80°C a získaná dvoufázová směs se homogenizovala po dobu 2 minut za použití Gifford-Woodova homogenizátoru, čímž se získala namodralá jemně krémovitá směs. Po odležení v uzavřené nádobě se směs rozdělila do dvou fází a po 12 hodinách tvořilo 18 % celkového objemu směsi exoemulzní kapalinu tvořenou téměř zcela organickým rozpouštědlem uvedené směsi.

Rozpouštědlo		Nezemulgované rozpouštědlo
Příklad č.	hm. %	obj. %
38	31,9	23
39	26,6	18

Tyto údaje ukazují, že více než dvě třetiny nosiče na bázi organického rozpouštědla, který musel být použit pro zabudování špinění-redukujícího aditiva, netvoří homogenní emulzi s ostatními složkami. Příklad 37 ukazuje, že pouhé vmíchání špinění-redukujícího aditiva (fenoxy-pryskyřice) do emulze zablokovaného předpolymeru a diaminového vytvrzovacího činidla, které vede k vysrážení výše uvedeného špinění redukujícího aditiva, neumožňuje tuto kompozici použít při běžných nanášeních postupech.

Příklad 40:

Směs obsahující 92 gramů 25% roztoku „UCAR“ Phenoxy PKHH pryskyřice v ethoxyethanolacetátu a 92 gramů emulgovatelného ketoximem blokováného polyurethanového předpolymeru odvozeného z reakčních složek a procedúr příkladů 1-2 patentu US 4 835 210 (Chin a kol.) se umístila do pece, ve které se ponechala 24 hodin při teplotě 70°C. Na konci této periody směs vážící 151 gramů vykazovala 48% ztráty dostupného organického rozpouštědla. Do této směsi se přidalo 9,96 gramů diethyltoluendiaminu a směs se opět ohřála na 70°C. Do 50 gramů této horké emulgovatelné směsi se přidalo 50 gramů vody při 80°C a směs se homogenizovala po dobu 2 minut již popsáním způsobem. Uvedená směs se vyvinula do sirupovité konzistence heterogeních fází.

Příklad 40 ukazuje, že nebylo bezprostředně možné oddělit část nosného organického rozpouštědla z roztoku špinění redukujícího aditiva a vytvořit tak homogenní emulzi s emulgovatelným předpolymerem a diaminovým vytvrzovacím činidlem. V příkladech 35 a 36 bylo navíc přidáno povrchově aktivní činidlo, které bylo přítomno již v emulzi ketiximem blokováného polyurethanového předpolymeru odvozeného z reakčních složek a procedúr patentového spisu US 4 835 210 (Chin a kol.) za účelem zabudování uvedeného organického rozpouštědla obsaženého v roztoku vytvrzovacího činidla do uvedené emulze. V následujícím příkladu se aplikovalo stejné povrchově aktivní činidlo za účelem zabudování přidané v organickém rozpouštědle rozpustné fenoxypryskyřice do uvedené emulze. Výše zmíněný patent (Chin a kol.) nezahrnuje takové varianty potřebné pro přípravu takových emulzí zablokovánými isokyanáty zakončených předpolymerů a diaminových

vytvrzovacích činidel, které by mohly být jako pojivové systémy aplikovány na netkané výrobky.

Příklad 41

Směs 200 gramů vody, 200 gramů emulgovatelného ketiximem zablokovaného polyurethanového předpolymeru odvozeného z reakčních složek a procedur příkladů 1 a 2 patentu US 4 835 210 (Chin a kol.), 75 gramů 35% roztoku methyldianilinu v ethoxyethanolacetátu, 100 g 25% roztoku „UCAR“ Phenoxy PKHH fenoxi-pryskyřice v ethoxyethanolacetátu a 70 gramů suspenze stearátu lithného v ethoxyethanolacetátu připravené prudkým smícháním 44 dílů práškového stearátu lithného s 56 díly organického rozpouštědla se homogenizovala za použití Gifford-Woodsova homogenizátoru. Po 5 minutách homogenizace se získala bílá hladká krémovitá emulze. Uvedená emulze se nechala odstát v uzavřené nádobě po dobu čtyř dní. Po ukončení této periody měla emulze stejnou konzistenci a nedošlo k oddělení kapaliny nad sedlinou.

Příklad 41 ukazuje zabudování dalšího množství organického rozpouštědla přítomného v roztoku fenoxi-pryskyřice stejně jako rozpouštědla přítomného v suspenzi stearátu lithného. Stearát lithný působil jako povrchově aktivní činidlo, které podpořilo schopnost emulze obsahovat jak aditivum na bázi fenoxi-pryskyřice, tak organická rozpouštědla v homogení formě.

Příklady 42-43:

Za použití následujících složení byly vyrobeny dvě šlichtové potaahovací emulze:

Složky	Příklad 42	Příklad 43
voda	25,55	24,47
emulgovatelný blokováný předpolymer ¹ ketixyem polyurethanový	20,02	16,30
35% roztok methyldianilin v ethoxyethanolacetátu	6,86	----
25% roztok „UCAR“ Phenoxy PKHH fenoxy-pryskyřice v ethoxyethanolacetátu	24,44	20,64
diethyltoluendiamin		1,86
pevný stearát lithný	1,12	0,91
bílé plnivo ²	1,12	0,91

¹odvozený z reakčních složek a procedúr příkladů 1-2 patentu US 4 835 210 (Chin a kol.).

²známé pod obchodním označením „Beaver White“ produkt společnosti Luzenac America, Inc., Englewood, Colorado.

Emulze vyrobené v příkladech 42 a 43 se aplikovaly jako šlichtové potahové materiály na minerálem potažené rouno způsobem popsaným ve srovnávacím příkladu A. Emulze z příkladů 42 a 43 nahradily šlichtový potahový materiál na bázi organického rozpouštědla připravený z „Adiprenu L-315“, methyldianilinu a „UCAR“ Phenoxy PKHH fenoxy-pryskyřice. Uvedenou šlichtou potažená rouna byla částečně vysušena již popsaným způsobem a rovněž popsaným způsobem se připravila kola pro testování špinění.

Příklad kola	Špinivost
Srovnávací příklad A	3 - 4
Kolo z příkladu 42	3 - 4
Kolo z příkladu 43	3 - 4

Údaje o špinění ukazují schopnost zabudovat špinění - redukující aditivum (jakým je například fenoxi-pryskyřice) rozpustné neoddělitelně v organickém rozpouštědle do v podstatě vodné potahovací kompozice za použití dalšího emulgátoru, jakým je například mýdlo na bázi stearátu lithného, který rovněž působí jako mazivo v šlichtové potahové kompozici. Veškeré emise organického rozpouštědla z použití šlichtové potahové kompozice z příkladu 43 by byly 24% uvedené kompozice, zatímco při použití směs srovnávacího příkladu A by emise z vytvrzovacího a lisovacího procesu při výrobě netkaných abrasivních výrobků různých velikostí a tloušťek činily 45 %.

PU 2984-45

4 PŘÍL.	GRAD PRŮMYŠLOVÉHO VLASTNICTVÍ	č.j.	7 5 4 4 1
		DOŠLO	28. XI. 95

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Výrobek na ošetřování povrchů, v y z n a č e n ý t í m , že má organickou matrici v podstatě zalitou pojivem, přičemž uvedené pojivo zahrnuje materiály zvolené ze skupiny obsahující:

- a) reakční produkt odvozený z prekurzorové emulze na bázi vodného pojiva, která zahrnuje množinu lineárních zablokovanými isokyanátovými skupinami zakončených polyurethanových předpolymerů a aminofunkčního materiálu majícího průměrně alespoň dvě funkční aminoskupiny, přičemž uvedená emulze dále zahrnuje složku zvolenou ze skupiny zahrnující:
 - i) dostatečné množství zahušřovadla; a
 - ii) kombinaci slučitelného znečištění-redukujícího aditiva, organického rozpouštědla a povrchově aktivního činidla;

- b) reakční produkt množiny blokových lineárních isokyanátovými skupinami zakončených polyurethanových předpolymerů s prvním aduktem, přičemž uvedený první adukt představuje reakční produkt aminofunkčního materiálu mající průměrně alespoň dvě funkční aminoskupiny a epoxidového materiálu majícího průměrně alespoň dvě funkční epoxidové skupiny, za předpokladu, že uvedený první adukt má alespoň jednu aminoskupinu reagující s isokyanáty a

alespoň jeden sekundární hydroxylovou část reagující s isokyanáty; a

c) uvedený reakční produkt množiny lineárních polyurethanových polymerů majících vysokou molekulovou hmotnost, přičemž uvedené polymery mají množinu iontových částí, s druhým aduktem, přičemž tento druhý adukt je zvolen ze skupiny zahrnující

i) reakční produkt materiálu s funkčními aminoskupinami a materiálu s epoxidovými funkčními skupinami z části b); a

ii) reakční produkt materiálu s funkčními aminoskupinami a homopolymerovaného materiálu s epoxidovými funkčními skupinami,

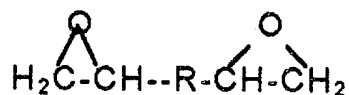
za podmínky, že uvedený druhý adukt má alespoň jednu epoxidovou funkční skupinu reagující s iontovými částmi a výhodně alespoň jednu funkční aminoskupinu reagující s uvedenými iontovými částmi.

2. Výrobek podle nároku 1 v y z n a č e n ý t í m , že má v uvedeném pojivu dispergovanou množinu abrasivních částic.

3. Výrobek podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že uvedený lineární polyurethanový předpolymer s isokyanátovými koncovými skupinami je zablokován blokačním činidlem.

4. Výrobek podle nároku 3, v y z n a č e n ý t í m , že uvedený lineární polyurethanový předpolymer s koncovými isokyanátovými skupinami je reakčním produktem ketoximem zablokovaného hexamethylendiisokyanátu a polyolu.

5. Výrobek podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že uvedený materiál mající epoxidové funkční skupiny je zvolen ze skupiny zahrnující diepoxy-funkční materiály obecného vzorce



ve kterém R může znamenat jakýkoliv organický radikál za podmínky, že uvedený organický radikál nebude bránit uvedeného materiálu v emulgování.

6. Výrobek podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že uvedené iontové části jsou zvoleny ze skupiny zahrnující zavěšenou karboxylovou skupinu, zavěšenou sulfonátovou skupinu, zavěšenou amonnou skupinu a amonnou skupinu, která je součástí řetězce.

7. Výrobek podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že uvedenou vysokou molekulovou hmotností je molekulová hmotnost v rozmezí přibližně od 10 000 do 50 000.

8. Výrobek podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že uvedenou organickou matricí je netkané rouno organických polymerních vláken.

9. Výrobek v y z n a č e n ý t í m , že množina výrobků na ošetřování povrchu podle nároku 1 je připojena k náboji.

10. Výrobek podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že uvedený výrobek je spirálovitě stočen v nataženém stavu.

11. Abrasivní výrobek podle nároku 10, v y z n a č e n ý t í m , že je připevněn k podpěrné desce.

12. Výrobek na ošetřování povrchů, v y z n a č e n ý t í m , že zahrnuje otevřené, pružné třírozměrné netkané rouno tvořené množinou organických polymerních vláken, ve kterém je alespoň část uvedených vláken vzájemně spojena v místech, kde přicházejí do styku s prvním pojivem, přičemž uvedené první pojivo zahrnuje materiály zvolené ze skupiny obsahující:

a) reakční produkt odvozený z prekurzorové emulze na bázi vodného pojiva, která zahrnuje množinu lineárních zablokovanými isokyanátovými skupinami zakončených polyurethanových předpolymerů a aminofunkčního materiálu majícího průměrně alespoň

dvě funkční aminoskupiny, přičemž uvedená emulze dále zahrnuje složku zvolenou ze skupiny zahrnující:

- i) dostatečné množství zahušřovadla; a
 - ii) kombinaci slučitelného znečištění-redukujícího aditiva, organického rozpouštědla a povrchově aktivního činidla;
- b) reakční produkt množiny lineárních zablokovanými isokyanátovými skupinami zakončených polyurethanových předpolymerů s prvním aduktem, přičemž uvedený první adukt představuje reakční produkt aminofunkčního materiálu majícího průměrně alespoň dvě funkční aminoskupiny a epoxidového materiálu majícího průměrně alespoň dvě funkční epoxidové skupiny, za podmínky, že uvedený první adukt má alespoň jednu aminoskupinu reagující s isokyanáty a alespoň jednu sekundární hydroxylovou část reagující s isokyanáty; a
- c) uvedený reakční produkt množiny lineárních polyurethanových polymerů majících vysokou molekulovou hmotnost a množinu iontových částí, s druhým aduktem, přičemž tento druhý adukt je zvolen ze skupiny zahrnující
- i) reakční produkt materiálu s aminovými funkčními skupinami a materiálu s epoxidovými funkčními skupinami z výše zmíněné části a) a

ii) reakční produkt materiálu s funkčními aminoskupinami a homopolymerovaného materiálu s epoxidovými funkčními skupinami,

za podmínky, že uvedený druhý adukt má alespoň jednu epoxidovou funkční skupinu reaktivní s iontovými zbytky a výhodně alespoň jednu funkční aminoskupinu reaktivní s uvedenými iontovými zbytky.

13. Výrobek podle nároku 12, v y z n a č e n ý t í m , že množina abrasivních částic se přichytí k uvedeným vláknům a k uvedenému prvnímu pojivu druhým pojivem.

14. Výrobek podle nároku 13, v y z n a č e n ý t í m , že se na uvedené druhé pojivo nanese třetí pojivo, přičemž uvedené třetí pojivo zahrnuje materiál z nároku 12.

15. Výrobek podle nároku 12, v y z n a č e n ý t í m , že má formu pásu majícího první a druhý konec.

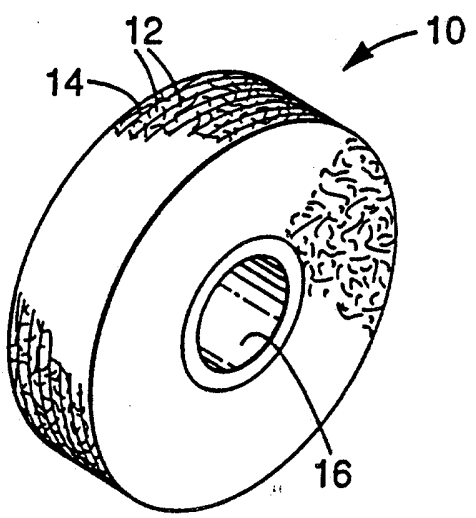
16. Výrobek podle nároku 12, v y z n a č e n ý t í m , že má formu nekonečného pásu majícího první a druhý hlavní povrch.

17. Výrobek podle nároku 16, v y z n a č e n ý t í m , že k jednomu z uvedených hlavních povrchů přilne vyztužující vrstva.

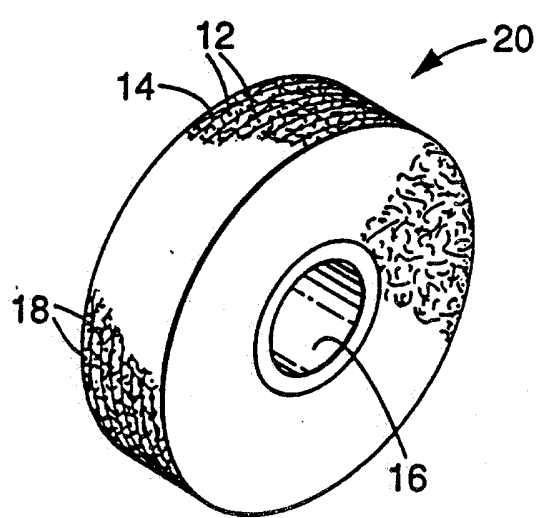
18. Výrobek podle nároku 16, v y z n a č e n ý t í m , že má uvedenou vyztužující vrstvu uvnitř uvedeného vláknitého rouna.

19. Výrobek podle nároku 12, v y z n a č e n ý t í m , že má první a druhý konec, přičemž jeden z uvedených konců je připevněn k jádru.

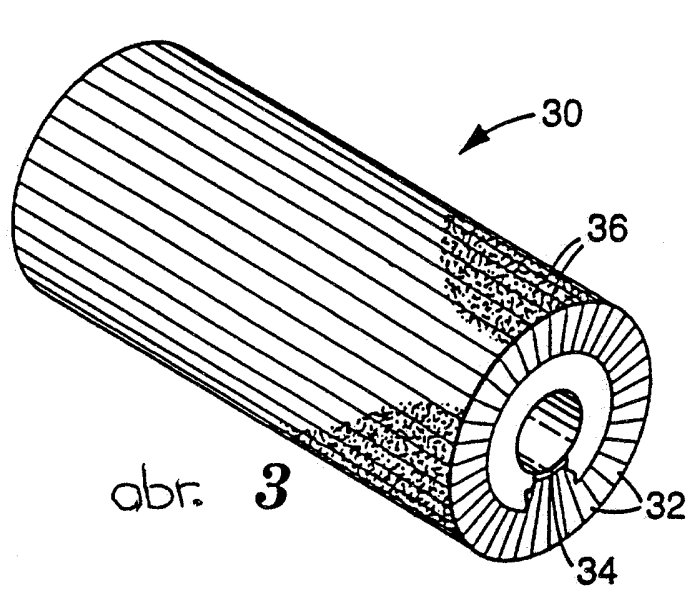
Zastupuje:



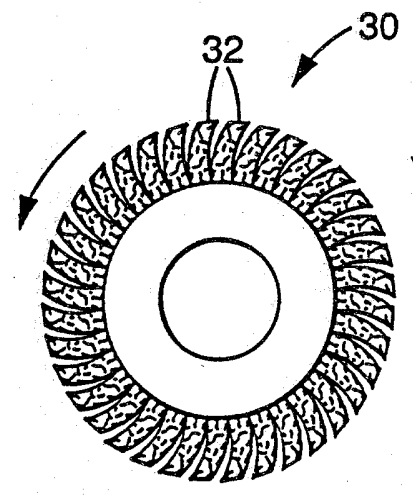
obr. 1



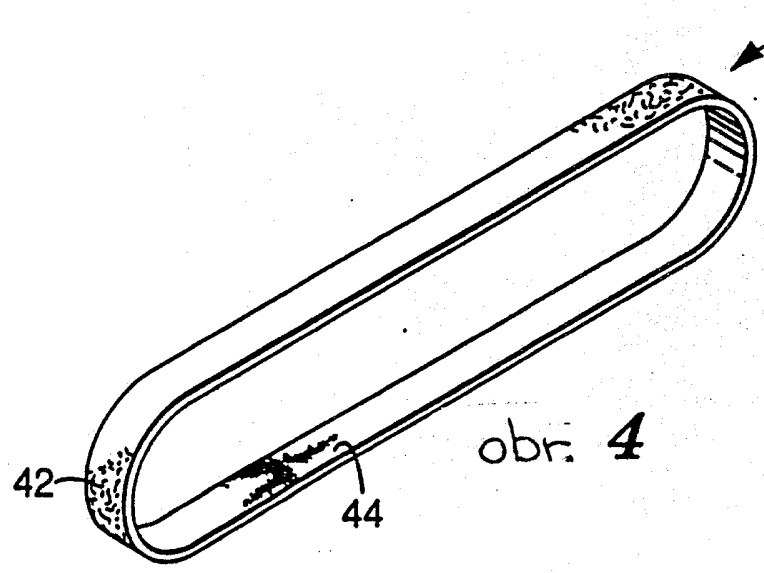
obr. 2



obr. 3



obr. 3a



obr. 4

PRIL.
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ
ÚRAD
28. XI. 95
00510
1175441
2.J.