



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253187

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 09 J 3/12

(22) Přihlášeno 05 02 86

(21) PV 793-86

(40) Zveřejněno 12 03 87

(45) Vydáno 15 06 88

(75)

Autor vynálezu

NOREK PETR ing., CEJPEK MILOŠ ing., TŘEBÍČ

(54) Způsob výroby obuvnických lepidel

Řešením je výroba obuvnických lepidel se zlepšenou hygienou a vyšší odolností lepidel vůči sníženým teplotám a odolností lepených spojů vůči zvýšeným teplotám pro vytváření lepených spojů obuvnických materiálů. Uvedeného cíle se dosáhne rozfázováním výroby tak, že se nejprve vytvoří směs veškerého množství toluenu tj. v praxi 13 až 18,25 hmotnostních dílů a 13 až 23,06 hmotnostních dílů benzínu frakce 60/80 a co nejmenšího množství kyslíkatého organického rozpouštědla acetonu tj. v praxi 0 až 4 hmotnostní díly. Do této směsi se přidá ve druhé fázi 4 až 10,24 hmotnostních dílů alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. Dále se přidá 0,1 až 0,192 hmotnostních dílů vody a 0,5 až 1,07 hmotnostních dílů oxidu hořečnatého. Systém se míchá 0,5 až 1 hodinu. Ve třetí fázi se dává 10 až 21,52 hmotnostních dílů chloroprenových kaučuků a 0,5 až 1,07 hmotnostních dílů oxidu zinečnatého a směs se míchá 2 až 3 hodiny. Ve čtvrté fázi se dává směs 14 až 23,24 hmotnostních dílů acetonu a 13 až 23,3 hmotnostních dílů benzínu frakce 60/80 na zředění roztoku a směs se míchá 2 až 3 hodiny a dále nechá odležet 16 až 18,5 hodiny. Po uplynutí této doby se upraví viskozita lepidla přidávkou směsi 1 až 2,123 hmotnostních dílů acetonu a 1 až 1,913 hmotnostních dílů benzínu frakce 60/80.

253187

Vynález se týká způsobu výroby obuvnického lepidla na základě chloroprenových kaučuků, komplexu alkylfenolických pryskyřic s oxidem hořečnatým, organických rozpouštědel, oxidu zinečnatého a vody.

Je známe, že se pro vytváření lepených elastických spojů pryže, usní, plastů, textilu, celulosových materiálů a jejich kombinací např. pryžových podešví a vrchových dílců obuvi z usní používají rozpouštědlová lepidla, která se vyznačují vysokou adhezí k těmto materiálům. Tato lepidla vhodná pro nanášení natíráním jsou viskozni kapaliny, které obsahují pryskyřičný komplex s oxidem hořečnatým, který zlepšuje kvalitativní parametry lepidla, zvláště počáteční a konečnou pevnost a odolnost lepených spojů vůči zvýšené teplotě. Dále tato lepidla obsahují chloroprenové kaučuky, vulkanizační přísadu oxid zinečnatý a vodu jako katalyzátor reakce alkylfenolických pryskyřic s oxidem hořečnatým. Z rozpouštědel se používají tzv. pravá rozpouštědla což jsou aromatické uhlovodíky, chlorované uhlovodíky a některé cyklické uhlovodíky často ve směsi s tzv. nepravými rozpouštědly což jsou estery, ketony a alifatické uhlovodíky. Volba rozpouštědlového systému je velmi důležitá neboť rozpouštědla nejenom ovlivňují rozpouštění pryskyřic a kaučuků a jeho rychlost, odolnost lepidla vůči sníženým teplotám a jeho stabilitu, nýbrž i lepicí schopnosti lepidla tím, že rozhodující měrou ovlivňují rychlost tvorby teplostálého komplexu alkylfenolických pryskyřic s oxidem hořečnatým, výtěžek komplexu a tudíž i velikost počáteční a konečné pevnosti lepených spojů a v souvislosti s tím i odolnost lepeného spoje vůči zvýšeným teplotám a dobu schnutí lepidla. Chemické složení rozpouštědlového systému v jednotlivých fázích výroby lepidla podstatně ovlivňuje jak konečné vlastnosti lepidla tak i rychlost narůstání kvalitativních vlastností lepidla.

Prakticky se obuvnická lepidla vyrábí tak, že se v první fázi do míchačky opatřené míchadlem napustí 10 až 15,22 hmotnostních dílů toluenu a 11 až 15,26 hmotnostních dílů etylacetátu a 13 až 17,29 hmotnostních dílů benzínu s rozmezím teploty varu 60 až 80 °C. Do této směsi rozpouštědel se dává ve druhé fázi 2 až 5,1 hmotnostních dílů alkylfenolické pryskyřice charakterizované rozmezím viskozit 50% roztoku v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. a 0,5 až 1,07 hmotnostních dílů oxidu hořečnatého a 0,1 až 0,192 hmotnostních dílů vody. V této směsi probíhá za míchání reakce rozpouštěných pryskyřic s oxidem hořečnatým za tvorby teplostálého komplexu za katalytického působení vody. Po jedné hodině míchání reagujícího systému se ve třetí fázi dává do systému 10 až 21,36 hmotnostních dílů chloroprenových kaučuků a 0,5 až 1,07 hmotnostních dílů oxidu zinečnatého a za stálého míchání se nechají rozpouštět tři hodiny do kašovité konzistence.

Po této době se ve čtvrté fázi dává 1,0 až 4,66 hmotnostních dílů toluenu a 6 až 10,4 hmotnostních dílů etylacetátu a 18 až 24,35 hmotnostních dílů benzínu s rozmezím teploty varu 60 až 80 °C na snížení viskozity a dále se míchá tři hodiny. Dalších šestnáct hodin směs stojí. Po 24 hodinách se v páté fázi provede úprava viskozity systému přidáním 0,4 až 1,551 hmotnostních dílů etylacetátu a 0,4 až 1,475 hmotnostních dílů toluenu a 0,3 až 0,713 hmotnostních dílů benzínu s rozmezím teplotou varu 60 až 80 °C. Získá se tedy systém lepidla s konečným složením rozpouštědlové fáze 20 hmotnostních dílů toluenu a 30 hmotnostních dílů etylacetátu a 50 hmotnostních dílů benzínu s rozmezím teploty varu 60 až 80 °C.

Nevýhody současného výrobního způsobu spočívají hlavně v nevhodném hmotnostním zastoupení kyslíkatého organického rozpouštědla etylacetátu ve vztahu k hmotnostnímu zastoupení toluenu v reakci vzniku komplexu alkylfenolických pryskyřic s oxidem hořečnatým. Z toho vyplývá negativní vliv systému na narůstání pevnosti a teplostálosti lepených spojů. Problémem zůstávají hygienické vlastnosti lepidel, které by se měly zlepšit. Podstatnou nevýhodou je poměrně nízká stabilita lepidel vůči sníženým teplotám a možnost vzniku gelu. Další nevýhodou je skutečnost, že se do technologického zařízení napouští pro každou fázi výroby tři druhy rozpouštědel, což klade zvýšené nároky na přesnost obsluhy. Mezi nevýhody patří rovněž to, že při nižší teplotě je nános lepidel často "živý" a musí se často dosušovat ofukováním teplým vzduchem se zvýšenými nároky na energii. Energeticky náročná je i vlastní dlouhodobá výroba lepidel vlivem vysokého odběru elektrické energie při míchání.

Uvedené nedostatky odstraňují obuvnická lepidla pro vytváření lepených spojů textilu, usní, vulkanizované pryže, plastů, celulosových materiálů samotných nebo ve vzájemných kombinacích obsahující toluen, benzin s rozmezím destilačním 60 až 80 °C, aceton, alkylfenolické pryskyřice, oxid hořečnatý, vodu, chloroprenové kaučuky a oxid zinečnatý. Obuvnická lepidla se připraví způsobem podle vynálezu jehož podstata spočívá v tom, že se nejprve v první fázi vytvoří směs 13 až 18,25 hmotnostních dílů toluenu a 13,0 až 23,06 hmotnostních dílů benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a 0 až 4,0 hmotnostních dílů acetonu.

Do této směsi se přidá ve druhé fázi 4 až 10,24 hmotnostních dílů alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. Dále se přidá 0,1 až 0,192 hmotnostních dílů vody a 0,5 až 1,07 hmotnostních dílů oxidu hořečnatého. Systém se míchá 0,5 až 1,0 hodinu. Ve třetí fázi se dávákuje 10 až 21,52 hmotnostních dílů chloroprenových kaučuků a 0,5 až 1,07 hmotnostních dílů oxidu zinečnatého a směs se nechá míchat 2 až 3 hodiny do kašovité konzistence. Ve čtvrté fázi se dávákuje směs 14 až 23,24 hmotnostních dílů acetonu a 13 až 23,3 hmotnostních dílů benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C na zředění lepidla. Směs se míchá 2 až 3 hodiny a nechá odležet 16 až 18,5 hodin. V páté fázi po 24 hodinách se upraví viskozita lepidla podle kvalitativních požadavků přídávkem směsi 1 až 2,123 hmotnostních dílů acetonu a 1 až 1,913 hmotnostních dílů benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C.

Technický účinek podle vynálezu spočívá ve skutečnosti, že stěžejní kvalitativní vlastnosti lepených spojů jsou kromě jiných vlivů odvislé na stupni zreagování alkylfenolických pryskyřic s oxidem hořečnatým. Rychlost vzniku a výtěžek teplostálého komplexu jsou závislé nejen na stechiometrickém poměru reaktivních skupin pryskyřice a oxidu hořečnatého, nýbrž i a to v podstatné míře na chemickém složení reakčního prostředí. Z prakticky vytvořených reakčních křivek reakce alkylfenolické pryskyřice s oxidem hořečnatým v různých rozpouštědlech vyplývá, že v intervalu 24 hodin je reakční rychlost pryskyřice s oxidem hořečnatým v prostředí toluenu desetkrát větší než v prostředí kyslíkatých rozpouštědel acetonu nebo etylacetátu. V prostředí toluenu je reakce ukončena za normálních podmínek za 14 hodin kdežto za stejný časový úsek zreaguje v prostředí acetonu nebo etylacetátu s pryskyřicí pouze 18 hmotnostních dílů oxidu hořečnatého.

Bezokyslíkatá rozpouštědla např. benzin neovlivňují v takové míře reakci a slouží zde jako ředitelna na zvětšení objemu prostředí. Vlastní podstatou technického účinku způsobu podle vynálezu je tedy vyloučení kyslíkatého organického rozpouštědla ze směsi reakce pryskyřic s oxidem hořečnatým nebo snížení jeho koncentrace na minimum a zvýšení koncentrace toluenu na maximum za podmínky, že ve vytvořené optimální směsi rozpouštědel pro reakci je rovněž dobrá rozpustnost chloroprenových kaučuků. Tato podmínka je splněna směsí 100 hmotnostních dílů toluenu a 40 až 55,78 hmotnostních dílů benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a 0 až 18,78 hmotnostních dílů acetonu z celkového hmotnostního množství jednotlivých rozpouštědel. Příznivý technický účinek má i vytvoření beztoluenové směsi 75,49 až 94,74 hmotnostních dílů acetonu a 40,85 až 55,29 hmotnostních dílů benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C z celkového množství jednotlivých druhů rozpouštědel, ve kterých je roztok chloroprenových kaučuků v další fázi dobře rozpustný.

Podmínka dobré ředitelnosti je rovněž splněna u fáze ředění roztoku na potřebnou viskozitu kde byla vytvořena směs rozpouštědel 5,26 až 8,9 hmotnostních dílů acetonu a 3,0 až 4,71 hmotnostních dílů benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C z celkového hmotnostního množství jednotlivých rozpouštědel. Rozpouštědlová složka lepidel se tedy počítá z celkového množství směsi rozpouštědel a skládá se z 20 hmotnostních dílů toluenu a 30 hmotnostních dílů acetonu a 50 hmotnostních dílů benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Podle praktických výsledků měření vlastností lepidla s tímto složením rozpouštědlového systému vykazují stabilitu do stadia gelu 23 dní při 0 °C a 6 hodin při -20 °C zatímco lepidla vyráběná současným výrobním způsobem vykazují stabilitu do stadia gelu 5 dní při 0 °C a 4 hodiny při -20 °C.

Konečná pevnost lepených spojů lepidlem vyrobeným podle vynálezu na materiálu standardní pryž je v průměru 81,98 N/2,5 cm při porušení struktury pryže v porovnání s konečnou pevností lepeného spoje lepidlem dle současného výrobního způsobu a činí v průměru 76,8 N/2,5 cm. Odolnost lepeného spoje vůči zvýšené teplotě je u lepidla vyrobeného podle vynálezu průměrně 3,24 cm kdežto u lepidla vyrobeného současným způsobem průměrně 6,57 cm. Zkoušeno při 70 °C a zatížení 1 kg. Lepidla vyrobená způsobem podle vynálezu zlepšují hygienu pracovního prostředí tak, že faktor toxicity rozpouštědlové směsi lepidel vyjádřený v metrech krychlových vzduchu nutných k odpaření rozpouštědel z 1 kg lepidla při dodržení nejvyšších přípustých koncentrací jednotlivých rozpouštědel činí 2 375 metrů krychlových vzduchu, zatímco faktor toxicity lepidel vyrobených současným výrobním způsobem je 2 750 metrů krychlových vzduchu.

Příklady provedení způsobu výroby podle vynálezu.

P ř í k l a d 1

Do míchačky opatřené míchadlem se napustí 15,21 kg toluenu a 15,21 kg benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Do této směsi se dává 3,47 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 35 až 60 mPa.s. a 3,47 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. a 0,142 kg vody a 0,77 kg oxidu hořečnatého. Směs se míchá 0,5 hodiny. Po této době se dává 15,32 kg chloroprenových kaučuků a 0,77 kg oxidu zinečnatého. Směs se míchá 2,5 hodiny do kašovité konzistence. Po této době se provede zředění roztoku směsí 21,03 kg acetonu a 21,03 kg benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Směs se míchá 2,5 hodiny a nechá stát 17,5 hodiny. Po uplynutí této doby se upraví viskozita přidáním směsi 1,79 kg acetonu a 1,79 kg benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a za míchání se vypustí. Tímto výrobním způsobem bylo připraveno lepidlo s konečnou pevností lepeného spoje na materiálu standardní pryž průměrně 83 N/2,5 cm a teplostí lepeného spoje 2,58 cm při teplotě 70 °C a zatížení 1 kg.

P ř í k l a d 2

Do míchačky opatřené míchadlem se napustí 16,04 kg toluenu a 16,04 kg benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Do této směsi se dává 3,65 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 35 až 60 mPa.s. a 3,65 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. a 0,15 kg vody a 0,8 kg oxidu hořečnatého. Směs se míchá 0,5 hodiny. Po této době se dává 16,2 kg chloroprenových kaučuků a 0,8 kg oxidu zinečnatého. Směs se míchá 2,5 hodiny do kašovité konzistence. Po této době se provede zředění roztoku směsí 20,22 kg benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Směs se míchá 2,5 hodiny a nechá stát 17,5 hodiny. Po uplynutí této doby se upraví viskozita přidáním směsi 1,123 kg acetonu a 1,123 kg benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a za míchání vypustí. Tímto výrobním způsobem bylo připraveno lepidlo s konečnou pevností lepeného spoje na materiálu standardní pryž průměrně 85,3 N/2,5 cm a teplostí lepeného spoje průměrně 2,65 cm při teplotě 70 °C a zatížení 1 kg.

P ř í k l a d 3

Do míchačky opatřené míchadlem se napustí 15,21 kg toluenu a 19,78 benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a 3,04 kg acetonu. Do této směsi se dává 3,47 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 35 až 60 mPa.s. a 3,47 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. a 0,142 kg vody a 0,77 kg oxidu hořečnatého. Směs se míchá 1 hodinu. Po této době se dává 15,32 kg chloroprenových kaučuků a 0,77 kg oxidu zinečnatého. Směs se míchá 3 hodiny do kašovité konzistence. Po této době se provede zředění roztoku směsí 17,76 kg acetonu a 16,91 kg benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Směs se míchá 3 hodiny a nechá stát 16 hodin.

Po uplynutí této doby se upraví viskozita přidáním směsi 2,0 kg acetonu a 1,34 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a za míchání vypouští. Tímto výrobním způsobem bylo připraveno lepidlo s konečnou pevností lepeného spoje na materiálu standardní pryž průměrně 80,2 N/2,5 cm a teplostálostí lepeného spoje průměrně 2,93 cm při teplotě 70 °C a zatížení 1 kg.

P ř í k l a d 4

Do míchačky opatřené míchadlem se napustí 16,04 kg toluenu a 20,85 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a 3,21 kg acetonu. Do této směsi se dává 3,65 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 35 až 60 mPa.s. a 3,65 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. a 0,15 kg vody a 0,81 kg oxidu hořečnatého. Směs se míchá 1 hodinu. Po této době se dává 16,2 kg chloroprenových kaučuků a 0,81 kg oxidu zinečnatého. Směs se míchá 3 hodiny do kašovité konzistence. Po této době se provede zředění roztoku směsí 16,24 kg acetonu a 15,27 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Směs se míchá 3 hodiny a nechá stát 16 hodin. Po uplynutí této doby se upraví viskozita přidáním směsi 1,89 kg acetonu a 1,26 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a za míchání vypouští. Tímto výrobním způsobem bylo připraveno lepidlo s konečnou pevností lepeného spoje na materiálu standardní pryž průměrně 82,3 N/2,5 cm a s teplostálostí lepeného spoje průměrně 3,25 cm při teplotě 70 °C a zatížení 1 kg.

P ř í k l a d 5

Do míchačky opatřené míchadlem se napustí 15,21 kg toluenu a 19,02 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a 3,8 kg acetonu. Do této směsi se dává 3,47 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 35 až 60 mPa.s. a 3,47 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. a 0,142 kg vody a 0,77 kg oxidu hořečnatého. Směs se míchá 1 hodinu. Po této době se dává 15,32 kg chloroprenových kaučuků a 0,77 kg oxidu zinečnatého. Směs se míchá 3 hodiny do kašovité konzistence. Po této době se provede zředění roztoku směsí 17,22 kg acetonu a 17,22 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Směs se míchá 3 hodiny a nechá stát 16 hodin. Po uplynutí této doby se upraví viskozita přidáním směsi 1,79 kg acetonu a 1,79 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a za míchání vypouští. Tímto výrobním způsobem bylo připraveno lepidlo s konečnou pevností lepeného spoje na materiálu standardní pryž průměrně 80,2 N/2,5 cm a s teplostálostí lepeného spoje průměrně 3,82 cm při teplotě 70 °C a zatížení 1 kg.

P ř í k l a d 6

Do míchačky opatřené míchadlem se napustí 16,04 kg toluenu a 20,05 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a 4,0 kg acetonu. Do této směsi se dává 3,65 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 35 až 60 mPa.s. a 3,65 kg alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. a 0,15 kg vody a 0,80 kg oxidu hořečnatého. Směs se míchá 1 hodinu. Po této době se dává 16,2 kg chloroprenových kaučuků a 0,8 kg oxidu zinečnatého. Směs se míchá 3 hodiny do kašovité konzistence. Po této době se provede zředění roztoku směsí 16,21 kg acetonu a 16,21 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C. Směs se míchá 3 hodiny a nechá stát 16 hodin. Po uplynutí této doby se upraví viskozita přidáním směsi 1,123 kg acetonu a 1,123 kg benzínu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a za míchání vypouští. Tímto výrobním způsobem bylo připraveno lepidlo s konečnou pevností lepeného spoje na materiálu standardní pryž průměrně 80,9 N/2,5 cm a s teplostálostí lepeného spoje průměrně 4,2 cm při teplotě 70 °C a zatížení 1 kg.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby obuvnických lepidel pro vytváření lepených spojů usní, textilu, pryže, plastů, celulosových materiálů a jejich kombinací vyznačený tím, že se smísí 13 až 18,25 hmotnostních dílů toluenu a 13 až 23,06 hmotnostních dílů benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a 0 až 4 hmotnostních dílů acetonu, k této směsi se přidá 4 až 10,24 hmotnostních dílů alkylfenolické pryskyřice charakterizované viskozitou 50% roztoku pryskyřice v toluenu při 20 °C 25 až 60 mPa.s. a 0,1 až 0,192 hmotnostních dílů vody a 0,5 až 1,7 hmotnostních dílů oxidu hořečnatého, směs se míchá 0,5 až 1 hodinu, po této době se k směsi přidá 10 až 21,52 hmotnostních dílů chloroprenových kaučuků a 0,5 až 1,07 hmotnostních dílů oxidu zinečnatého, směs se míchá 2 až 3 hodiny, po této době se ke směsi přidá 14 až 23,24 hmotnostních dílů acetonu a 13 až 23,3 hmotnostních dílů benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C, směs se míchá 2 až 3 hodiny a nechá dalších 16 až 18,5 hodiny v klidu, po této době se upraví viskozita lepidla přidáním směsi 1,0 až 1,913 hmotnostních dílů benzinu s destilačním rozmezím 60 až 80 °C a 1,0 až 2,123 hmotnostních dílů acetonu.