



Patent dodatkowy
do patentu nr 75269

Zgłoszono: 26.01.1972 (P.153118)

Pierwszeństwo: 26.11.1971 Republika Fede-
ralna Niemiec

Zgłoszenie ogłoszono: 31.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1976

MKP D21h 1/28

Int. Cl.²
D21H 1/28

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Th. Goldschmidt AG, Essen (Republika Fede-
ralna Niemiec)

Sposób wytwarzania taśm nośnikowych zawierających utwardzalne żywice poliestrowe

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania taśm nośnikowych zawierających utwardzalne żywice poliestrowe przez obróbkę taśm nośnikowych roztworami lub emulsjami żywicy poliestrowych, przy czym taśmę nośnikową nasycą się wodnym roztworem utwardzalnej, rozpuszczalnej w wodzie żywicy poliestrowej, taśmę nośnikową zawierającą wodny roztwór utwardzalnej żywicy poliestrowej suszy się w znacznym stopniu, na zawierającą żywicę taśmę nośnikową nanosi się dający się wpolimeryzować związek nienasycony w ilości wystarczającej do późniejszego usieciowania, tak po-
traktowaną, zawierającą żywicę taśmę nośnikową powleka się roztworem lub dyspersją wodną nierozpuszczalnej w wodzie, utwardzalnej, zawierającej środek sieciujący żywicy poliestrowej i tak otrzymany produkt procesu suszy się w znacznym stopniu, według patentu nr 75269.

W dalszych pracach nad opisanym wyżej sposobem stwierdzono, że otrzymuje się szczególnie korzystne produkty procesu, jeśli taśmę nośnikową nasyci się wodnym roztworem utwardzalnej, rozpuszczalnej w wodzie żywicy poliestrowej, przy czym roztwór wodny zawiera dodatkowo niezeteryfikowane, utwardzalne prekondensaty melaminowo-formaldehadowe w takich ilościach, że stosunek wagowy żywicy poliestrowej do prekondensacyjnej żywicy melaminowo-formaldehadowej wynosi od 0,5:1,5 do 1,5:0,15.

Stwierdzono, że mimo znanego braku tolerancji

2

między żywicami poliestrowymi a niezeteryfikowanymi prekondensacyjnymi żywicami melaminowo-formaldehadowymi w nieutwardzonych błonach nie powstają żadne zmętnienia, lecz otrzymuje się klarownie przejrzyste warstwy żywicy. Poza granicami podanych stosunków wagowych zmętnienia te występują.

Domieszanie według wynalazku niezeteryfikowanej żywicy melaminowej do stosowanej do impregnacji wstępnej, rozpuszczalnej w wodzie, nienasyconej żywicy poliestrowej, pozwala zrezygnować z dającego się wpolimeryzować związku nienasyconego, który powinien być naniesiony po impregnacji wstępnej i wysuszeniu taśmy nośnikowej według patentu nr 75269. Daje to w rezultacie dalsze uproszczenie procesu.

Dodanie prekondensacyjnej żywicy melaminowo-formaldehadowej przy nasycaniu w znacznym stopniu lub całkowicie likwiduje skłonność do rozwarstwiania się utwardzonej taśmy nośnikowej, o ile składa się ona z papieru, podczas gdy przy papierach, które były impregnowane wyłącznie poliestrem, po sprasowaniu zawsze ujawnia się więcej lub mniej silna skłonność do rozwarstwiania się pomiędzy warstwami powierzchniowymi. Wskutek tego znacznie wzrasta trwałość mechaniczna powierzchni uszlachetnionych płyt tworzywowych, w szczególności płyt z materiałów drzewnych.

Utwardzona żywica melaminowo-formaldehadowa działa jak bariera dla naniesionej przez powle-

kanie nierozpuszczalnej w wodzie żywicy poliestrowej, to znaczy, że przy sprasowywaniu produktów procesu zmniejsza się lub zanika niebezpieczeństwo, że nierozpuszczalna w wodzie żywica poliestrowa wsiąknie w podłoże i że wskutek tego ewentualnie powstaną miejsca wadliwe w powierzchni błony uszlachetniającej.

Dodatkowo, mieszaninę roztworu wodnego nienasyconej żywicy poliestrowej i niezeteryfikowanej żywicy melaminowej zadaje się niewielkimi ilościami, np. 0,1—5% wagowych jednoetanoloaminy, w stosunku do żywic stałych. Przez to zmniejsza się znacznie niebezpieczeństwo zbyt krótkiej trwałości wspólnych roztworów wodnych, bez spowodowania jakichkolwiek złych skutków dla dalszego przerobu i właściwości produktu końcowego.

Korzystne jest także dodawanie powszechnie stosowanych w chemii aminoplastów utajonych środków do utwardzania w podwyższonej temperaturze. Przykładami tego rodzaju utwardzaczy są: chloro-octan sodowy, octan N-metyloetanoloamoniowy i p-tolueno-sulfonian morfoliny.

Sposób według wynalazku wyjaśnia bliżej następujący przykład.

Przykład.

a. Wytwarzanie poliestru rozpuszczalnego w wodzie. 370 części wagowych glikolu ośmioetylenowego, 98 części wagowych bezwodnika kwasu maleinowego i 5 części wagowych kwasu p-toluenosulfonowego estryfikuje się w znany sposób przez kondensację w stopie przeprowadzając dwutlenek węgla i podnosząc powoli temperaturę do 220°C. Ze wzrostem czasu trwania kondensacji wzrasta lepkość. Kondensację kończy się około dwie godziny po przejściu resztek wody i otrzymuje się żółto zabarwiony, lepki olej o liczbie kwasowej 10, który jest nieograniczenie rozpuszczalny w wodzie.

b. Wytwarzanie prekondensatu melaminowo-formaldehydowego. Ograniczenie mieszaniny z wodą prekondensat melaminowo-formaldehydowy wytwarza się w znany sposób przez alkaliczną kondensację melaminy i formaldehydu w stosunku molowym 1:2.

c. Wytwarzanie mieszaniny do wstępnego nasycania. 30 części wagowych otrzymanego w punkcie a) poliestru miesza się z 30 częściami wagowymi wody, 50 częściami wagowymi 55% roztworu wodnego prekondensatu melaminowo-formaldehydowego i 1,3 częściami wagowymi etanoloaminy.

d. Nasycanie mieszaniną rozpuszczalnego w wodzie poliestru i prekondensatu melaminowo-formaldehydowego.

Podaną w punkcie c) mieszaniną nasycy się obustronnie papier dekoracyjny, którego gramatura wynosi 80 g/m². Po wyparowaniu wody gramatura przesyconej błony wynosi 130 g/m².

e) Wytwarzanie poliestru nierozpuszczalnego w wodzie. Poliester z 1 mola kwasu ftalowego, 1 mola bezwodnika kwasu maleinowego i 2,05 mola 1,2-glikolu propylenowego wytwarza się w znany sposób przez kondensację składników w obecności 1% wagowego kwasu p-toluenosulfonowego w temperaturze 150—220°C. Otrzymuje się liczbę kwasową 30.

f. Wytwarzanie prepolimeru poliestrowego.

części wagowych poliestru rozpuszcza się w 35 częściach wagowych styrenu i stabilizuje za pomocą 0,01 części wagowej hydrochinonu. Do 100 części wagowych tego roztworu dodaje się 0,165 części wagowej nadtlenu benzoilu, 1 część wagową wodoronadtlenku III-rzęd.-butylu i 1 część wagową glikolu oktylofenylopolietylenowego. Do tego roztworu dodaje się zawiesinę 2 części wagowych aerosilu w 82 częściach wagowych wody, szybko mieszając za pomocą mieszadła o dużej sile ścinającej.

Jednocześnie wytwarza się dyspersję otrzymanego według opisu patentowego RFN nr 1 067 216 stałego prepolimeru ftalanu dwuallilowego w wodzie. Dokonuje się tego przez rozpuszczenie 100 części wagowych prepolimeru ftalanu dwuallilowego w 75 częściach wagowych chlorku metylenu i dodanie do tego roztworu 2 części wagowych glikolu oktylofenylopolietylenowego i 100 części wagowych wody, która zawiera 2,5 części wagowych kopolimeru styrenu i maleinianu sodowego (1:1) i następne oddestylowanie rozpuszczalnika organicznego przez ogrzanie do temperatury 60°C. Powstaje stabilna dyspersja o lepkości 80 sekund (20°C), mierzonej lejkiem DIN według DIN 53 211.

20 części wagowych dyspersji prepolimeru ftalanu dwuallilowego dodaje się do wyżej podanej dyspersji poliestru i styrenu, otrzymaną mieszaninę nastawia się za pomocą 5% roztworu wodnego amoniaku na wartość pH $\approx$ 6 i w końcu dodaje się jeszcze 5 części wagowych 1,2-dwuchloroetanu. Otrzymaną w ten sposób dyspersję ogrzewa się w kolbie trójszyjnej, wyposażonej w mieszadło i chłodnicę zwrotną, wprowadzając azot, do temperatury 70°C. Po upływie 55 minut dodaje się 0,01 części wagowej hydrochinonu i szybko ochładza do temperatury pokojowej. Otrzymuje się trwałą w ciągu wielu dni dyspersję, której lepkość mierzona lejkiem DIN wynosi 45 sekund.

Zdyspergowany prepolimer jest łatwo rozpuszczalny w benzenie, chlorku metylenu, octanie etylu, acetonie i innych. Lepkość graniczna (chloroform, 20°C) wynosi 0,8 [100 ml.g⁻¹].

g. Nasycanie dyspersją wodną prepolimeru poliestrowego. Otrzymaną według punktu d) błonę nasycy się dyspersją wodną prepolimeru usieciowanego 2,5 częściami wagowymi nadbenzoesanu III-rzęd.-butylu na 100 części wagowych. Gramatura błony wynosi po wysuszeniu 250 g/m². Błona jest prawie nieprzylepna i zdolna do składowania w ciągu kilku tygodni.

h. Naprasowywanie błony na materiał drzewny. Błone naprasowuje się na płytę wiórową za pomocą blachy chromowanej i poduszki prasującej przy nacisku 8 kg/cm² i w temperaturze 135°C. Otrzymuje się powierzchnię o wysokim połysku, która jest odporna na zarysowanie i ma twardość 120 sekund mierzoną twardościomierzem wahadłowym według DIN 53 157. Nieprasowana błona jest odporna na 5% kwas solny i kwas octowy i jest tylko lekko atakowana przez 10% ług sodowy. Pod działaniem chlorku metylenu wykazuje po 30 minutach ślady lekkiego zaatakowania. Na aceton, octan etylu i toluen błona jest w znacznym stopniu odporna. Para wodna nie wykazuje żadnego działania, zmętnienie nie występuje. Składowanie w temperatu-

rze 80°C w ciągu 24 godzin błony nie zmienia. Naprasowana błona odznacza się dużą wytrzymałością na rozwarstwienie papieru.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania taśm nośnikowych zawierających utwardzalne żywice poliestrowe przez obróbkę taśm nośnikowych roztworami lub emulsjami żywic poliestrowych, w którym taśmę nośnikową nasycy się wodnym roztworem utwardzalnej, rozpuszczalnej w wodzie żywicy poliestrowej, taśmę nośnikową zawierającą roztwór wodny utwardzalnej żywicy poliestrowej suszy się, a na zawierającą żywicę taśmę nośnikową nanosi się dający się wpolimeryzować związek nienasycony w ilości wystarczającej do późniejszego usieciowania i tak potraktowaną, zawierającą żywicę taśmę nośnikową powleka się roztworem lub dyspersją wodną, rozpuszczalną w wodzie, utwardzalną, zawierającą środek sieciujący żywicy poliestrowej a otrzymany produkt procesu suszy się, według patentu

nr 75269, **znamienny tym**, że taśmę nośnikową nasycy się roztworem wodnym utwardzalnej, rozpuszczalnej w wodzie żywicy poliestrowej, przy czym roztwór wodny zawiera dodatkowo utwardzalne niezeteryfikowane prekondensaty melaminowo-formaldehydowe w takich ilościach, że stosunek wagowy żywicy poliestrowej do prekondensacyjnej żywicy melaminowo-formaldehydowej wynosi od 0,5:1,5 do 1,5:0,15.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do wspólnego roztworu żywicy poliestrowej i niezeteryfikowanego prekondensatu melaminowo-formaldehydowego dodaje się 0,1 — 5% wagowych jednoetanoloaminy w stosunku do stałych żywic.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że do wspólnego roztworu żywicy poliestrowej i niezeteryfikowanego prekondensatu melaminowo-formaldehydowego dodaje się 1% wagowy, w stosunku do żywicy melaminowej, jednego ze znanych utajonych utwardzaczy działającego w podwyższonej temperaturze dla prekondensatu melaminowo-formaldehydowego.