



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

209 101

(11)

(B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 28 09 79

(21) PV 6562-79

(51) Int. Cl.³ C 08 G 12/12

(40) Zverejnené 31 12 80

(45) Vydané 30 11 81

(75) KELLNER MICHAL ing., HUMENNÉ
Autor vynálezu
AMBROŽ FRANTIŠEK ing., MICHALOVCE
HOST MIROSLAV ing., STRÁŽSKE
LIPKA RADISLAV, MICHALOVCE

(54) Spôsob výroby močovinoformaldehydových kondenzátov

1

Vynález rieši spôsob výroby reaktívnych močovinoformaldehydových živíc vhodných ako lepidlo pre aglomerované materiály, ako lepidlo s vysokou reaktivitou v nábytkárskom priemysle pri dyhovaní a je ho možné tiež použiť pri výrobe nábytku ako montážne lepidlo, ktoré má dobré lepiace vlastnosti aj za studena.

Podľa doterajších postupov sa pracuje pri výrobe močovinoformaldehydových lepidiel v prítomnosti organických, alebo anorganických kyselín a základný pomer močoviny a formaldehydu je 1,0 : 1,8 - 1,0 : 2,2. Prídavkom ďalšieho množstva močoviny sa produkt ďalej upravuje na molárny pomer močoviny : formaldehydu 1,0 : 1,3 - 1,0 : 1,8 (NSR pat. 2 207 921, 2 443 857). Kondenzácia v prvom stupni prebieha spravidla v kyslom prostredí pri pH pod 5, prípadne podľa NSR pat. 2 207 921 pri pH pod 3. V ďalšom NSR patente č. 2 109 754 sa pracuje kontinuálne v miešaných kaskadových reaktoroch za prítomnosti aminokyselín pri meniacom sa pH od 4,2 - 8,0 za normálneho tlaku.

Pre praktické použitie je však dôležité, aby výsledná živica, ktorá sa používa ako pojidlo v drevárskom a nábytkárskom priemysle mala špecifické vlastnosti, najmä vysokú reaktivitu, optimálny obsah formaldehydu a poskytovala spoje vyznačujúce sa dobrými fyzikálno-mechanickými vlastnosťami.

Doposiaľ vyrábané močovinoformaldehydové živice boli vyrábané prevažne diskontinu-

álne a špecifických vlastností pre aplikáciu v drevárskom a nábytkárskom priemysle sa dosahovalo podľa náročnej dávkovacej schémy základných surovín močoviny a formaldehydu, alebo miešaním hotových výrobkov s nízkym obsahom formaldehydu (pod 0,5 % hmotnostných) a produktu s vysokou reaktivitou (obsah formaldehydu cca 5 % hmotnostných) vo vhodnom pomere. Kvalita takto pripraveného produktu nebola vždy optimálna.

Podstatou tohoto vynálezu je spôsob kontinuálnej výroby močovinoformaldehydových živíc pri teplote 102-150 °C a tlaku 0,002-0,5 MPa v prietochnom kontinuálnom zariadení, pričom základný molárny pomer vstupných surovín močoviny a formaldehydu je 1 : 1,5 - 1 : 2,2 s výhodou 1 : 1,95. Močovinoformaldehydový predkondenzát sa pripravuje predom v samostatne miešanom aparáte a po úprave pH na hodnotu 5 - 8 organickou, alebo anorganickou kyselinou sa dávkuje do tlakového reaktora, kde prebieha prvý stupeň kondenzácie.

V druhom reakčnom stupni prebieha ďalšia kondenzácia pridávanej močoviny, ktorá je pridávaná v pevnej forme, alebo vo forme vodného roztoku pri tlaku 2 - 20 kPa a teplote 30 - 90 °C, pH 7 - 9 s výhodou 8,2. Komponenty sú do druhého stupňa dávkané kontinuálne, pričom pH sa upravuje prídavkom hydroxidov alkalických kovov, alebo alkalických zemín, napr. hydroxidu sodného. Celkove dávkané množstvo močoviny je také, aby výsledný molárny pomer močoviny a formaldehydu bol v rozmedzí 1 : 1,3 - 1 : 1,85.

Podľa tohto vynálezu sa získa jednoduchou technológiou živica s viskozitou 500 - 2 000 mPas, ktorá je vhodná ako lepidlo pre drevársky a nábytkársky priemysel, ktorá sa vyznačuje vysokou reaktivitou pri použití chlórídu amonného ako tužidla. Lepidlo podľa príkladu 3 je možné použiť ako montážne lepidlo na lepenie za studena v nábytkárskom priemysle.

Pri výrobe močovinoformaldehydového kondenzátu podľa tohoto vynálezu sa využíva exotermickej reakcie močoviny a formaldehydu, čím je výroba menej náročná na energiu oproti známym postupom a v technológii sa spracováva pevná močovina, ktorá sa dávkuje do vodného roztoku formaldehydu, čím sa ušetrí energia potrebná na odparenie vody, čo predstavuje viac ako 20 % z celkovej spotreby energií. Pri výrobe sa používa minimálne množstvo katalyzátora 0,001 - 0,495 % hmotnostných, proces prebieha pri pH 5 - 8 prednostne pri 5,5 - 7,2, čo má výrazný vplyv na reaktivitu. Doposiaľ známe postupy používajú množstvo katalyzátora nad 0,5 % hmotnostných, čo napríklad pri použití kyseliny mravenčej zhoršuje v dôsledku vzniku mravčanu sodného reaktivitu produktu, čo je v praxi na záväzu.

Postup výroby podľa tohoto vynálezu zaručuje rovnomernú kvalitu produktu, zaručuje zvýšenie pevnosti spoja o 5 - 10 % čo má pre praktické použitie kondenzátov veľký význam.

Výsledky analýz takto pripraveného produktu sledované na gelovom chromatografe ukazujú zúženie distribučnej krivky, čo je pre aplikáciu v drevárskom a nábytkárskom priemysle výhodné a potvrdzuje tým vysokú kvalitu a rovnomernosť produktu, čo pri pô-

vodných postupoch citovaných v predhu nie je možné dosiahnuť.

Postup výroby podľa tohoto vynálezu je v dôsledku menšej manipulácie s jednotlivými typmi lepidiel aj v tomto smere o cca 10 % akonomickejší a prispieva k úspore pracovných síl u výrobcu lepidla.

Príklad 1

Do miešaného zásobníka opatreného miešadlom s možnosťou chladenia sa nadávkuje $20,08 \text{ m}^3$ vodného roztoku formaldehydu o koncentrácii 37 % hmotnostných, pridá sa 15 l suspenzie 5 % hmotnostných hydroxidu vápenatého na úpravu pH, ktoré je po úprave v rozmedzí 7 - 8,5 a pridá sa 8 400 kg pevnej močoviny. Po jej rozpustení sa pridá 10 %-ná kyselina mravenčia v takom množstve, aby pH bolo v rozmedzí 5 - 7,9. Takto pripravený predkondenzát (molárny pomer močoviny a formaldehydu 1 : 1,95) sa dávkuje v množstve $6 \text{ m}^3/\text{h}$ do prvého reakčného stupňa, kde pri teplote 125°C a tlaku 0,3 MPa prebieha kondenzačná reakcia. Produkt z prvého reakčného stupňa o viskozite 30 - 70 mPas sa kontinuálne odoberá do druhého reakčného stupňa, kde prebieha kondenzácia prídavkom $1,34 \text{ m}^3/\text{h}$ 50 %-ného roztoku močoviny a 12 l 5 %-nej suspenzie hydroxidu vápenatého pri teplote 55°C a tlaku 10,2 kPa.

Z druhého reakčného stupňa sa produkt kontinuálne odoberá o sušine 67 % hmotnostných, viskozite 500 mPas, obsahu voľného formaldehydu 0,6 % hmotnostných, reaktivite 52 sekúnd (merané pri 100°C s chlórídrom amonným) a ochladí sa na 20°C .

Príklad 2

Do zásobníka opatreného miešadlom a plášťovým chladením sa nadávkuje $20,08 \text{ m}^3$ vodného roztoku formaldehydu o koncentrácii 37 % hmotnostných pridá sa 15 l 10 %-ného hydroxidu sodného na úpravu pH, ktoré je po úprave v rozmedzí 7,0 - 8,5 a pridá sa 8 400 kg pevnej močoviny. Po jej rozpustení sa pridá 10 %-ná kyselina mravenčia tak, aby pH bolo 5,0 - 8,0. Takto pripravený predkondenzát (molárny pomer močoviny : formaldehydu 1 : 1,95) sa dávkuje v množstve $8 \text{ m}^3/\text{h}$ do prvého reakčného stupňa, kde pri teplote 125°C a pretlaku 0,3 MPa prebieha kondenzačná reakcia. Produkt z prvého reakčného stupňa o viskozite 40 - 80 mPas sa kontinuálne dávkuje do druhého reakčného stupňa, kde prebieha dodatočná kondenzácia prídavkom $0,38 \text{ m}^3/\text{h}$ 50 %-ného roztoku močoviny a 7 l 10 %-ného hydroxidu sodného pri teplote 55°C a tlaku 10,2 kPa. Z druhého reakčného stupňa sa produkt kontinuálne odoberá o sušine 66,7 hmotnostných %, viskozite 1 400 mPas, obsahu voľného formaldehydu 4,3 % hmotnostných a ochladí sa na 20°C .

Príklad 3

Do zásobníka opatreného miešadlom a plášťovým chladením sa nadávkuje $20,08 \text{ m}^3$ vodného roztoku formaldehydu o koncentrácii 37 % hmotnostných pridá sa 15 l 10 %-ného hydroxidu sodného na úpravu pH, ktoré je po úprave v rozmedzí 7,0 - 8,5 a pridá sa 8 400 kg pevnej močoviny. Po jej rozpustení sa pridá 10 %-ná kyselina mravenčia tak, aby pH bolo 5,0 až 7,9. Takto pripravený predkondenzát (molárny pomer močovina : formal-

dehyd 1 : 1,95) sa dávkuje v množstve $8 \text{ m}^3/\text{h}$ do prvého reakčného stupňa, kde pri teplote 120°C a tlaku $0,3 \text{ MPa}$ prebieha kondenzačná reakcia. Produkt z prvého stupňa o viskozite $40 - 80 \text{ mPas}$ sa kontinuálne odoberá do druhého reakčného stupňa, kde prebieha druhý stupeň kondenzácie prídavkom $0,89 \text{ m}^3/\text{h}$ 50 %-ného roztoku močoviny a 10 l 10 %-ného hydroxidu sodného pri teplote 55°C a tlaku $10,2 \text{ kPa}$. Z druhého reakčného stupňa sa produkt kontinuálne odoberá o sušine 67 % hmotnostných, o viskozite $1\,200 \text{ mPas}$, obsahu voľného formaldehydu 2,3 % hmotnostných, reaktivite 42 sekund (pri 100°C s chlórdom amonným ako tužidlom) a ochladí sa na 20°C .

Tabuľka fyzikálno-chemických vlastností močovinoformaldehydového kondenzátu pripravovaného podľa príkladu 1 - 3.

Parameter	Príklad 1	Príklad 2	Príklad 3
Obsah sušiny % hmotnostných	67	66,7	67
pH	7,8	7,6	7,7
Viskozita mPas/ 20°C	500	1 400	1 200
Reaktivita (želatinačný čas) s chlórdom amonným			
pri 100°C (s)	52	42	39
pri 20°C (min)	360	40	20
molárny pomer močovina : formaldehyd	1 : 1,4	1 : 1,8	1 : 1,6
Pevnosť lepeného spoja na bu- kovej preglejke po teste IF-20 (MPa) podľa metodiky Štátnej skúšobne č. 216 pri ŠDVÚ	2,2	2,4	2,3

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby močovinoformaldehydových kondenzátov vhodných ako lepidlá v drevárskom a nábytkárskom priemysle pre výrobu drevotriesok, preglejok, aglomerovaných dosák a nábytku, ktoré sa vyrábajú z vodného roztoku močoviny a formaldehydu vyznačujúci sa tým, že polykondenzácia sa prevádza dvojstupňovo, v prvom stupni pri teplote 102 až 150°C , pri tlaku $0,002$ až $0,5 \text{ MPa}$ v prietochnom kontinuálnom zariadení so základným molárnym pomerom vstupných surovín močoviny a formaldehydu $1 : 1,5$ až $1 : 2,2$

s výhodou 1 : 1,95 za prítomnosti 0,001 až 0,495 % hmotnostných s výhodou 0,005 % hmotnostných organickej, alebo anorganickej kyseliny s výhodou kyseliny mravčej a v druhom stupni sa ďalej kondenzuje pri tlaku 2 až 20 kPa, pri teplote 30 až 90 °C za kontinuálneho prídavku vodného roztoku močoviny o koncentrácii 20 až 80 % hmotnostných s výhodou 50 % hmotnostných a to v takom množstve, aby výsledný molárny pomer močoviny a formaldehydu bol 1 : 1,3 až 1 : 1,85 s kontinuálneho dávkovania roztoku hydroxidov alkalických kovov a alkalických zemín.