



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

241 414

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 01 03 83
(21) (PV 1406-83)

(51) Int. Cl.⁴

C 08 L 61/22
(C 08 L 61/22, 61/24,
61/28)//C 08 G 12:12,
C 08 G 12:32

(40) Zveřejněno 22 08 85

(45) Vydáno 01 02 88

(75)

Autor vynálezu

MAREK OLDŘICH ing., PARDUBICE; MAREK PETR ing., ČELÁKOVICE;
MAŤÁTKO JAN ing.; HAJÍČEK ODON ing., PARDUBICE

(54)

Způsob výroby lisovacích aminoplastů

Způsob výroby lisovacích aminoplastů, při kterém se pevné polykondenzační suroviny, jako melamin, močovina, 6-kaprolaktam, celulóza a uhličitý vápenatý, zahřejí za míchání v témže nebo představeném zařízení nad teplotu kondenzace od 70 do 180 °C, potom se nadávkuje kapalná surovina, tj. formalin a katalytický systém a reakční směs se udržuje ve fluidním vznosu při teplotě 60 až 160 °C, potom se provede vysušení granulovaného polykondenzátu při teplotě do 160 °C. Při postupu se dosáhne konstantní kinetiky polykondenzace během celého procesu. Vzniklé aminoplasty jsou zpracovatelné všemi dostupnými technologiemi, vykazují zlepšené reologické vlastnosti (smykové napětí 0,05 až 0,20 MPa). Příprava aminoplastů o úzké distribuční křivce a konstantní hustotě sítě.

Vynález se týká způsobu výroby lisovacích aminoplastů, a to modifikovaných melaminoformaldehydových, melaminových, močovinnových a močovino-melaminových, které jsou vhodné pro zpracování vstřikováním, přetlačováním a lisováním, přičemž se vyznačují vysokou zatékavostí a odolností vůči stárnutí.

Aminoplasty jsou teplem tvrditelné reaktoplasty, které se aplikují na náročné výlisky zejména pro elektrotechniku a strojírenství.

Dosud známé kondenzační postupy přípravy těchto reaktoplastů pracují na počátku kondenzace tak, že teplota reakční směsi zvolna stoupá vlivem vyhřívání reaktoru až dosáhne stejné teploty na jakou je vyhřát reaktor. Od tohoto okamžiku probíhá kondenzace za izotermálních podmínek tak dlouho, až se dosáhne požadovaného kondenzačního stupně. Nevýhodou tohoto postupu je relativně dlouhý kondenzační proces a vlivem měnící se kondenzační teploty i měnící se kondenzační rychlost. Vzniká tím nehomogenní makromolekulární struktura o široké distribuci molekulárních hmotností o různém stupni větvení, což vede k polydisperzní struktuře vytvrzeného plastu. Tím se zákonitě produkují reaktoplasty o proměnných a většinou neoptimálních vlastnostech reologických, elektrických a fyzikálně-mechanických.

Technologický způsob výroby aminoplastů ve fluidním vznosu dle čs. patentu 126 796 a 129 445 zajistí smykové napětí plastu v rozsahu 0,25 až 0,40 MPa. Progresivní způsob výroby modifikovaných melaminoformaldehydových hmot dle čs.

patentu 212 873, poskytuje aminoplasty o smykovém napětí 0,15 až 0,25 MPa.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby lisovacích aminoplastů z pevných polykondenzačních surovin a dlniv jako melaninu, močoviny, 6-kaprolaktanu, celulózy, uhličitanu vápenatého a formalínu, který je předmětem vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se pevná polykondenzační suroviny a plniva vyhřejí za míchání nad teplotu kondenzace od 70°C do 180°C, načež po dosažení této teploty se do nich nadávkuje formalín a katalytický systém a reakční směs se udržuje ve fluidním vznosu při teplotě 60°C až 160°C, načež se provede vysušení granulovaného polykondenzátu při teplotě do 160°C.

Podle vynálezu bylo zjištěno, že kondenzační proces probíhá stejnou reakční kinetikou po celou dobu kondenzace. Tím se dosáhne ve výsledném plastu zcela homogenní polymerní makrostruktury, zajišťující maximální kvalitativní parametry všech požadovaných vlastností. Jsou tím odstraněny podmínky tvorby nížemolekulárních polymerních molekul, které způsobují lepení na formu při zpracování, zhoršují fyzikálně-mechanické vlastnosti apod. Přínosem regulace konstantních podmínek polykondenzace po celou dobu jejího trvání je to, že i teplota kondenzačního systému je od počátku na tak vysoké hodnotě, kterou zajistí předehřáté pevné suroviny, tím se vytváří maximální hodnota reakční entalpie, která je určující pro všechny důležité vlastnosti vyráběných aminoplastů. Postup dle vynálezu umožňuje i při následné sušící periodě granulovaného aminoplastu ve fluidním vznosu, že stěny fluidního reaktoru mohou být udržovány na 160°C i výše, tj. až na vytvrzovací teplotu aminoplastu, čímž se dosahuje nejkratšího výrobního času celého cyklu. Významným přínosem tohoto postupu je, že i přes vysoké teploty kondenzace a sušení se nevytváří žádné nálepy na stěnách reaktoru. Další přínosem je, že se získají aminoplasty o vysoké zatékavosti. Tak ku př. modifikované aminoplasty dle tohoto postupu dosahují nižší sňkové napětí než mají fenoplasty a polyestery a blíží se hodnotami 0,02 až 0,04 MPa (při 120°C) hodnotám, které vykazují jinak pouze epoxidové lisovací hmoty.

Příklad 1

241 414

Do vyhřátého reaktoru se nadávkuje suroviny:

Celulósa osiková	30,-- kg
Melamin	55,-- "
6-kaprolaktam	30,-- "
Uhličitan vápenatý	70,-- "
Stearan vápenatý	2,-- "
Titanová běloba	5,-- "

Suroviny se za intenzivního míchání vyhřejí na 150°C. Po dosažení této teploty se do nich vnesou kapalné suroviny:

Formalín 36,5 % hm.	80,-- kg
Trietanolamin	5,-- "
Kyselina ortofoforečná	5,-- "

Polykondenzace všech reakčních složek proběhne ve fluidním vznosu při teplotě systému 115°C během 3 min, načež se granulovaný materiál vymaže při teplotě stěn reaktoru 160°C a za vakua 15 kPa během 3 minut. Výsledný produkt je charakterizován rázovou houževnatostí 1,2 J/cm², pevností v ohybu 100 MPa, entalpií vytvrzovacího exotermu 200 J/g, viskozitou 3.10² Pa.s při vstřikovacím tlaku 150 MPa a teplotě 120°C, smykovým napětím 0,02 MPa při teplotě 120°C.

Příklad 2

V předřazeném míchacím zařízení se vyhřejí na 130°C následující suroviny:

Melamin	60,-- kg
Celulósa	50,-- "
Stearan zinečnatý	1,-- "
Litopon	5,-- "
Uhličitan vápenatý	5,-- "

Po vyhřátí se nadávkuje do intenzivně míchaného reaktoru vyhřátého na 100°C, za současného napuštění následujících kapalných složek:

Formalín 36,5 % hm.	100,-- kg	241 414
Trietanolamin	2,-- "	
Kyselina mravenčí	0,05 "	

Kondenzace celého systému probíhá od prvního okamžiku styku reakčních složek při 100°C po dobu 8 min. Stejněměrně granulovaný materiál se vysuší při teplotě reaktoru 100°C za vakua 70 kPa během 8 min. Výsledný produkt je charakterizován pevností v ohybu 120 MPa, rázovou houževnatostí 1,5 J/cm², entalpií vytvrzovacího exotermu 150 J/g, nulovým obsahem níže-molekulárních polykondenzačních produktů a smykovým napětím 0,15 MPa při 120°C.

Příklad 3

Do vyhřátého a intenzivně míchaného reaktoru se vnesou následující pevné suroviny:

Močovina	60,-- kg
Celulósa	50,-- "
Stearin	2,-- "
Ftalocyaninová zeleň	2,-- "

Suroviny se vyhřejí na 115°C a během 1 min se do nich nadávkuje roztok o složení:

Formalín 36,5 % hm.	120,-- kg
Hexametylentetramin	9,-- "
Ftalanhydrid	2,-- "

Polykondenzace reakčních složek proběhne v reaktoru ve fluidním vznosu při teplotě 90°C během 10 min. Jemně granulovaná hmota se vysuší při teplotě reaktoru 120°C, vakuu 60 kPa během 5 min. Výsledný produkt je charakterizován rázovou houževnatostí 1,6 J/cm², pevností v ohybu 120 MPa, entalpií vytvrzovacího exotermu 250 J/g, smykovým napětím 0,2 MPa při 120°C.

Příklad 4

241 414

Do vyhřátého reaktoru se nadávkuje suroviny:

Melamin	30,-- kg
Močovina	30,-- "
Celulóza	45,-- "
Stearin	1,50 "
Titanová běloba	3,-- "
Ftalocyaninová modř	0,40 "
6-kaprolaktam	2,-- "

Suroviny se za intenzivního míchání vyhřejí na 135°C a po dosažení této teploty se do nich vnesou kapalné reakční suroviny:

Formalín 36,5 % hm.	90,-- kg
Kyselina ortofoforečná	3,-- "

Polykondenzace složek systému proběhne ve fluidním vznosu při teplotě 110°C během 6 min., načež se granulovaný materiál vysuší při teplotě reaktoru 150°C a za vakua 70 kPa během 5ti minut. Výsledný produkt je charakterizován rázovou houževnatostí 1,0 J/cm², pevností v ohybu 120 MPa, entalpií vytvrzovacího exotermu 180 J/g, smykovým napětím 0,10 MPa při 120°C.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

241 414

Způsob výroby lisovacích aminoplastů z formalínu a pevných polykondenzačních surovin a plniv jako melaminu, močoviny, 6-kaprolaktamu, celulózy a uhličitanu vápenatého, vyznačený tím, že se pevné polykondenzační suroviny a plniva vyhřejí za míchání nad teplotu kondenzace od 70 °C do 180 °C, potom po dosažení této teploty se do nich nadávkuje formalín a katalytický systém a reakční směs se udržuje ve fluidním vznosu při teplotě 60 °C až 160 °C, potom se provede vysušení granulovaného polykondenzátu při teplotě do 160 °C.