



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

209522
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 08 G 12/12

(22) Přihlášeno 11 04 78
(21) (PV 5408-79)
(32) (31) (33) Právo přednosti od 27 04 77
(53301) Řecko
(40) Zveřejněno 27 02 81
(45) Vydáno 15 05 84

(72)

Autor vynálezu

MARKESSINI ANDREW C., BASILEJ (Švýcarsko)

(73)

Majitel patentu

TEUKROS HANDELSGESELLSCHAFT AG, BASILEJ (Švýcarsko)

(54) Způsob polykondenzace aminopryskyřic

1

Vynález se týká způsobu polykondenzace aminopryskyřic, zejména používaných k pojení částecek celulózy propustných pro vodu.

Až dosud se pro polykondenzaci aminopryskyřic používalo kyselých vytvrzovacích katalyzátorů. Jejich nevýhodou je, že použitelné rychlosti vytvrzování pryskyřic, které se dosáhne jejich použitím, jsou při vyšší teplotě relativně nízké. Přídavkem kyselých vytvrzovacích katalyzátorů se sice zvýší rychlost vytvrzování, ale postupně se dosáhne hodnoty, při níž další zvyšování rychlosti vede ke zhoršení vlastností pojenného materiálu.

Kromě toho dochází při přídavku těchto známých katalyzátorů ve větších množstvích k polykondenzaci i při teplotě místnosti (a to i přes přídavek inhibitorů, jakými jsou například amoniak hexamethylen-tetramin). Tím se zkracuje doba skladovatelnosti pojiva při teplotě místnosti, a to vede k vytvrzování směsi před jejím uvedením do lisu a ke všem známým nedostatkům s tím spojeným.

Předmětem vynálezu je způsob polykondenzace aminopryskyřic, jehož podstata spočívá v tom, že se k aminopryskyřici přidá 1 až 30 hmotnostních %, vztaženo na pevné podíly pryskyřice a katalyzátoru, katalyzá-

2

toru tvořeného roztokem 30 až 150 hmotnostních dílů směsi organické a anorganické složky ve 100 hmotnostních dílech vody, přičemž organickou složkou je formaldehyd a močovina nebo nezpryskyřičnatělý kondenzační produkt formaldehydu a močoviny a anorganickou složkou je ve vodě rozpustný halogenid alkalického kovu, uvedený roztok obsahuje organickou a anorganickou složku v poměru 0,1 až 10 hmotnostních dílů organické složky na 1 hmotnostní díl anorganické složky a množství vody závisí na rozpustnosti organické a anorganické složky a obsahu pevného podílu, který je nezbytný pro použitý produkční systém, a obvyklé množství chloridu amonného, přičemž se polykondenzace provádí při teplotě 20 až 35 °C a hodnotě pH reakční směsi 7,5 až 9.

S výhodou se při způsobu podle vynálezu přidá katalyzátor k aminopryskyřici v množství 20 hmotnostních %.

Přídavkem katalyzátoru podle vynálezu se zvýší rychlost vytvrzování při vyšší teplotě na takovou hodnotu, které není možné přidáním kyselých vytvrzovacích katalyzátorů vůbec dosáhnout.

Přídavkem katalyzátoru podle vynálezu se mohou rychlosti vytvrzování ještě dále zvýšit a zároveň zkrátit následující lisovací

doby, aniž se projevuje jakékoliv zhoršení vlastností pojeného materiálu. Přídavek katalyzátoru je účinný pouze při vysokých teplotách. Proto se podstatně zvyšuje rychlost polykondenzace pryskyřice při teplotě lisování, ale při teplotě okolí nikoliv, takže se odstraní potíže spojené s předčasným vytvrzováním. Katalyzátor podle vynálezu se s pryskyřicí spojuje a tvoří její součást.

Kombinace organické a anorganické složky katalyzátoru podle vynálezu vykazuje synergické chování. Pokud se jednotlivé složky přidají k pryskyřici samostatně, dojde sice k určitému zvýšení rychlosti vytvrzování, ale použije-li se těchto složek ve formě směsi, dojde ke zvýšení, které je vyšší než součet účinků, které se projeví, přidá-li se každá složka odděleně.

V případě soli odvozené od halogenidů může jít o nějaký rozpustný halogenid alkalického kovu. Organickým materiálem může být nezpryskyřičnatělý kondenzační produkt močoviny s formaldehydem. Ke zlepšení disperze pryskyřice je výhodné přidat ke katalyzátoru také povrchově aktivní činidlo v malém množství, například v množství 0,1 až 2 %.

Katalyzátor, kterého se používá při způsobu podle vynálezu (počítáno na obsah pevné látky 100 %), je možné přidávat v množství 1 až 30 % obsahu pevné látky pryskyřice. Nejdůležitějším aspektem vynálezu je skutečnost, že katalyzátor podle vynálezu může nahradit část pryskyřice, aniž se zhorší vlastnosti konečného produktu. Toho však není dosaženo tím, že se katalyzátor přidává v množstvích, která jsou přímo rovná množství nahrazené pryskyřice, nýbrž tím, že se katalyzátor přidává v množství od 50 do 70 % nahrazené pryskyřice (výpočet je vztažen na hmotnostní procenta a na to, že všechny složky mají 100 % obsah pevné látky).

Katalyzátor, kterého se používá při způsobu podle vynálezu, může na základě svého synergického chování nahradit pryskyřici v množství až do dvojnásobku své vlastní hmotnosti. Výše uvedená vlastnost katalyzátoru se projeví přidavkem 20 % hmotnostních pryskyřice, což odpovídá náhradě asi 40 % hmotnosti použité pryskyřice. Přidávali se v menším množství, například v množství 3 až 10 %, dojde ke značnému zlepšení vlastností konečného produktu. Přidá-li se ve větším množství, například v množství do 30 %, neprojeví se žádný rozdíl týkající se vlastností konečného produktu, avšak značně stoupne rychlost vytvrzování a uspoří se pryskyřice.

Pojení, které se provádí známým způsobem, je ovlivněno vytvrzováním pryskyřice při vyšších teplotách a tlacích. Katalyzátor je možné používat pro všechny druhy výrobků, u nichž se k pojení (spojování) produktů lignocelulózy používají močovino-formaldehydové pryskyřice, nezávisle na tom, zda přitom jde o částice dřeva k výrobě

třískových desek za použití plošných lisů nebo kalandrů, anebo dřevěné dýhy, jako například k výrobě překližky. Kvalita vyrobených laťovek, popřípadě desek byla týdně kontrolována během období 6 měsíců a nebylo pozorováno žádné zhoršení vlastností. To svědčí o tom, že nenastalo žádné odbourávání polymeru a že vlastnosti laťovek, popřípadě desek, související se stárnutím, jsou srovnatelné s vlastnostmi výrobků vyrobených normálním způsobem.

Dosud známé náhradní látky k náhradě pryskyřice nedovolují zachování stejných známých způsobů výroby při vyšších množstvích náhrady a také nevedou k současněmu zvýšení rychlosti výroby. U známých náhradních látek jde zvláště o soli halogenidů, ale nepoužívá se směsi soli halogenidu s přidavkem močoviny a formaldehydu.

Přídavek samotné soli halogenidu umožňuje náhradu části pryskyřice ve srovnání s reaktivním katalyzátorem podle vynálezu s dále uvedenými omezeními:

1. rychlost výroby se nezvyší; v případě většího množství náhrady se ve skutečnosti sníží, neboť náhradní látky působí jako inhibitor místo jako katalyzátor v důsledku vysokého množství přítomné vody;

2. náhrada je možná v poměru 1:1, zatímco v případě reaktivního katalyzátoru podle vynálezu jsou možné poměry 1:2;

3. většího nahrazeného množství se dosáhne odděleným postřikem roztokem soli halogenidu, následným sušením a nastříkáváním pojiva. V případě použití reaktivního katalyzátoru podle vynálezu je možné nahradit větší množství, aniž je nutné reaktivní katalyzátor samostatně nastříkovat a dále sušit. Reaktivní katalyzátor se přidá k roztoku pryskyřice a tento roztok se používá k postřiku dřevní hmoty v jednom stupni známým způsobem.

Použití reaktivního katalyzátoru výše uvedeného složení při způsobu podle vynálezu poskytuje ještě další výhodu. V důsledku menšího množství použité pryskyřice a dosažených zlepšených účinků je množství volného formaldehydu při výrobě desek a laťovek značně sníženo a vyrobené desky jsou téměř bez zápachu.

V následující části popisu bude způsob podle vynálezu blíže objasněn formou příkladů provedení.

Příklad 1

Konstantní množství močovino-formaldehydové pryskyřice (BASF 285) reaguje za kontrolovatelných teplotních a tlakových podmínek s katalyzátorem, kterého se používá při způsobu podle vynálezu, přičemž katalyzátor se mění na množství jeho složek tvořících roztok katalyzátoru. Uvedený katalyzátor není používán samostatně, nýbrž dodatečně k obvyklým známým katalyzátorům, které jsou zpravidla tvořeny chlo-

ridem amonným a obsahují nebo neobsahují hexamethylentetramin.

V následující tabulce I je jednoznačně doložen synergický účinek roztoku katalyzátoru z organických a anorganických složek.

Pokus 1 slouží jako slepý pokus a neobsahuje roztok katalyzátoru podle vynálezu, nýbrž jako katalyzátor obsahuje pouze známý chlorid amonný; při 100 °C je doba želatinace 90 s.

Pokus 2 obsahuje kromě chloridu amonného také určité množství močoviny a formaldehydu a vykazuje slabě zvýšený katalytický účinek při době želatinace 95 s při teplotě 100 °C.

Pokus 3 obsahuje kromě chloridu amonného také určité množství chloridu sodného, avšak žádnou močovinu a formaldehyd a

vykazuje slabě zvýšený katalytický účinek s dobou želatinace 80 s při teplotě 100 °C.

Pokus 4 obsahuje kromě chloridu amonného směs močoviny, formaldehydu a chloridu sodného, kde celkové množství přidané směsi je stejné jako množství přidaných jednotlivých složek v pokusech 2 a 3. Pokusy 4, 5 a 6 ukazují zvýšený katalytický účinek, způsobený synergickým chováním použitých složek, a příslušné doby želatinace jsou 60, 35 a 28 s při teplotě 100 °C.

Rozdíl mezi pokusy 4, 5 a 6 je důsledkem rozdílných množství použité organické složky oproti anorganické složce roztoku katalyzátoru. Bylo zjištěno, že pokus 6, který obsahuje větší množství organického materiálu, vykazuje také větší katalytický účinek.

TABULKA I

Složky (hmotnostní díly)	Pokusy					
	1	2	3	4	5	6
Močovino-formaldehydová pryskyřice (s obsahem pevné látky 65 %)	140	140	140	140	140	140
Voda	70	10	10	104	10	10
Roztok katalyzátoru	—	60	60	60	60	60
Chlorid amonný (20% vodný roztok)	12	12	12	12	12	12
Hexamethylentetramin (20% vodný roztok)	8	8	8	8	8	8
Doba želatinace (s) při 100 °C	90	85	80	60	35	28
Močovina (100%)	—	5,35	—	5,35	10,70	16,05
Formaldehyd (100%)	—	2,75	—	2,75	5,50	8,25
Chlorid sodný (100%)	—	—	20	20	20	20
Povrchově aktivní činidlo (10% vodný roztok)	—	1	1	1	1	1
Voda	—	90,9	79,0	70,9	62,8	54,7
Celkem	100	100	100	100	100	100

Příklad 2

Tento příklad ozřejmí výhody dosažené použitím způsobu podle vynálezu při výrobě třískových desek.

Budou popsány tři případy, u kterých bude použito stejné celkové množství. Rozdíly jsou pouze v souvislosti s rozdílnými vlastnostmi různých složek použitého katalyzátoru, jak je uvedeno v následující tabulce II. V této tabulce se sloupec A vztahuje na roztok použitý k postřiku jemné dřevní moučky, která se používá k výrobě vnějšího povrchu třískových desek. Sloupec B se vztahuje na roztok použitý k postřiku dřevěných třísek, které se používají k výrobě jádra třískových desek.

Třískové desky byly v tomto případě vyrobeny systémem Bison, tzn. za kontinuální tvorby vrstvy při kontrolovaných podmínkách, které byly pro všechny uvažované případy udržovány konstantní:

Vlhkost hmoty před lisováním $10,5 \pm 0,5$ %

Teplota při lisování 210 °C
Tlak 3,5 MPa

Kvalita třískových desek vyrobených tímto způsobem nevykazuje ani v jednom z uvedených tří případů patrné rozdíly (viz výsledky v tabulce II).

Rozdílné roztoky vyrobené ve všech třech případech v souladu s příkladem podle vynálezu vedou ke snížení doby lisování, jak je dále uvedeno:

Pokus 1: 9,25 s/mm nebroušené třískové desky

Pokus 2: 8,00 s/mm nebroušené třískové desky

Pokus 3: 7,00 s/mm nebroušené třískové desky

Třetí pokus, při kterém je použito největšího množství organické složky ve srovnání s anorganickou složkou, vykazuje nejlepší výsledky.

Příklad dokazuje, že použitím katalyzátoru podle vynálezu je možné zkrátit doby lisování při výrobě třískových desek, a že zároveň je možné snížit množství použité

pryskyřice při použití tohoto katalyzátoru o množství asi 30 %, asi 16,90 % [pokus 2] nebo asi 21 % [pokus 3].

TABULKA II

Složky (hmotnostní díly)

	1		Pokusy 2		3	
	A	B	A	B	A	B
Močovino-formaldehydová pryskyřice [obsah pevné látky 65 %]	100	200	70	140	70	140
Chlorid amonný (20% vodný roztok)	—	8	—	8	—	8
Voda	68,5	31	58,5	20	58,5	20
Amoniak hustoty 25 °Baumé	1,5	1	1,5	2	1,5	2
Roztok katalyzátoru	—	—	40	70	40	70
Celkem	170	240	170	240	170	240

Složky roztoku katalyzátoru (hmotnostní díly)

	1		2		3	
	A	B	A	B	A	B
Močovina (100%)	—	—	5,35	5,35	10,70	10,70
Formaldehyd (100%)	—	—	2,75	2,75	5,50	5,50
Chlorid sodný (100%)	—	—	20	20	20	20
Povrchově aktivní činidlo (10% roztok)	—	—	1	1	1	1
Voda	—	—	70,9	70,9	62,8	62,8
Celkem	—	—	100	100	100	100

Vlastnosti

	Pokusy		
	1	2	3
Hustota (kg/m ³)	660	640	625
Tloušťka (mm)	16,2	16,0	16,1
Modul pružnosti L	26 000	23 200	24 000
Pevnost v tahu (MPa)	0,50	0,45	0,42
Pevnost v ohybu (MPa)	25	23	22,5
Schopnost absorbování vody po 24 h ponoru (%)	40	45	52
Podíl přírůstku bobtnáním po 24 h ponoru (%)	13	15	20

Příklad 3

Tento příklad objasní vzrůst rychlosti při výrobě třískových desek, kterého se dosáhne přidávkou katalyzátoru použitého při způsobu podle vynálezu ke směsi (tzn. směsi chloridu sodného a močovino-formaldehydového monomeru) ve srovnání s rychlostí, jaké se dosáhne při prostém přidávku chloridu sodného [bez močovino-formaldehydového monomeru].

Dosažené výsledky jsou uvedeny v následující tabulce III, kde pokus 1 kromě obvyklých přísad, které se přidávají ke směsi pryskyřice pro výrobu třískových desek, ob-

sahuje pouze chlorid sodný a vykazuje proto dobu želatínace 80 s, zatímco v pokusu 2 jsou stejné přísady jako v pokusu 1, avšak navíc ještě močovino-formaldehydový monomer a stejné množství chloridu sodného. Doba želatínace je v tomto případě rovna 28 s.

Pro třískové desky získané za stejných podmínek při použití zařízení Bison pro oba pokusy podle vynálezu vyplývají výrobní rychlosti 9 s/mm v případě pokusu 1 a 7 s/mm v případě pokusu 2. Dosažené mechanické vlastnosti podle DIN 52 330 až 52 365 byly v obou případech stejné.

TABULKA III

Složky (hmotnostní díly)	Pokusy	
	1	2
Močovino-formaldehydová pryskyřice (obsah pevné látky 65 %)	140	140
Voda	58	43,42
Chlorid amonný (20% roztok)	12	12
Hexamethylentetramin	8	8
Chlorid sodný (100%)	12	12
Močovina (100%)	—	6,93
Formaldehyd (100%)	—	4,95
Celkem	230	230
Doba želatínace (s)	80	28
Lisovací doba v s/mm tloušťky nebroušené třískové desky	9	7
Vlastnosti		
	1	2
Hustota (kg/m ³)	660	640
Tloušťka (mm)	16,05	16,20
Modul pružnosti L	24 500	23 200
Pevnost v tahu (MPa)	0,6	0,52
Pevnost v ohybu (MPa)	23,5	24,0
Absorpce vody po 24 h ponoru (%)	45	60
Přírůstek bobtnáním po 24 h ponoru (%)	13,4	14,9

Příklad 4

Tento příklad objasní vyšší náhradu močovino-formaldehydové pryskyřice při přidavku katalyzátoru, kterého se používá při způsobu podle vynálezu, ve srovnání s menší náhradou, které bylo dosaženo při použití pouze chloridu sodného bez přidavku monomeru močoviny a formaldehydu, přičemž byly vyrobeny třískové desky, které v obou případech vykazovaly ekvivalentní mechanické vlastnosti.

Tento příklad objasní zvláště případ, kde náhrada činí v případě chloridu sodného, vztaženo na pryskyřici, poměr 1:1, zatímco v případě směsi chloridu sodného s močovinou a formaldehydem činí náhrada pryskyřice poměr 1:2. Zásoba dřevěných třísek byla po práškování zpracována s odpovídajícími recepturami, uvedenými v tabulce IV.

Receptura 1 slouží jako slepý pokus bez náhrady pryskyřice. Receptury se od sebe odlišují tím, že v receptuře 2 dochází k náhradě pevné látky pryskyřice pouze chloridem sodným, zatímco podle receptury 3 (receptura podle vynálezu) dochází k náhradě

pryskyřice směsí chloridu sodného s monomerem močoviny a formaldehydu.

V receptuře 2 bylo nahrazeno 19,5 dílu pevné pryskyřice 19,5 dílu chloridu sodného.

V receptuře 3 bylo nahrazeno 39 dílů pevné pryskyřice 19,5 dílu pevného reaktivního katalyzátoru (tzn. chlorid sodný, močovina a formaldehyd).

V receptuře 2 tak došlo k náhradě v poměru 1:1 a v receptuře 3 k náhradě 1:2.

Třískové desky vyrobené s oběma směsmi měly stejné mechanické vlastnosti, ačkoliv v receptuře 3 byl nižší obsah pevné látky. V obou případech byly třískové desky vyrobeny systémem Bison, tzn. s kontinuální tvorbou vrstvy za kontrolovatelných podmínek, které byly v obou případech udržovány konstantní:

Vlhkost hmoty před lisováním $10,5 \pm 0,5$ %
 Teplota při lisování 210 °C
 Tlak 3,5 MPa

Vlastnosti (kvalita) vyrobených třískových desek jsou uvedeny v následující tabulce IV.

TABULKA IV

Složky (hmotnostní díly)

Pokusy

	1		2		3	
	A	B	A	B	A	B
Močovino-formaldehydová pryskyřice	100	200	90	180	80	60
Obsah pevné látky močovino-formaldehydové pryskyřice	65	130	58,5	117	52	104
Chlorid amonný (20% roztok)	—	8	—	8	—	8
Voda	68,5	31,0	72,0	38,0	66,17	26,33
Amoniak (25 °Bé)	1,5	1,0	1,5	1,0	1,5	1,0
Chlorid sodný (100%)	—	—	6,5	13,0	—	—
1) Reaktivní katalyzátor — 100 % pevné látky	—	—	—	—	6,5	13,0
1) Reaktivní katalyzátor — 100 % pevné látky A+B	—	—	—	—	19,5	19,5
Voda	—	—	—	—	15,83	31,67
Celkové množství roztoku pryskyřice	170	240	170	240	170	240

1) Složky reaktivního katalyzátoru: močovina (100%) — 19 dílů, formaldehyd (100%) — 10 dílů, chlorid sodný (100%) — 71 dílů, celkem 100 dílů.

Složky (hmotnostní díly)

Pokusy

	1		2		3	
	A	B	A	B	A	B
Celkový obsah pevné látky	65,0	131,6	65,0	131,6	58,5	118,6
Obsah pevné látky v %	38,3	54,8	38,2	54,8	34,4	49,4
Díly nahrazené pevné látky pryskyřice	—	—	6,5	13,0	13,0	26,0
Díly pevné látky pryskyřice A — náhrada A+B	—	—	19,5	—	39,0	—
% pryskyřice, substituováno A+B	—	—	10	—	20	—
Poměr množství přidané pevné náhradní látky k množství substituované pevné látky pryskyřice	—	—	1:1	—	1:2	—

Vlastnosti

Pokusy

	1	2	3
Hustota (kg/m ³)	645	630	625
Tloušťka (mm)	16,1	16,5	16,2
Modul pružnosti L	24 500	25 000	23 800
Pevnost v tahu (MPa)	0,45	0,50	0,48
Pevnost v ohybu (MPa)	23,5	22,3	24,0
Absorpce vody po 24 h ponoru (%)	45	50	53
Přírůstek bobtnáním po 24 h ponoru (%)	14	17	16

Příklad 5

Novost způsobu podle vynálezu vyplývá ze skutečnosti, že v případě, kdy je žádán vysoký stupeň náhrady pryskyřice, je absolutně nutné používat směs podle vynálezu, aby bylo možné zásobu suroviny postříkovat v jednom stupni tak, jak se to provádí při všech typech systémů používaných pro výrobu třískových desek.

Pokud se k pryskyřici přidává pouze chlorid sodný bez přísadky močoviny a formal-

dehydu, potom, odhlédneme-li od skutečnosti, že rychlost je nepatrná, jak je ukázáno v již popsanych předcházejících příkladech, je rovněž nutné oddělené postříkávání dřevěných třísek chloridem sodným s následujícím sušením dřevěné směsi a dalším postříkáváním pojivem. Tento postup podmiňuje použití přídatných zařízení, která jsou nákladná a snižují produkci.

Dodatečné výrobní stupně jsou nutné pro malou rozpustnost chloridu sodného ve vo-

dě a také v tom případě, kdy náhrady pryskyřice je dosaženo přidavkem takového množství s obsahem pevné látky, které je rovné množství pevné látky nahrazené pryskyřice. Aby se nahradilo větší množství pryskyřice, je ve směsi nutná přítomnost příliš velkého množství vody, kterou není možno vysušit v jednom stupni v lisu za obvyklou dobu lisování.

Směs používanou při způsobu podle vynálezu je možno velmi dobře použít k náhradě většího množství pryskyřice, aniž je nutné používat příliš velkého množství vody, a tam, kde je možná výroba produktu v jednom stupni tak, jak se obvykle provádí při výrobě třískových desek, přičemž není zapotřebí vůbec měnit výrobní proces. To je podle vynálezu možné na základě skutečnosti, že rozpustnost je ve vodě vyšší, a proto se používá méně vody. Také však proto, že náhrady se dosáhne přidavkem polovičního množství nahrazeného materiálu, počítáno jako pevný materiál.

K dosažení stejně vysokého stupně náhrady (35 % v uvedeném příkladu) při použití reaktivního katalyzátoru používaného při způsobu podle vynálezu je doba želatínace kratší, a proto také vyšší rychlost výroby (směs 3). Při použití pouze chloridu sodného bez přidavku monomeru močoviny a formaldehydu je doba želatínace mnohem delší, neboť přidané náhradní látky působí v tomto případě jako inhibitor místo jako katalyzátor (směs 2). Všechny jmenované body vyplývají z receptur uvedených v následující tabulce V. V této tabulce jsou uvedeny tři směsi:

Směs 1 slouží jako slepý pokus, v němž je pryskyřice použita bez jakýchkoliv náhradních látek.

Směs 2 obsahuje pouze chlorid sodný, který nahrazuje pryskyřici.

Směs 3 obsahuje reaktivní katalyzátor, kterého se používá při způsobu podle vynálezu, tzn. chlorid sodný a monomer močoviny a formaldehydu.

Procentuální podíl nahrazené pryskyřice činí ve směsích 2 a 3 až 35 %. Ve směsi 3 bylo přidáno 37,5 dílu reaktivního katalyzátoru, který nahradil 68,5 dílu pevné pryskyřice, a ve směsi 2 bylo přidáno 68,5 dílu chloridu sodného, který nahradil stejné množství pryskyřice, tzn. 68,5 dílu pryskyřice. To svědčí o tom, že podle vynálezu bylo dosaženo náhrady v poměru 1:1,8, za-

tímco při použití pouze chloridu sodného bylo dosaženo náhrady v poměru 1:1.

Celkové množství roztoku pryskyřice ve směsi 3, která obsahuje reaktivní katalyzátor používaný při způsobu podle vynálezu, bylo stejné jako v případě směsi 1. To však nebylo v případě směsi 2, do níž byl přidán pouze chlorid sodný, možné pro velké množství vody, jejíž přítomnost ve směsi je nutná na základě vysoké náhrady pryskyřice.

Doba želatínace slepého pokusu činí 60 s. Pro směs 3, obsahující reaktivní katalyzátor používaný při způsobu podle vynálezu, byla nižší doba želatínace, 40 s, která zde dovolila větší výrobní rychlost; ve směsi 2, kde byl použit pouze chlorid sodný, byla doba želatínace 110 s, neboť přidané složky působily jako inhibitor místo jako katalyzátor.

Sloupec A se ve všech třech případech vztahuje na roztok použitý k postřiku jemné dřevěné moučky, používané k výrobě vnějšího povrchu třískových desek. Sloupec B se ve všech třech případech vztahuje na roztoky použité k postřiku dřevěných třísek, které se používají k výrobě jádra třískové desky.

Za použití směsi pryskyřic uvedených v tabulce V byly vyrobeny vždy tři desky. Použitým způsobem výroby je systém Bison a podmínky byly ve všech třech případech udržovány konstantní:

Vlhkost hmoty před lisováním	10,5 ± 0,5 %
Teplota při lisování	120 °C
Tlak	3,5 MPa

Kvalita vyrobených třískových desek odpovídala standardu DIN 52 360 až 52 365 a nevykazovala žádné rozdíly v případech 1 a 3. V případě 2, kde byl obsažen pouze chlorid sodný místo reaktivního katalyzátoru používaného při způsobu podle vynálezu, nemohly být vlastnosti vyrobené třískové desky měřeny, neboť vyrobené desky se již za normální teploty vydouvaly. To svědčí o tom, že použití samotného chloridu sodného neumožní vysoké stupně náhrady o řádové velikosti 35 %, pokud se používá k výrobě třískových desek při jediném stupni postřiku podle známého způsobu.

TABULKA V

Složky (hmotnostní díly)

	1		Pokusy 2		3	
	A	B	A	B	A	B
Močovino-formaldehydová pryskyřice	100	200	65	130	65	130
Pevná látka pryskyřice	65	130	42	84,5	42	84,5
Chlorid amonný (20% roztok)	—	8	—	8	—	8
Voda	68,5	31	—	—	68,5	31
Amoniak (25 °Bé)	1,5	1,0	1,5	1,0	1,5	1,0
Chlorid sodný (100%)	—	—	23	45,5	—	—
Chlorid sodný A+B	—	—	68,6		—	
1) Reaktivní katalyzátor (100%)	—	—	—	—	12,5	25
Reaktivní katalyzátor A+B	—	—	—	—	37,5	
Voda	—	—	82	161,5	22,5	45
Celkové množství roztoku pryskyřice	170	240	213,5	346	170	240

1) Složky reaktivního katalyzátoru: močovina (100%) — 30, formaldehyd (počítáno jako 100 % pevné látky) — 15, chlorid sodný (100%) — 55.

	1		Pokusy 2		3	
	A	B	A	B	A	B
Celkový obsah pevné látky	65	131,6	65	131,6	54,5	111,1
Obsah pevné látky (%)	38,2	54,8	30,8	38	54	53
Díly nahrazené pevné pryskyřice	—	—	23	45,5	23	45,5
Díly nahrazené pevné pryskyřice A+B	—	—	68,5		68,5	
% nahrazené pryskyřice A+B	—	—	35		35	
Poměr množství přidané pevné náhradní látky k množství nahrazené pevné látky pryskyřice	—	—	1:1		1:1,8	
Doba želatinace (s)	60	—	110		40	

Příklad 6

Tento příklad objasní synergické chování, které bylo zjištěno při přípravě pryskyřice za použití směsi chloridu sodného spolu s nezpryskyřičnatělými produkty monomeru močoviny a formaldehydu. Výsledky přitom dosažené jsou uvedeny v následující tabulce VI, kde pokus 1 kromě obvyklých přísad, které se používají k přípravě pryskyřice pro výrobu třískových desek, obsahuje pouze chlorid sodný a doba želatinace

činí 49 s. Pokus 2 obsahuje močovino-formaldehydový kondenzát a doba želatinace činí 51 s. Pokusy 3 a 4 obsahují oba chlorid sodný a močovino-formaldehydový kondenzát v množství, jejichž součet je stejný jako množství chloridu sodného použitého v pokusu 1 (vše je vztaženo na 100% obsah pevné látky). Oba pokusy 3 a 4 mají kratší dobu želatinace než pokusy 1 a 2. Doba želatinace pro pokusy 3 a 4 je 42 s.

TABULKA VI

Složky (hmotnostní díly)	Pokusy			
	1	2	3	4
Močovino-formaldehydová pryskyřice (obsah pevné látky 65 %)	140	140	140	140
Chlorid amonný (20% vodný roztok)	8	8	8	8
Amoniak (25 °Bé)	2	2	2	2
Chlorid sodný (100%)	12	—	8,55	5,5
Močovina (100%)	—	1,73	1,73	3,16
1) Formaldehyd-močovina (18% vodný roztok)	—	2,15	2,15	4,18
Voda	64	72,12	63,57	63,16
Celkem	226	226	226	226
Doba želatinace při 100 °C (s)	49	51	42	42

1) Formaldehyd-močovina jako kondenzát následujícího složení: 55 hmot. dílů formaldehydu, 25 hmot. dílů močoviny a 20 hmot. dílů vody.

Příklad 7

Tento příklad objasní synergické chování, které bylo zjištěno při přípravě pryskyřice za použití směsi chloridu draselného spolu s kondenzačním produktem monomerů močoviny a formaldehydu. Výsledky přitom dosažené jsou uvedeny v následující tabulce VII, kde pokus 1 představuje slepý pokus, kdy se místo katalyzátoru podle vynálezu použije pouze voda. Pokus 2 zahr-

nuje použití chloridu draselného a pokus 3 použití směsi chloridu draselného a kondenzátu monomeru močoviny a formaldehydu.

Doba želatinace v pokusu 1 činí 93 s; pokus 2 vykazuje slabý katalytický účinek při době želatinace 82 s; pokus 3, který zahrnuje použití reaktivního katalyzátoru podle vynálezu, vykazuje překvapivě silný katalytický účinek při době želatinace 42 s.

TABULKA VII

Složky (hmotnostní díly)	Pokusy		
	1	2	3
Močovino-formaldehydová pryskyřice (obsah pevné látky 65 %)	140	140	140
Chlorid amonný (20% vodný roztok)	8	8	8
Amoniak (25 °Bé)	3	3	3
Chlorid draselný (100%)	—	12	12
Močovina (100%)	—	—	7,38
1) Formaldehyd-močovina (80% vodný roztok)	—	—	9
Voda	75	63	46,62
Celkové množství	226	226	226
Doba želatinace při 100 °C (s)	93	82	42

1) Formaldehyd-močovina jako kondenzát následujícího složení: 55 hmot. dílů formaldehydu, 25 hmot. dílů močoviny, 20 hmot. dílů vody.

Příklad 8

Tento příklad se týká výroby dýhované třískové desky. Příklad objasní zejména skutečnost, že katalyzátor používaný při způsobu podle vynálezu je možné také použít k lepení plochých laťovek (desek), jako například k výrobě překližky, vrstvených desek, dýhovaných desek (laťovek) nebo jiných vícevrstevných desek, popřípadě laťovek. V tomto případě byla na obě plochy broušené třískové desky o síle 15 mm, veli-

kosti 185 × 305 cm a obsahu vlhkosti 9 % nalepena fólie typu Tianna o síle 0,6 mm a obsahu vlhkosti 10 %. Pojivo bylo naneseno na třískovou desku nanášecím zařízením.

Desky byly lisovány za tlaku 0,7 MPa při teplotě 120 °C. Jsou uvedeny dva pokusy. V pokusu 1 byla použita normální příprava pojiva, zatímco v pokusu 2 bylo použito způsobu podle vynálezu. Tyto přípravy jsou uvedeny v následující tabulce VIII.

Zatímco desky vyrobené s pojivem připraveným podle pokusu 1, vyžadovaly dobu lisování 2 minuty, stačila pro desky vyrobené s pojivem připraveným podle pokusu 2 doba lisování 1,7 minuty.

Příprava pojiva k výrobě dýhovaných tří-

kových desek za použití katalyzátoru používaného při způsobu podle vynálezu přinesla následující výsledky:

Zvýšení rychlosti výroby o 15 %
Úsporu pojiva v množství 26 %

TABULKA VIII

Složky (hmotnostní díly)	Pokusy	
	1	2
Močovino-formaldehydová pryskyřice (obsah pevné látky 65 %)	100	70
Chlorid amonný (20% vodný roztok)	8	8
Chlorid sodný	—	6
Močovina (100%)	—	1,62
Formaldehyd (100%)	—	0,83
Voda	—	21,55
Moučka	7	10
Celkové množství	115	118

Příklad 9

Tento příklad objasní synergické chování, které bylo pozorováno při přípravě pryskyřice na bázi melaminoformaldehydové pryskyřice za přídavku směsi chloridu sodného spolu s monomery močoviny a formaldehydu. Použitou pryskyřicí byla pryskyřice fy BASF Kauramin 542.

Výsledky přitom získané jsou uvedeny v následující tabulce IX. Pokus 1 představuje slepý pokus. Pokus 2 kromě obvyklých přísad obsahuje chlorid amonný, amoniak a chlorid sodný. Pokus 3 kromě obvyklých

přísad zahrnuje použití chloridu amonného, amoniaku a také močoviny a formaldehydu. Všechny tyto pokusy vykazovaly stejnou dobu želatinace, 65 s. Pokus 4 kromě obvyklých přísad zahrnuje použití chloridu amonného, amoniaku, močoviny, formaldehydu a chloridu sodného, přičemž celkové množství přidané směsi bylo stejné jako množství jednotlivých přidaných složek v pokusech 2 a 3. Pokus 4 tedy představuje příklad pro použití katalyzátoru používaného při způsobu podle vynálezu a vykazuje skutečně podstatně kratší dobu želatinace, rovnou 48 s.

TABULKA IX

Složky (hmotnostní díly)	Pokusy			
	1	2	3	4
Melamino-formaldehydová pryskyřice (obsah pevné látky 65 %)	140	140	140	140
Chlorid amonný (20% vodný roztok)	8	8	8	8
Amoniak (25 °Bé)	2	2	2	2
Chlorid sodný (100%)	—	12	—	12
Močovina (100%)	—	—	3,2	3,2
Formaldehyd (100%)	—	—	1,65	1,65
Voda	76	64	71,15	59,15
Celkové množství	226	226	226	226
Doba želatinace při 100 °C (s)	65	65	65	48

Podobné výsledky je možné získat, když se ve výše uvedených příkladech chlorid sodný nebo draselný nahradí chloridem lithným, bromidy nebo jodidy sodíku, draslíku nebo lithia.

Příklad 10

V tomto příkladu provedení bude proká-

záno, že reaktivní katalyzátor, kterého se používá při způsobu podle vynálezu, má popsaný účinek i při mezních poměrech organické a anorganické složky. Byly připraveny tři roztoky, jejichž složení je uvedeno v následující tabulce X. Obsahy jednotlivých složek jsou uvedeny ve hmotnostních dílech.

TABULKA X

Roztok	1	2	3
Formaldehyd (počítáno jako 100%)	106	11	183
Močovina	160	16	292
Chlorid sodný	27	260	98
Voda	707	713	427
Celkem	1000	1000	1000

V roztoku 1 je poměr organická složka/anorganická složka roven 10:1, zatímco tentýž poměr má v případě roztoku 2 hodnotu 0,1:1. Oba tyto vzorky mají obsah pevné desky 29 %. Roztok 3 je koncentrovanější. Má obsah pevné látky 57 %, přičemž poměr organická složka/anorganická složka je u roztoku 3 roven 4,8:1.

Tyto roztoky byly použity ve formulacích I, II a III, jejichž složení je uvedeno v dále uvedené tabulce XI. Těchto formulací je zase použito pro výrobu 16 mm silných třískových desek.

Formulace IV je kontrolní formulací, tvořenou normálním močovino-formaldehydo-

vým pojivem, ke kterému se nepřidává reaktivní katalyzátor používaný při způsobu podle vynálezu.

Uvedené třískové desky se vyrábějí za použití laboratorního lisu o rozměrech 40×56 centimetrů. Každou formulací se zkropí 10 kilogramů dřevěných třísek. Ze získaných směsí se vytvarují (ručně) vždy tři desky. Tyto desky se lisují rychlostí 11 s/mm. Lis má teplotu 200 °C a používá se tlaku 3,5 MPa. Kvalita finálních desek je popsána v tabulce XII. Uvedené hodnoty jsou průměrem ze tří hodnot, naměřených u tří desek pro každou formulaci.

TABULKA XI

Formulace	I	II	III	IV
Močovino-formaldehydové pojivo (65 %)	1177	1177	1177	1385
15% roztok chloridu amonného	270	270	270	270
Emulze	77	77	77	77
20% roztok hexamethylen-tetraminu	203	203	203	203
Roztok 1	208	—	—	—
Roztok 2	—	208	—	—
Roztok 3	—	—	208	—
Voda	53	53	53	53

TABULKA XII

Formulace	Hustota (kg/m ³)	Pevnost v ohybu (MPa)	Pevnost v tahu (MPa)	Podíl v % přírůstku bobtnáním po 2 h	po 24 h
I	712	18,4	0,52	6,0	21,4
II	668	14,4	0,49	8,0	24,3
III	701	20,4	0,68	5,0	17,0
IV	731	19,5	0,44	13,1	23,2

Ze získaných výsledků je zřejmé, že třískové desky, získané za použití katalyzátoru používaného při způsobu podle vynálezu, ve kterém je organická a anorganická složka obsažena v mezích množství, mají lepší vlastnosti, než třísková deska získaná o sobě známým způsobem.

Příklad 11

Tento příklad ilustruje možnost použití i dalších halogenidů, a to jodidu a bromidu sodného. Byly připraveny dva roztoky, jejichž složení je uvedeno v následující tabulce XIII. Obsahy jednotlivých složek jsou uvedeny ve hmotnostních dílech.

TABULKA XIII

Roztok	1	2
Formaldehyd (100%)	40	40
Močovina	100	100
Jodid sodný	260	—
Bromid sodný	—	260
Voda	600	600
Celkem	1000	1000

Uvedené roztoky byly použity ve formulacích I a II, jejichž složení je uvedeno v dále uvedené tabulce XIV a které byly zase použity k výrobě 16 mm silných třískových desek. Formulace III je kontrolní formulací, obsahující normální močovino-formaldehydové pojivo, ke kterému nebyl přidán reaktivní katalyzátor, kterého se používá při způsobu podle vynálezu.

Třískové desky byly vyrobeny za použití laboratorního lisu o rozměrech 40 × 56 cm.

Každou formulací se zkropí 10 kg dřevěných třísek. Z takto získaných směsí se vytvarují (ručně) vždy tři desky. Tyto desky se lisují rychlostí 11 s/mm. Lis má teplotu 200 °C, přičemž se používá tlaku 3,5 MPa. Vlastnosti získaných desek jsou uvedeny v dále uvedené tabulce XV. Uvedené hodnoty jsou v průměru hodnot naměřených vždy u tří uvedených desek.

TABULKA XIV

Formulace	I	II	III
Močovino-formaldehydové pojivo (65%)	1177	1177	1385
15% roztok chloridu amonného	30	30	30
Emulze	77	77	77
Roztok 1	208	—	—
Roztok 2	—	208	—
Voda	53	53	53

TABULKA XV

Formulace	Hustota (kg/m ³)	Pevnost v ohybu (MPa)	Pevnost v tahu (MPa)	Podíl v % přírůstků bobtnáním po 2 h	po 24 h
I	720	15,9	0,65	17,4	27,5
II	711	14,5	1,00	13,2	25,4
III	732	16,9	0,74	17,2	26,0

Z uvedených výsledků je zřejmé, že obě formulace podle vynálezu jsou ekvivalentní a dokonce lepší než formulace III, která je kontrolní formulací a u které tedy nebylo použito přísavku reaktivního katalyzátoru podle vynálezu.

Příklad 12

Tento příklad má ilustrovat vliv vzájem-

ného poměru formaldehydu a močoviny v rámci organické složky reaktivního katalyzátoru, kterého se používá při způsobu podle vynálezu.

Smíšením složek, které jsou uvedeny v následující tabulce XVI, při teplotě okolí byly připraveny tři roztoky katalyzátorů.

TABULKA XVI

Roztok	I	II	III
	hmotnostní díly		
30% vodný roztok formaldehydu	257	20	180
Močovina	5	142	94
Chlorid sodný	220	220	220
Voda	518	618	506
Hmotnostní poměr močoviny k formaldehydu (vztaženo na 100 % pevné látky)	5 : 95	95 : 5	1,4 : 1

Výše uvedené roztoky byly použity ve formulacích, jejichž složení je uvedeno ve hmotnostních dílech v následující tabulce XVII.

TABULKA XVII

Formulace	a	b	c	d
Močovino-formaldehydová pryskyřice (65% roztok)	70	70	70	100
Roztok I	30	—	—	—
Roztok II	—	30	—	—
Roztok III	—	—	30	—
20% roztok chloridu amonného	7	7	7	7
Doba želatínace při 100 °C (s)	27	50	45	55

Ze získaných hodnot doby želatínace je zřejmé, že se synergický účinek katalyzátoru, kterého se používá při způsobu podle vynálezu, projevuje i při extrémních hmotnostních poměrech močoviny k formaldehydu (5 : 95 a 95 : 5). Tohoto synergického účinku se dosáhne také v případě, že se namísto směsi formaldehydu a močoviny použije ve stejném hmotnostním poměru ne-

zpryskyřičnatělého kondenzačního produktu formaldehydu a močoviny.

Příklad 13

Připraví se tři roztoky, jejichž složení je uvedeno ve hmotnostních dílech v následující tabulce XVIII.

TABULKA XVIII

Roztok	I	II	III
44% vodný roztok formaldehydu	239	28	151
Močovina	6	219	94
Chlorid sodný	220	220	220
Voda	535	533	535
Hmotnostní poměr močoviny k formaldehydu (počítáno na 100 % pevné látky)	5 : 95	95 : 5	59 : 41

Tyto roztoky jsou použity ve formulacích, jejichž složení je ve hmotnostních dílech uvedeno v následující tabulce XIX.

TABULKA XIX

Formulace	a	b	c	d
Močovino-formaldehydová pryskyřice (65% roztok) 15% roztok chloridu amonného	1247	1247	1247	1385
Emulze	150	150	150	150
Amoniak	77	77	77	77
Roztok I	5	5	5	5
Roztok II	138	—	—	—
Roztok III	—	138	—	—
Voda	—	—	138	—
Celkem	53	53	53	53
	1670	1670	1670	1670

Tyto formulace byly použity při výrobě 16 mm silných třískových desek, přičemž formulace „d“ je kontrolní formulací, tvořenou močovino-formaldehydovým pojivem, u kterého nebylo použito reaktivního katalyzátoru používaného při způsobu podle vynálezu. Třískové desky byly vyrobeny za použití laboratorního lisu o rozměrech 40 × 56 centimetrů.

Každou formulací se zkontroluje 10 kg dřevěných třísek. Z takto získaných směsí se připraví (ručně) tři desky. Tyto desky se lisují rychlostí 10 s/mm, 9 s/mm a 8 s/mm. Teplota lisu je 220 °C, přičemž bylo použito lisovacího tlaku 3,5 MPa.

Vlastnosti získaných desek jsou uvedeny v následující tabulce XX.

TABULKA XX

Formu- lace	Lisovací doba (s/mm)	Hustota (kg/m ³)	Pevnost v ohybu (MPa)	Pevnost v tahu (MPa)	2hodinové bobtnání (%)	24hodinová absorpce (%)	Modul pružnosti (MPa)
a	10	709	16,6	0,62	14,3	24,9	25 690
b	10	714	18,4	0,92	6,0	20,9	27 250
c	10	711	16,6	0,71	8,5	22,8	25 450
d	10	713	13,5	0,59	14,1	25,6	20 020
a	9	699	14,7	0,74	15,3	25,1	23 800
b	9	704	17,0	0,87	6,5	19,4	25 920
c	9	687	15,4	0,68	10,1	22,5	24 900
d	9	708	14,6	0,61	13,3	24,9	24 550
a	8	679	14,1	0,55	14,6	22,9	21 900
b	8	683	17,1	0,75	6,0	18,4	25 200
c	8	697	15,5	0,60	10,7	22,2	24 750
d	8	680	14,4	0,66	9,4	20,4	22 776

Z uvedených výsledků je zřejmé, že formulace a, b, c jsou stejné nebo dokonce lepší, pokud jde o dosažené výsledky, než formulace d, která je kontrolní formulací, u které nebylo použito reaktivního kataly-

zátoru používaného při způsobu podle vynálezu. Stejných výsledků se dosáhne, jestliže se namísto formaldehydu a močoviny použije nezpryskyřičnatělého kondenzačního produktu formaldehydu a močoviny.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob polykondenzace aminopryskyřic, vyznačený tím, že se k aminopryskyřici přidá 1 až 30 hmotnostních %, vztaženo na pevné podíly pryskyřice a katalyzátoru, katalyzátoru, tvořeného roztokem 30 až 150 hmotnostních dílů směsi organické a anorganické složky ve 100 hmotnostních dílech vody, přičemž organickou složkou je formaldehyd a močovina nebo nezpryskyřičnatělý kondenzační produkt formaldehydu a močoviny a anorganickou složkou je ve vodě rozpustný halogenid alkalického kovu, uvedený roztok obsahuje organickou a anorga-

nickou složku v poměru 0,1 až 10 hmotnostních dílů organické složky na 1 hmotnostní díl anorganické složky a množství vody závisí na rozpustnosti organické a anorganické složky a obsahu pevného podílu, který je nezbytný pro použitý produkční systém, a obvyklé množství chloridu amonného, přičemž se polykondenzace provádí při teplotě 20 až 35 °C a hodnotě pH reakční směsi 7,5 až 9.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se katalyzátor přidá k aminopryskyřici v množství 20 hmotnostních %.