



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBRÁTKY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

244808

(11)

(22)

(51) Int. Cl.⁴

C 08 G 12/40

/22/ Přihlášeno 16 03 84

/21/ PV 1904-84

/32/ /31//33/ Právo přednosti od 17 03 83
/898/83/ Maďarská lidová republika

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 14 08 87

(72) Autor vynálezu

ALPÁR TIBOR dr. ing., GYÖRVÁRI JÁNOS ing., TÉR LÁSZLÓ ing., SZOMBATHELY;
BULICZKA ÉVA, MARKOVITS IMRE ing., RISCHÁK KATALIN ing.;

SCHNITTA ANTAL ing., BUDAPEST /MLR/

(73) Majitel patentu

NYUGATMAGYARORSZÁGI FAGAZDASÁGI KOMBINÁT, SZOMBATHELY,
ERDŐKÉMIA ERDŐGAZDASÁGI VEGYI ÉS IPARI VÁLLALAT, BUDAPEST /MLR/

(54) Způsob výroby lepidla

Vynález se týká způsobu výroby lepidla, výhodně pro lepení látek obsahujících celulosu a textilií, kondenzací močoviny a formaldehydu za přítomnosti solí kovů alkalických zemin a alkalických kovů. Podstata způsobu spočívá v tom, že se z močoviny a formaldehydu připraví předkondensát, k předkondensátu se přidá sůl alkalického kovu nebo kovu alkalické zemin, kondensace se vede až do dosažení požadovaného stupně viskosity a potom se k pryskyřici přidá anorganická sloučenina boru, potom zesílení regulující organická sloučenina fosforu nebo p-toluensulfonchloramid sodný nebo benzensulfonchloramid sodný, jakož i s minerální kyselinou vytvořená sůl sekundárního nebo terciárního aminu. Kromě těchto přísad může pryskyřice obsahovat o sobě známé katalyzátory prostorového zesílení, viskozitu zvyšující přísady a známé fenolové, močovinné nebo melaminové pryskyřice.

Vynález se týká způsobu výroby lepidla na bázi močovino-formaldehydových pryskyřic, vykazujícího zlepšené vlastnosti. Uvedené lepidlo je vhodné samostatně nebo v kombinaci s jinými známými lepidly k lepení látek obsahujících celulózu a k lepení textilií.

Pro výrobu lisovaných vláknitých desek /dřevotřískových desek/ se používají ke slepení celulózu obsahujících částic nejčastěji močovino-formaldehydové pryskyřice. Pro tento účel použití je důležité, aby pryskyřice zaručovala odpovídající hodnoty pevnosti, aby její doba zesítnění byla dostatečně krátká, dále aby pryskyřice vykazovala vhodnou viskozitu a aby byl její obsah volného formaldehydu nepatrný.

Je známo, že přidávkou hexamethylentetraminu k roztoku močovino-formaldehydové pryskyřice se zvýší rychlost vytvrzení a sníží se obsah volného formaldehydu. Tímto způsobem zpracovaná pryskyřice je však hůře skladovatelná, neboť polykondensace nastává v tomto případě již při teplotě místnosti.

Z patentního spisu Spojených států amerických č. 3 905 847 je známo, že se pojivové vlastnosti pryskyřice zlepší a podíl volného formaldehydu v hotovém produktu se sníží, když se kondensace močoviny a formaldehydu provádí za přítomnosti solí alkalických kovů a kovů alkalických zemin.

Podobný způsob je popsán v patentním spise NDR č. 135 728. Podle tohoto způsobu se polykondensace močoviny s formaldehydem provádí za přítomnosti chloridu sodného jako aktivního katalyzátoru. Sůl se přidává v množství 30 % hmotnostních, vztaženo na množství hotové pryskyřice. Rychlost zesítnění tímto způsobem modifikované pryskyřice je vyšší, současně se odštěpuje menší množství formaldehydu. Uvedená pryskyřice se používá pro výrobu lisovaných vláknitých desek.

Podobně jako ve výše citovaných patentních spisech se navrhuje také v DOS č. 2 914 009 provádět kondensaci močoviny a formaldehydu za přítomnosti speciálních solných katalyzátorů. Anorganická sůl se přitom přidává v molárním poměru 0,015 až 0,3, vztaženo na použitý formaldehyd. Tímto způsobem vyrobená pryskyřice se může skladovat po dlouhou dobu a používá se výhodně pro výrobu lisovaných vláknitých desek.

Podle DAS č. 2 206 696 se jako katalyzátor nepoužívá anorganická sůl jako taková, nýbrž sloučenina vytvořená z močoviny a této anorganické soli.

Podle maďarského patentního spisu č. 178 763 konečně spočívá lepší řešení v tom, že se jako katalyzátor používá směs anorganické soli, močoviny a formaldehydu. Podle popisné části uvedeného spisu se jako katalyzátoru používá dříve připravená směs močoviny, formaldehydu a halogenidu alkalického kovu nebo kovu alkalické zeminy.

Katalyzátor se přimísí do směsi formaldehydu a močoviny, připravené v běžném molárním poměru, a teprve potom nastává počátek kondensace. Hotová pryskyřice nachází použití při výrobě lisovaných vláknitých desek.

Cílem předloženého vynálezu je vypracování způsobu, kterým by bylo možno vyrobit močovino-formaldehydové lepidlo se zlepšenými vlastnostmi, jehož doba prostorového zesítnění je poměrně krátká a u něhož přechod ze stavu B do stavu C nastává prakticky během okamžiku /stav B : předřazený kondenzační stupeň tvrditelné pryskyřice, při kterém je tato sice ještě botnavá, ale již nerozpustná a za tepla tak dalece změkne, že je jí možno ještě za tlaku tvarovat ; stav C : konečný stav zesítnění ; Kunststoff-Lexikon, nakl. Carl Hanser, Mnichov 1975/.

Mezi lepivou pryskyřicí podle předloženého vynálezu a známými pryskyřicemi je dále ten rozdíl, že viskozita pryskyřice podle předloženého vynálezu během zesítnění nevzrůstá kontinuálně, nýbrž po určitou dobu zůstává prakticky na konstantní hodnotě a teprve po dosažení C stavu skokem vzrůstá, asi 3 sekundy před úplným zesítněním.

Lepivost, popřípadě pojivová pevnost pryskyřice vyrobené podle předloženého vynálezu je zrovna tak vysoká, jako je v literatuře uváděno pro pryskyřice, využívané k podobným účelům. Rovněž možnost odštěpení formaldehydu během zesítnění je nižší, takže pryskyřice obsahuje méně volného formaldehydu.

Výše uvedené výhody byly dosaženy pomocí následujících opatření.

Anorganická alkalická sůl, popřípadě sůl kovu alkalické zeminy, se nepřidává jedno-
stupňově, ale ve dvou stupních do systému pryskyřice. V prvním stupni neprobíhá přidávek
na počátku kondensace, nýbrž nejprve vytvoří močovina a formaldehyd předkondensát. Anorga-
nická sůl se přidá teprve potom, čímž vznikne ze soli a předkondensátu chemická sloučenina.

Ve druhém stupni, v konečném stadiu kondensace, se v systému pryskyřice vytvoří sůl
alkalického kovu, popřípadě alkalické zeminy, sama in situ tak, že se přidají soli sekundár-
ních nebo terciárních aminů. V alkalickém mediu vzniká vedle soli také hydroxid aminu.
S tím jsou spojeny dvě výhody: přítomnost anorganické soli potlačuje během prostorového
zesítnění odštěpování formaldehydu z polymerního řetězce, popřípadě polymerní mřížky,
zatímco aminhydroxid již odštěpený formaldehyd váže.

Doba zesítnění a viskositá pryskyřice se reguluje přidávkou kompozice, která sestává
ze sloučeniny boru a sloučeniny, která se při teplotě prostorového zesítnění rychle rozkládá
za vývinu tepla.

Jako příklady takových sloučenin je možno uvést: p-toluensulfochloramid sodný,
benzensulfochloramid sodný, kyselina fosfo-enolpyrohroznová, glycerinmonofosfát, 1,3-di-
fosfát kyseliny glycerinové, inosin-5'-trifosfát, argininfosfát, keratinfosfát, glukózo-6-
-fosfát, fruktózo-6-fosfát, adenosintrifosfát.

U uvedených sloučenin dochází při teplotách prostorového zesítnění k tepelnému rozkladu
a přitom uvolněné teplo urychluje prostorové zesítnění pryskyřice; rozkladné produkty se
zabudují do polymerní sítě.

Při způsobu podle předloženého vynálezu jako anorganické soli alkalických kovů nebo
kovů alkalických zemin přicházejí v úvahu například následující sloučeniny: chlorid sodný,
chlorid draselný, bromid draselný, siřičitan sodný, dvojsiřičitan sodný, dvojsiřičitan
draselný, dithioničitan sodný, dithioničitan draselný, chlorid vápenatý, chlorid hořečnatý
a podobně.

Jako soli sekundárních nebo terciárních aminů je možno použít například hydrochlorid
trimethylaminu, hydrochlorid morfolinu, hydrochlorid methylmorfolinu, hydrochlorid tri-
ethylendiaminu a podobně. Jako sloučeniny boru přicházejí v úvahu například oxid boritý,
kyselina boritá nebo boritan sodný, popřípadě polyboráty.

Pryskyřice vyrobená způsobem podle předloženého vynálezu se může sama o sobě použít
jako lepidlo, může se však používat také ve směsi se známými fenol-formaldehydovými prysky-
řicemi, močovino-formaldehydovými pryskyřicemi nebo melamin-formaldehydovými pryskyřicemi.

Při tvorbě předkondensátu je účelné, když se ke komponentám směsi přidá 0,0001 až
0,05 % hmotnostních povrchově aktivní látky.

Aby se zvýšila přilnavost pryskyřice, přidávají se účelně během kondensace, za nasta-
vení hodnoty pH, sloučeniny, které se zabudovávají do vznikajícího polymerního řetězce.
Jako takovéto sloučeniny je možno jmenovat například monoethanolamin, isopropylamin a tri-
ethanolamin.

Viskositá hotové pryskyřice se může zvýšit přidávkou vhodného zahušťovadla. Jako tako-

věto přísady přicházejí například v úvahu soli kaseinu, soli celulózy rozpustné ve vodě, škrob, dextrin, bentonit, vodní sklo, oxid křemičitý a žitná mouka. Množství zahušťovacího prostředku, přidávaného do pryskyřice činí 0,2 až 5 % hmotnostních, vztaženo na sušinu pryskyřice.

Konečně se do pryskyřice přidávají ještě v množství 1 až 2 % hmotnostní známé katalyzátory pro prostorové zesílení, například chlorid amonný. Hodnota pH hotové pryskyřice se nastaví na 7 až 8,5.

Pokud se má vyrobit práškovitá pryskyřice, tak se močovina nenechá reagovat s formaldehydem, nýbrž s trioxanem nebo paraformaldehydem. Vzniklá monomethylolmočovina nebo dimethylolmočovina se odfiltruje a kladuje se jako komponenta A. Pro výrobu komponenty B se smísí anorganická sůl, sloučenina boru, sloučenina rozložitelná teplem a uhličitán sodný.

Z práškovitých komponent A a B se podle předloženého vynálezu vyrobí lepidlo tak, že se z komponenty A připraví roztok nebo suspence a komponenta B se k tomu přimíchá. Hodnota pH směsi se nastaví na rozmezí 7 až 8,5; pryskyřice se míchá při teplotě v rozmezí 20 až 25 °C po dobu 1 až 24 hodin.

Lepicí pryskyřice podle předloženého vynálezu se vyznačuje výbornými lepicími vlastnostmi a během prostorového zesílení regulovanou viskositou. Může se skladovat po dobu několika měsíců bez ztráty stability a během skladování, popřípadě po zesílení není pozorováno odštěpování volného formaldehydu.

Podstata předloženého vynálezu, týkajícího se způsobu výroby lepicí pryskyřice, spočívá v kondensaci močoviny a formaldehydu ve třech stupních. V prvním stupni se kondensuje močovina a formaldehyd v molárním poměru 1:1,05 až 1:2 v alkalickém prostředí, k předkondensátu se ve druhém stupni přidá 0,15 až 1,1 molárně ekvivalentního množství soli alkalického kovu nebo kovu alkalických zemin, vztaženo na močovinu a kondenzace probíhá až do dosažení stupně viskozity maximálně 16 sekund - měřeno Fordovým pohárkem 4 při 20 °C, a pak se ve třetím stupni k pryskyřici, vztaženo na obsah sušiny, přidá 0,1 až 5 % anorganické sloučeniny boru a to trihydrátu oxidu boritého, kyseliny borité, boritanu alkalického kovu nebo polyboritanu alkalického kovu, 0,1 až 3 % organické sloučeniny fosforu regulující prostorové zesílení a to glycerinmonofosfátu, 1,3-difosfátu kyseliny glycerinové, inosin-5-trifosfátu, argininfosfátu, kreatinfosfátu, adenosintrifosfátu, glukoso- nebo fruktoso-6-fosfátu, nebo p-toluen- nebo benzensulfonochloramidu sodného, 0,3 až 10 % soli minerální kyseliny se sekundárním nebo terciárním aminem a to trialkylaminem, trialkylendiaminem, trialkanolaminem, trialkanoldiaminem nebo popřípadě alkylovou skupinou substituovaným morfolinem /alkylové skupiny mohou obsahovat 1 až 4 atomy uhlíku, popřípadě 0,3 až 4 % katalyzátoru prostorového zesílení, výhodně chloridu amonného, sulfaminové kyseliny nebo její amoniové soli, popřípadě 1 až 4 % přísady zvyšující viskozitu, výhodně kaseinové soli, ve vodě rozpustné celulózy, škrobu, tetrinu, bentonitu, vodního skla, oxidu křemičitého nebo žitné mouky a nakonec popřípadě 10 až 90 % fenolformaldehydové, močovinoformaldehydové nebo melamin formaldehydové pryskyřice.

Způsob podle vynálezu je blíže osvětlen následujícími příklady.

Močovinoformaldehydové pryskyřice používané v příkladech provedení mohou být vyrobeny podle Ullmannovy Encyklopedie technické chemie /třetí vydání/, třetí svazek, strana 476.

Příklad 1

Do reaktoru opatřeného míchadlem se vloží 400 g vody a tato se ohřeje na 35 °C. Ve vodě se rozpustí 725 g močoviny. Potom se do roztoku přidá 1 269 g 40% roztoku formaldehydu /1,4 mol na 1 mol močoviny/, jehož hodnota pH byla upravena 20% hydroxidem sodným na 8,5 až 9,2.

Přidání se provede za silného míchání. Směs se zahřeje na 45 až 50 °C a při této teplotě se ponechá 2 hodiny. Viskozita je pak 12 až 13 sekund měřeno Fordovým pohárkem 4 při 20 °C podle DIN 53211. Pak se přidá ještě 850 g vody, 750 g NaCl a 25 g jemně práškovaného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ /1,125 mol na 1 mol močoviny/.

Směs se míchá jednu hodinu. Po ochlazení na 30 °C se přidá 36 g /0,90 %/ trihydrátu oxidu boritého, 2,2 g /0,06 %/ p-toluensulfonylchloramidu sodného a 7 g /0,17 %/ triethylen-diamin-hydrochloridu. Hodnota pH směsi se ihned nastaví na 7,3 až 7,5 a reakční směs se míchá tak dlouho, až jsou všechny složky převedeny do roztoku.

Nakonec se reakční směs smísí se 159,7 g sodné soli karboxymethylcelulózy /ve formě 10% roztoku/ /0,39 % sodné soli karboxymethylcelulózy/. Hodnota pH se nastaví na 7,3 až 7,5 a směs se přečerpá do zásobního tanku.

Pryskyřice se používá jako lepicí pryskyřice při výrobě lisovaných vláknitých desek.

P ř í k l a d 2

V reaktoru opatřeném míchadlem se zahřeje 790 g vody na teplotu 35 °C a v této vodě se rozpustí 940 g močoviny. K tomuto roztoku močoviny se pomalu přidává 1 587 g 37% roztoku formaldehydu /1,25 mol na 1 mol močoviny/, jehož hodnota pH byla nastavena 20% hydroxidem sodným na 8,5 až 9,2.

Směs se udržuje při teplotě 45 až 50 °C dvě hodiny /viskozita 12,5 sekund měřeno metodou podle příkladu 1/, pak se přidá 940 g chloridu draselného /0,8 mol na 1 mol močoviny/ a 717 g vody a míchá se další hodinu.

K získané konečné sloučenině se přidá 46,5 g /0,92 %/ kyseliny borité, 13,9 /0,28 %/ adenosintrifosfátu a 10 g /0,20 %/ hydrochloridu morfolinu. Hodnota pH se nastaví 25% hydroxidem sodným na 7 až 7,5.

Konečně se k lepidlu přidá 120 g 20% vodného roztoku kaseinátu amonného /0,47 % kaseinátu amonného/ a 48 g žitné mouky /0,95 %/. Po smísení s 10 % močovinoformaldehydové pryskyřice se produkt použije k lepení dýhovaných desek.

P ř í k l a d 3

Pracuje se stejným způsobem jako v příkladu 2, avšak místo chloridu draselného se použije 628,7 g bromidu draselného /0,34 mol na 1 mol močoviny/ a místo adenosinfosfátu 8,1 g /0,16 %/ argininfosfátu.

Pro zvýšení viskozity pryskyřice se místo kaseinátu amonného použije 80 g 50% roztoku předhydrolyzovaného škrobu /0,8 %/. Lepidlo se použije buď jako samotné nebo ve směsi s 20 % fenolformaldehydové pryskyřice pro výrobu lisovaných vláknitých desek.

P ř í k l a d 4

V autoklávu opatřeném míchadlem se ze 790 g vody, 940 g močoviny a 1 587 g 37% formaldehydu /1,25 mol na 1 mol močoviny/ připraví při teplotě 45 až 50 °C při hodnotě pH 7,5 až 8 předkondenzát methylolmočoviny.

Tato směs se smísí se 742 g chloridu draselného /0,64 mol na 1 mol močoviny/ a 717 g vody a míchá se nepřetržitě jednu hodinu při teplotě 20 až 25 °C /viskozita 12 sekund podle měřicí metody podle příkladu 1/.

Potom se k reakční směsi přidá 46,5 /0,96 %/ trihydrátu oxidu boritého a 13,97 g

/0,29 %/ benzen-4-sulfonylchloramidu sodného a 14 g /0,3 %/ hydrochloridu triethylaminu a hodnota pH se upraví 25% hydroxidem sodným na 7 až 7,5. Po převedení všech složek do roztoku se ke směsi přidá 120 g 15% vodného roztoku kaseinátu amonného /0,37 % kaseinátu amonného/ a 48 g žitné mouky /0,99 %/.

Směs se potom míchá do úplného zhomogenizování. Získané lepidlo se použije samotné nebo ve směsi s 10% močovinoformaldehydovou pryskyřicí k lepení dřevotřísky.

P ř í k l a d 5

Do reaktoru popsaného v příkladu 1 se vloží 380 g močoviny, 532,87 g 36,5% formaldehydu /1,023 mol na 1 mol močoviny/ a 350 g vody a mícháním po dobu dvou hodin při teplotě 45 až 50 °C se vyrobí předkondenzát.

Po přidání 362,4 g chloridu sodného /0,99 mol na 1 mol močoviny/ a 36,5 g metahydrogensířičitanu sodného /0,03 mol na 1 mol močoviny/ se směs míchá ještě jednu hodinu /viskozita 16 sekund, stanoveno metodou podle příkladu 1/.

Potom se přidá 10,2 g /0,60 %/ kyseliny borité, 7,3 g /0,43 %/ inosin-5-trifosfátu a 5 g /0,30 %/ hydrochloridu methylmorfolinu. Obsah autoklávu se míchá do rozpuštění všech složek směsi. Získaná hmota se smísí s 85 g 7% roztoku sodné soli karboxymethylcelulózy /0,4 % karboxymethylcelulózy/ a hodnota pH se upraví na 7 až 7,3.

Získané lepidlo se může použít k lepení dýhovaných desek za tepla.

P ř í k l a d 6

Zpracováním dolomitu kyselinou chlorovodíkovou se připraví směsný roztok chloridu vápenatého a chloridu hořečnatého ve hmotnostním poměru 1:1. Rostok se zneutralizuje. Způsobem popsaným v příkladu 4 se vyrobí předkondenzát.

K tomuto předkondenzátu se přidá 320 g směsi chloridu vápenatého a chloridu hořečnatého /0,98 mol na 1 mol močoviny/. Obsah reaktoru se míchá jednu hodinu /viskozita: 14 sekund stanoveno metodou podle příkladu 1/, pak se přidá 40 g /1,08 %/ boritanu sodného, 1,5 g /0,05 %/ kreatinfosfátu a 15 g /0,40 %/ hydrochloridu triethylendiaminu a míchá se tak dlouho, dokud nejsou všechny složky rozpuštěny.

Z předhydrolyzovaného škrobu a dextrinu se připraví 60% roztok a 40 g tohoto roztoku /0,65 %/ se přidá ke směsi. Po důkladné homogenizaci se upraví hodnota pH na 7,5. Získané lepidlo se smísí se 40 % melamin-formaldehydové pryskyřice a použije se k lepení dřevovláknitých desek.

P ř í k l a d 7 /příklad aplikace/

360 g lepidla vyrobeného podle příkladu 4 se smísí se 40 g fenolformaldehydové pryskyřice /Arbacoll FK/. Homogenní směs se nechá půl hodiny stát a pak se k ní přidá 80 g žitné mouky.

Směs se nechá stát další půlhodinu. Po přidání 28,8 g 25% roztoku chloridu amonného jako katalyzátoru se směs nanese pomocí nanášecích válců v množství 120 až 130 g/m² na dýhové desky. Desky se lisují 5 minut při teplotě 135 °C.

P ř í k l a d 8 /příklad aplikace/

Pracuje se způsobem popsaným v příkladu 7 s tím rozdílem, že se použije chlorid amonný v množství 1,5 %. Lepidlo se nanáší na dýhové desky v množství 100 až 110 g/m². Desky se lisují 5 minut při teplotě 140 °C.

P ř í k l a d 9 /příklad aplikace/

100 kg močovinoformaldehydové pryskyřice /Amicol 60/, 50 kg lepidla vyrobeného podle příkladu 5, 20 kg 25% sušiny obsahující parafinové emulze, 1,6 kg chloridu amonného a 1,5 kg amoniaku se smísí a důkladně zhomogenizuje.

S touto hmotou se mísí pazdeří lnu /12 % lepidla/ a při teplotě 190 °C a tlaku 1,5 až 1,8 MPa se po dobu 5 až 7 minut lisují desky.

P ř í k l a d 10

Do reaktoru popsaného v příkladu 1 se umístí 766,0 g vody a ohřeje se na 40 °C. Pak se přidá 454,0 g močoviny, která se rozpustí za míchání. Potom se 796 g 35,0% formaldehydu neutralizuje 25% hydroxidem sodným na hodnotu pH 8,2 a přidá se k roztoku močoviny.

Teplota se zvýší na 45 až 47 °C a po jedné hodině zahřívání se přidá směs 132 g chloridu hořečnatého a 280 g chloridu sodného. Potom se teplota zvýší na 50 až 52 °C a roztok se při této teplotě udržuje po dobu další půlhodiny /hodnota viskozity stanovené metodou podle příkladu 1 je 16 sekund/.

K reakční směsi se přidá 15 g tetraboritanu sodného /0,61 %/, 45 g toluenchlorsulfonamidu sodného /1,85 %/ a 6,2 g hydrochloridu diethanolaminu a hodnota pH se upraví na 7,1 až 7,3.

Reakční směs se míchá do rozpuštění všech složek. Pak se ještě přidá 36,3 g /3 %/ práškovité methylcelulozy a míchá se do rozpuštění. Ochlazená směs se převede do zásobníku, ve kterém se lepidlo skladuje.

Takto připravené lepidlo se může smísit s fenolformaldehydovou pryskyřicí v poměru 40/60 a použít pro výrobu dřevotřískových výrobků.

P ř í k l a d 11

Vyrobí se lepidlo podle příkladu 1 s tím rozdílem, že se k lepidlu přidá 24,2 g /2 %/ práškovitého kaseinátu draselného místo práškovité methylcelulozy.

Takto získaný produkt se může smísit s fenolformaldehydovou pryskyřicí ve hmotnostním poměru 50/50 a použít k lepení výrobků ze dřeva za studena.

P ř í k l a d 12

90% fenolformaldehydová lepicí pryskyřice se smísí s 10% lepidlem podle příkladu 1. Přidá se 325 g práškovité kyseliny sulfaminové a lepidlem se provádí lepení dřeva, přičemž se lepidlo použije během půl hodiny /spojování dřevěných částí/.

P ř í k l a d 13

Lepidlo připravené podle příkladu 1 se smísí v poměru 60/40 s kondenzovanou melamin-formaldehydovou pryskyřicí. 0,3 kg sulfamátu amonného /na 100 kg lepicí směsi/ se dobře upráškuje nebo se přidá 0,5 kg 60% vodného roztoku sulfamátu amonného.

Směs se důkladně smísí a použije se k výrobě dřevotřískových desek. Desky se lisují při 160 °C 3 minuty. Lepidlo může být skladováno po dobu 24 hodin.

P ř í k l a d 14

Byly provedeny srovnávací pokusy pro srovnání vlastností lepidla vyrobeného způsobem podle vynálezu, běžně vyráběných močovinoformaldehydových pryskyřic a produktu vyrobeného podle US patentového spisu č. 3905847.

Produkt podle vynálezu byl připraven postupem podle příkladu 4.

Běžně vyráběné lepicí pryskyřice byly připraveny v molárním poměru močovina formaldehyd podle příkladu 4 kyselou kondenzací popsanou na str. 476, svazku 3 Ullmanovy Encyklopedie technické chemie /III. vydání/.

U lepidla vyrobeného podle US patentového spisu č. 3905847 se použije popřípadě molární poměr močoviny-formaldehydu z příkladu 4 a technologie popsané na str. 476, svazek 3, III. vydání Ullmanovy Encyklopedie, avšak za přídavku 15 % chloridu draselného.

K porovnání byly použity následující zesíťovací pokusy:

Ke 100 g zkoušené lepicí pryskyřice se přidají 3 cm³ chloridu amonného jako katalyzátoru /koncentrace 25 %/ a směs se důkladně promísí. 10 g směsi se vnese do zkumavky a po zavedení na konci zakřivené skleněné tyčinky se zkumavky volně uzavřou vatou.

Varná baňka objemu 800 cm³ se naplní destilovanou vodou, vloží se do ní varné kamínky a zahřeje se k varu. Do vroucí vody se vloží zkumavky obsahující lepicí pryskyřici a současně se spustí stopky, které registrují dobu pojení. Počáteční bod varu vzorků a čas úplného zesítní se změní a hodnotí se kvalita zesítně pryskyřice.

Výsledky řady pokusů prováděných paralelně jsou následující:

1. Běžná lepicí močovino-formaldehydová pryskyřice

	I	II
počátek varu, sekundy	1'36"	1'31"
úplné zesítní, sekundy	1'44"	1'41"

Pozorování:

- Zesítní je provázeno zvýšením hustoty a silným pěněním v uváděném časovém intervalu,
- zesítně látka má gelovou strukturu a může být po ochlazení snadno rozetřena.

2. Lepidlo podle US. patentového spisu č. 3905847

	I	II
Počátek varu, sekundy	30"	33"
úplné zesítní, sekundy	55"	54"

Pozorování:

- zesíťování probíhá postupně, ne náhle. Na počátku varu je vidět na povrchu ve zkumavce pevný kruh na zkoumané látce, který pomalu sílí, až dojde k úplnému zpevnění. Ve zkumavce zůstane trochu vody.
- přídavek podle US patentového spisu /KCl/ urychluje zesítní; použije se ve směsi s běžnými močovino-formaldehydovými pryskyřicemi, doba zesítní je tak při vyšším poměru složek kratší.

3. Lepidlo podle vynálezu

	I	II
počátek varu, sekundy	1'31"	1'29"
úplné zesítní, sekundy	1'43"	1'42"

Pozorování:

- lepidlo podle vynálezu přechází náhle a ne postupně do gelovité formy, tento stav také odpovídá zesítní.

- jeho doba zesítnění - použité jako samotné - a také ve směsích s běžnými pryskyřicemi je shodná s běžnými lepicími pryskyřicemi.
- zesítnění probíhá bez pění, neodděluje se přitom ve zkumavce žádná voda, a zesítněná látka je pevná.

Přednost produktu podle vynálezu spočívá v tom, že doba lepení může být upravena na požadovanou hodnotu, podle potřeby na hodnotu identickou s běžnými pryskyřicemi. Pro výrobu konečných produktů mohou tak být použita strojní zařízení bez změny parametrů.

Doba lepení lepidla se nemění smísením s běžnými pryskyřicemi v požadovaném poměru, tak nedochází k žádným technologickým obtížím.

Použitím produktu podle vynálezu se může dosáhnout zlepšení pevnosti spoje, jelikož díky své nízké viskozitě a účinku tlaku obklopuje částice celulozy v rovnoměrné vrstvě a pak - samo během krátké doby - se po dosažení momentu zesítnění lepidla zpevní.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby lepidla, zejména pro lepení látek obsahujících celulozu a textilií, kondenzací močoviny a formaldehydu ve třech stupních, ve druhém stupni za přítomnosti solí alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin a ve třetí fázi popřípadě za přítomnosti prostorově zesíťujícího katalyzátoru, sloučeniny boru a soli sekundárního nebo terciárního aminu, vyznačující se tím, že se v prvním stupni kondenzuje močovina a formaldehyd v molárním poměru 1 : 1,05 až 1 : 2 v alkalickém prostředí, k předkondenzátu se ve druhém stupni přidá 0,15 až 1,1 molárně ekvivalentního množství soli alkalického kovu nebo kovu alkalických zemin, vztaženo na močovinu a kondenzace probíhá až do dosažení stupně viskozity maximálně 16 sekund - měřeno Fordovým pohárkem 4 při 20 °C, a pak se ve třetím stupni k pryskyřici, vztaženo na obsah sušiny, přidá 0,1 až 5 % anorganické sloučeniny boru a sice trihydrátu oxidu boritého, kyseliny borité, boritanu alkalického kovu nebo polyboritanu alkalického kovu, 0,1 až 3 % organické sloučeniny fosforu regulující prostorové zesítnění a sice glycerinmonofosfátu, 1,3-difosfátu kyseliny glycerinové, inosin-5-trifosfátu, argininfosfátu, kreatinfosfátu, adenosintrifosfátu, glukoso- nebo fruktoso-6-fosfátu, nebo p-toluen- nebo benzensulfonylchloramidu sodného, 0,3 až 10 % soli minerální kyseliny se sekundárním nebo terciárním aminem a to trialkylaminem, trialkylendiaminem, trialkanolaminem, trialkanol-diaminem nebo popřípadě alkylovou skupinou substituovaným morfolinem, přičemž alkylové skupiny mohou obsahovat 1 až 4 atomy uhlíku, popřípadě 0,3 až 4 % katalyzátoru prostorového zesítnění, výhodně chloridu amonného, sulfaminové kyseliny nebo její amoniové soli, popřípadě 1 až 4 % přísady zvyšující viskozitu, výhodně kaseinové soli, ve vodě rozpustné soli celulozy, škrobu, dextrinu, bentonitu, vodného skla, oxidu křemičitého nebo žitné mouky a na konec popřípadě 10 až 90 % fenolformaldehydové, močovino-formaldehydové nebo melamin-formaldehydové pryskyřice.