

SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

279 826

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl. 6:

C 08G 14/08
C 09J 161/34

(21) Číslo prihlášky: **4935-90**

(22) Dátum podania: **11.10.90**

(31) Číslo prioritnej prihlášky:

(32) Dátum priority:

(33) Krajina priority:

(40) Dátum zverejnenia: **15.04.92**

(45) Dátum zverejnenia udelenia vo Vestníku: **13.04.99**

(86) Číslo PCT:

(73) Majiteľ patentu: **CHEMKO, a. s., Strážske, Strážske, SK;**

(72) Pôvodca vynálezu: **Lipka Radislav, Michalovce, SK;**

(54) Názov vynálezu: **Spôsob výroby lepidla na báze močovinoformaldehýdového kondenzátu emisnej triedy EO**

(57) Anotácia:

Spôsob výroby lepidla na báze močovinoformaldehýdového kondenzátu emisnej triedy EO spočíva v tom, že sa pripraví zmesový adičný produkt močoviny a formaldehydu s molárnym pomerom 1 : 1,6 až 2,1 s prídavkom fenolformaldehýdového adičného produktu s molárnym pomerom formaldehydu k fenolu 0,6 až 1,1 : 1 v prostredí hydroxidu sodného v molárnom pomere fenol k NaOH 1 : 0,2 až 0,6 pri teplote 40 až 60 °C v množstve 1,1 až 55 kg na množstvo nasadenej močoviny 10 000 kg, ďalej sa pridá 1800 až 5500 kg roztoku trimetyloltrimetyléntriáminu v prepočte na 10 000 kg močoviny a adičný produkt sa kondenzuje pri teplote 80 až 135 °C pri zvýšenom tlaku na viskozitu reakčnej zmesi 20 až 120 mPas v ďalšom alebo v ďalších reakčných stupňoch a pri zníženom tlaku pri teplote 40 až 80 °C sa zahusťuje na požadovanú sušinu 65 % hmotnostných a modifikuje sa prídavnou močovinou v množstve 16 až 25 % na kondenzačný produkt a zároveň sa prídavkom fenolformaldehýdového adičného produktu upravuje pH hotového lepidla na hodnotu 6,8 až 8,5.

Oblasť techniky

Vynález rieši technologický postup výroby kondenzátu a/alebo polykondenzátu formaldehydu, močoviny, trimetyloltrimetyléntriáminu a fenolu, ktorý je určený na aplikáciu v drevárskom a nábytkárskom priemysle ako spojivo pri výrobe aglomerovaných materiálov a nábytku, ktoré vyhovujú emisnej triede EO.

Doterajší stav techniky

Aj napriek tomu, že sa prakticky v celej Európe už vyrábajú močovinoformaldehýdové (UF) lepidlá emisnej triedy EI (do 10 mg formaldehydu na 100 g absolútne suchej dosky - DTD), je požiadavkou u nás i vo svete ešte znížiť únik formaldehydu z aglomerovaných materiálov na hodnotu pod 5 mg formaldehydu na 100 g a. s. drevotrieskovej dosky, t. j. na emisnú triedu EO. Zníženie úniku formaldehydu pri lepidlách na báze močovinoformaldehýdových kondenzátov, vyhovujúcich emisnej triede EO, je zložitý technologický problém, o čom svedčí ten fakt, že vo svete nie je známy postup výroby takéhoto lepidla (lepidla emisnej triedy EO).

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu je spôsob výroby lepidla na báze močovinoformaldehýdového kondenzátu emisnej triedy FF vyznačujúci sa tým, že sa pripraví zmesný adičný produkt močoviny a formaldehydu s molárnym pomerom 1 : 1,6 až 2,1, výhodne 1 : 1,8, s prídavkom fenolformaldehýdového adičného produktu v molárnom pomere formaldehydu k fenolu 0,6 : 1,1 : 1, výhodne 1 : 1, v prostredí hydroxidu alkalického kovu pri molárnom pomere fenol : hydroxidu alkalického kovu 1 : 0,2 až 0,8, výhodne 1 : 0,5, pri teplote 40 až 60 °C, výhodne 50 °C, počas trvania adície 0,5 až 4 hodiny, výhodne 1 hodinu, v množstve 1 až 55 kg na 10 000 kg močoviny, ďalej sa pridá 1600 až 5000 kg roztoku trimetyloltrimetyléntriáminu a takto pripravený zmesný adičný produkt sa kontinuálne kondenzuje pri teplote 80 až 135 °C pri zvýšenom tlaku na viskozitu 20 až 120 mPas, výhodne 45 mPas, v ďalšom reakčnom stupni pri zníženom tlaku pri teplote 40 až 80 °C, výhodne 60 °C, sa pridáva modifikačná močovina v množstve 15 až 25 % hmotnostných, výhodne 17,5 % hmotnostných, na kondenzačný produkt a fenolformaldehýdový produkt v takom množstve, aby pH hotového produktu bolo v rozmedzí 6,8 až 8,5 pri obsahu sušiny lepidla 60 až 80 % hmotnostných, výhodne 65 % hmotnostných.

Podľa navrhovaného technologického postupu výroby lepidla emisnej triedy EO je proces výroby rozdelený na prípravu adičných produktov diskontinuálnym spôsobom a tlakovou kondenzáciou, a vakuovou modifikáciou, a odparovaním kontinuálnym spôsobom takto:

Pri príprave fenolformaldehýdového adičného produktu v reakčnom stupni reaguje fenol a formaldehyd pri molárnom pomere 1 : 0,6 až 1,1, výhodne 1 : 1, za prítomnosti hydroxidu sodného. Mólóv pomer NaOH k fenolu je 0,2 až 0,8 : 1, výhodne 0,5 : 1, pri teplote 40 až 60 °C, výhodne 50 °C. Adičná reakcia trvá od 0,5 do 4 hodín, optimálne

1 hodinu. Počas tohto času sa v reakčnej zmesi vytvorí adičný medziprodukt.

Pri príprave trimetyloltrimetyléntriáminu v reakčnom stupni reaguje formaldehyd a amoniak vo vodných roztokoch pri molárnom pomere 2 : 1 na koncové pH 10,6 až 11,2 pri teplote 30 až 60 °C, výhodne 50 °C. Pri príprave zmesného adičného produktu v reakčnom stupni reaguje formaldehyd s močovinou v molárnom pomere 1,6 až 2,1 : 1, výhodne 1,8 : 1, tak, že do predloženého formalínu s koncentráciou 37 % v množstve 22,1 m³ sa pridá 1 až 55 kg, výhodne 18 kg fenolformaldehýdového predkondenzátu. Pridá sa 10 000 kg pevnej močoviny a nakoniec sa pridá 1600 až 3800, výhodne 2600 kg, roztoku trimetyloltrimetyléntriáminu tak, aby pH uvedenej zmesi bolo 8,7 až 9,8, výhodne 9,3.

Všetky tri adičné produkty sa pripravujú diskontinuálnym spôsobom. Takto pripravený zmesný predkondenzát sa nasťrekuje do prvého stupňa kondenzácie, kde prebieha kondenzácia pri teplote 80 až 135 °C a pri zvýšenom tlaku na viskozitu 20 až 120 mPas, výhodne 30 až 45 mPas. Po dosiahnutí požadovanej viskozity sa reakčný produkt začne odoberať do druhého reakčného stupňa, kde pri zníženom tlaku a teplote 50 až 80 °C prebieha modifikácia močovinou prídávaním 14 až 25 % hmotnostných močoviny na výrobok, výhodne 17,5 %. Ďalej sa do tohto stupňa pridáva fenolformaldehýdový adičný produkt v množstve 10 až 110 kg, výhodne 25 kg, na 10 000 kg produktu na úpravu pH hotového produktu 7,0 až 8,5. Súčasne prebieha odparovanie vody a produkt sa zahusťuje na konečnú sušinu min. 65 % hmotnostných.

Posledným stupňom technológie výroby lepidla emisnej triedy EO je chladenie na teplotu 15 až 25 °C.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad 1

Do miešaného reaktora predložíme 22,1 m³ 37 %-ného formalínu, pridáme 11 kg fenolformaldehýdového predkondenzátu a spustíme 10 000 kg granulovanej močoviny, a nakoniec nadávujeme 2600 kg roztoku trimetyloltrimetyléntriáminu. Vzniknutý zmesný predkondenzát udržiavame pri teplote 10 až 30 °C a pri pH 9,3. Takto diskontinuálne pripravený zmesný adičný produkt nasťrekuje do I. reakčného okruhu v množstve 10 m³/hodinu. Kondenzácia prebieha pri teplote 117 °C. Po dosiahnutí viskozity 40 mPas, meranej pri 20 °C, sa začne reakčný produkt kontinuálne odberať do druhého reakčného okruhu a pridáva sa fenolformaldehýdový adičný produkt v množstve 18 kg/hodinu na úpravu pH na hodnotu 8,3 a zároveň sa dávkuje 2900 kg/hod 60 %-ného roztoku močoviny na modifikáciu lepidla. V druhom reakčnom okruhu sa pri teplote 63 °C za zníženého tlaku lepidlo zahusťuje na konečný produkt so sušinou 65 až 67 % a odťahuje sa cez sústavu chladičov do zásobníka hotového produktu.

Príklad 2

Do miešaného aparátu predložíme 1108 kg 37 %-ného formalínu, pridáme 0,9 kg fenolformaldehýdového adičného produktu, ďalej pridáme 450 kg granulovanej močoviny a 117 kg roztoku trimetyloltrimetyléntriáminu. Zmes necháme adovať 30 minút pri teplote 30 °C. Potom zmes vyhrejeme na teplotu 105 °C a kondenzujeme na viskozitu

40 mPas, merané pri 20 °C. Po dosiahnutí viskozity reakčnú zmes ochladíme na teplotu 60 °C, pridáme 275 kg močoviny a 0,33 kg fenolformaldehydového adičného produktu, čím upravíme pH na hodnotu 8,3 a lepidlo za zníženej tlaku a teploty 60 °C odparíme na sušinu min. 65 %. Nakoniec ochladíme a vypustíme do zásobníky.

Priemyselná využiteľnosť

Takto pripravené lepidlo je možné použiť hlavne v priemysle výroby drevotrieskových dosiek, kde sú požiadavky na dosiahnutie veľmi nízkych hodnôt uvoľňovaného formaldehydu.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

Spôsob výroby lepidla na báze močovinoformaldehydového kodenzátu emisnej triedy EO, **v y z n a č u j ú - c i s a t ý m**, že sa pripraví zmesný adičný produkt močoviny a formaldehydu s molárnym pomerom 1 : 1,6 až 2,1 s prídavkom fenolformaldehydového adičného produktu s molárnym pomerom formaldehydu k fenolu 0,6 až 1,1 : 1 v prostredí hydroxidu sodného v molárnom pomere fenol k NaOH 1 : 0,2 až 0,6 pri teplote 40 až 60 °C v množstve 1,1 až 55 kg na množstvo nasadenej močoviny 10 000 kg, ďalej sa pridá 1800 až 5500 kg roztoku trimetyltrimetyléntriáminu v prepočte na 10 000 kg močoviny a adičný produkt sa kondenzuje pri teplote 80 až 135 °C pri zvýšenom tlaku na viskozitu reakčnej zmesi 20 až 120 mPas v ďalšom alebo ďalších reakčných stupňoch a pri zníženom tlaku pri teplote 40 až 80 °C sa zahusťuje na požadovanú sušinu 65 % hmotnostných a modifikuje sa prídavnou močovinou v množstve 16 až 25 % na kondenzačný produkt, a zároveň sa prídavkom fenolformaldehydového adičného produktu upravuje pH hotového lepidla na hodnotu 6,8 až 8,5.

Koniec dokumentu
