



Wirtschaftspatent

Erteilt gemaeß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

212 522

Int.Cl.³ 3(51) C 08 G 12/38

C 09 J 3/16

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) WP C 08 G/ 2460 622

(22) 16.12.82

(44) 15.08.84

(71) VEB LEUNA-WERKE "WALTER ULBRICHT"; LEUNA, DD
(72) BARSE, JOACHIM; ESSER, GERHARD, DR. DIPL.-CHEM.; KIESSLING, WOLF, DR. DIPL.-CHEM.;
LIPPERT, BERND, DIPL.-CHEM.; DD;
PAPSTEIN, HAGEN, DR. DIPL.-CHEM.; SCHARFENBERG, BRITA; SIMON, PETER; DD;

(54) HERSTELLUNG MELAMINHALTIGER HARNSTOFF-FORMALDEHYD-LEIME GUTER AUSWASCHBARKEIT

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung melaminhaltiger Harnstoff-Formaldehyd-Kondensate guter Auswaschbarkeit für die bedingt feuchte- und witterungsbeständige Verleimung von Holz und Holzwerkstoffen sowie von Holzspänen zu Holzwerkstoffen. Ziel der Erfindung ist die Verbesserung der Gebrauchswerteigenschaften melaminhaltiger Harnstoff-Formaldehyd-Leime dahingehend, daß sich diese bei Wasch- und Spülprozessen leim- und leimflottenführender Anlagenteile besonders leicht und rückstandsfrei mit kaltem oder warmem Wasser entfernen lassen. Nach dem Verfahren der Erfindung werden gut auswaschbare Leime durch Cokondensation eines Melamin-Formaldehyd- oder eines Harnstoff-Formaldehyd-Kondensates mit einem Harnstoff-Formaldehyd-Kondensat guter Auswaschbarkeit gegebenenfalls unter Zusatz von Harnstoff und gegebenenfalls unter Einengung hergestellt.

1
246062 2

VEB Leuna-Werke
"Walter Ulbricht"

Leuna, 02.11.1982

LP 8260

Titel der Erfindung

Herstellung melaminhaltiger Harnstoff-Formaldehyd-Leime guter Auswaschbarkeit

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung melaminhaltiger Harnstoff-Formaldehyd-Leime guter Auswaschbarkeit. Diese Produkte sind als Bindemittel vielseitig einsetzbar und werden insbesondere für die Herstellung bedingt feuchte- und witterungsbeständiger Holzwerkstoffe und die bedingt feuchte- und witterungsbeständige Verleimung von Holz- und Holzwerkstoffen verwendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, melaminhaltige Harnstoff-Formaldehyd-Leime durch Kondensation von Harnstoff, Melamin und Formaldehyd, gegebenenfalls unter Zusatz modifizierender Substanzen bis zu einer begrenzten Verdünnbarkeit mit Wasser herzustellen (DE-AS 2020 481, DE-OS 2 154 570, DE-OS 2305 983, DE-OS 2455 420). Geringe Wasserverdünnbarkeiten entsprechen einem hohen

Kondensationsgrad und gelten als vorteilhaft für die Eigenschaften des Leimes und der unter Verwendung melaminmodifizierter Harnstoff-Formaldehyd-Leime hergestellten Holzwerkstoffe bzw. Produkte der Verleimung von Holz oder Holzwerkstoffen (DE-AS 2020 481, DE-OS 2154 570).

Nachteilig ist, daß die nach diesen Verfahren hergestellten melaminhaltigen Harnstoff-Formaldehyd-Leime geringer Wasserverträglichkeit bei sehr starker Verdünnung mit Wasser, wie sie z.B. bei Wasch- und Spülprozessen leim- oder leimflottenführender Anlagenteile auftritt, Ausflockungserscheinungen aufweisen, die zu klebrigen, schwer entfernbaren Belägen an den Gefäßwandungen führen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Herstellung eines melaminhaltigen Harnstoff-Formaldehyd-Leimes für die Fertigung bedingt feuchte- und witterungsbeständiger Holzwerkstoffe und die bedingt feuchte- und witterungsbeständige Verleimung von Holz und Holzwerkstoffen mit verbesserten Gebrauchswerteigenschaften.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es bestand die Aufgabe, ein Verfahren zur Herstellung eines für die Fertigung bedingt feuchte- und witterungsbeständiger Holzwerkstoffe und die bedingt feuchte- und witterungsbeständige Verleimung von Holz und Holzwerkstoffen geeigneten melaminhaltigen Harnstoff-Formaldehyd-Leimes zu entwickeln, der sich bei Wasch- und Spülprozessen der leim- oder leimflottenenthaltenden Anlagenteile leicht und rückstandsfrei mit kaltem oder warmem Wasser entfernen läßt.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Herstellung melaminhaltiger Harnstoff-Formaldehyd-Kondensate guter Auswaschbarkeit, die für die Fertigung von Holzwerkstoffen bedingter Feuchte- und Witterungsbeständigkeit sowie für die

bedingt feuchte- und witterungsbeständige Verleimung von Holz- und Holzwerkstoffen geeignet sind, aus Melamin, gegebenenfalls Harnstoff, Formaldehyd und einem Harnstoff-Formaldehyd-Kondensat erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß ein Melamin-Formaldehyd- oder Harnstoff-Melamin-Formaldehyd-Kondensat, das bei Temperaturen von 343-373 K unter Einhaltung des pH-Bereiches 8 - 10 durch Kondensation bis zur Auflösung des Melamins im Reaktionsgemisch hergestellt wurde, mit einem hochkondensierten Harnstoff-Formaldehyd-Kondensat unter guter Auswaschbarkeit im pH-Bereich 8 - 10, gegebenenfalls unter Zusatz von Harnstoff, cokondensiert und gegebenenfalls eingeengt wird.

Die Cokondensation des Harnstoff-Melamin-Formaldehyd - oder Melamin-Formaldehyd-Kondensates mit einem hochkondensierten Harnstoff-Formaldehyd-Kondensat guter Auswaschbarkeit wird zweckmäßigerweise bei Temperaturen von 343 - 373 K durchgeführt. Abweichungen von diesem Bereich sind prinzipiell möglich, aber nachteilig, da die Cokondensation bei höheren Temperaturen schnell und schwer kontrollierbar, bei niedrigeren Temperaturen sehr langsam abläuft. Die Viskosität des Reaktionsgemisches bei Abbruch der Kondensation durch Kühlung auf Raumtemperatur ist vom Festharzgehalt des Kondensates abhängig. Bei einem Festharzgehalt von 60 % haben sich Werte von 0,25 bis 0,5 Pa*s (vermessen bei 293 K) als vorteilhaft erwiesen.

Der Zusatz des Harnstoffes für die Cokondensation kann ohne Einfluß auf die Ergebnisse der Reaktion sowohl vor als auch nach oder teils vor und teils nach der Zugabe des hochkondensierten Harnstoff-Formaldehyd-Harzes erfolgen.

Die erfindungsgemäßen Kondensate enthalten unter Berücksichtigung des Einsatzes für die Herstellung bedingt feuchte- und witterungsbeständiger Holzwerkstoffe zwischen 15 und 25 Ma.-% Melamin. Es ist auch möglich, den Melamingehalt in größeren Bereichen zu variieren.

Die in den melaminhaltigen Harnstoff-Formaldehyd-Kondensaten für die Reaktion mit einem Mol Formaldehyd verfügbare Anzahl von Aminogruppen des Harnstoffes und Melamins entspricht dem in kommerziellen Harnstoff-Formaldehyd-Leimen üblichen Verhältnis, das auf einem Harnstoff-Formaldehyd-Molverhältnis von 1 : 1,2 bis 1 : 1,8 basiert.

Um gut auswaschbare melaminhaltige Harnstoff-Formaldehyd-Leime zu erhalten, ist es überraschenderweise nicht erforderlich, einen niedrigen Kondensationsgrad des Leimes und die damit verbundenen Nachteile für die Eigenschaften des Leimes und der unter dessen Verwendung hergestellten Holzwerkstoffe und Produkte der Verleimung von Holz oder Holzwerkstoffen in Kauf zu nehmen, wenn man bei der Herstellung dieser Leime von hochkondensierten, gut auswaschbaren Harnstoff-Formaldehyd-Kondensaten ausgeht und die erfindungsgemäßen Bedingungen einhält.

Das Verhalten des Leimes im Auswaschtest wird im wesentlichen durch die Klebrigkeit der bei starker Verdünnung mit Wasser gebildeten Leimflocken bestimmt. Dabei können Leime mit verhältnismäßig guter Wasserverdünnbarkeit ebenso zur Bildung klebriger, an den Gefäßwandungen stark anhaftender Leimflocken neigen wie solche mit geringer Wasserverdünnbarkeit.

Unter der Auswaschbarkeit versteht man die Eigenschaften des Leimes, nach Zugabe eines großen Wasserüberschusses und nach intensiver Durchmischung, wie es beispielsweise für Spülprozesse typisch ist, mehr oder weniger rückstandsfrei aus dem Probengefäß entfernt zu werden. Sie wird durch die Zugabe von 50 ml destilliertem Wasser von ca. 286 K zu 1 g des Leimes in einem 100 ml Erlenmeyerkolben, einminütigem Schütteln, Ausgießen und zweimaligem Nachspülen mit kaltem Leitungswasser als die an der Gefäßwandung haftenbleibende Leimmenge bestimmt. Entsprechend der Rückstandsmenge wird folgende Benotung vorgenommen:

ohne Rückstand	:	Note 1
sehr wenig Rückstand:		Note 2
etwas Rückstand	:	Note 3
viel Rückstand	:	Note 4
sehr viel Rückstand	:	Note 5

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

372 g 37 %igen handelsüblichen Formalins werden mit 10 %iger Natronlauge auf einen pH-Wert von 9,5 eingestellt und nach Zugabe von 188 g Melamin unter Rühren auf 363 K erwärmt. Nach vollständiger Melaminauflösung werden 418 g eines handelsüblichen hochkondensierten Harnstoff-Formaldehyd-Leimharzes mit einem Molverhältnis Harnstoff zu Formaldehyd von 1 : 1,8, das eine Wasserverdünnbarkeit von 1 : 2,0, einen Feststoffgehalt von 67 % und eine Auswaschbarkeit von 2 hat, zugesetzt. Bei einer Temperatur von 358 K ist unter Konstanthaltung des pH-Wertes auf 9,0 bis zu einer Viskosität der Harzlösung von 0,3 Pa*s (vermessen bei 293 K) zu kondensieren. Die Unterbrechung der Kondensationsreaktion erfolgt durch schnelle Abkühlung des Reaktionsgutes. Der so hergestellte Leim hat einen Feststoffgehalt von 60 %. Er kann durch Aufdickung im Vakuum bis auf den gewünschten Feststoffgehalt weiter konzentriert werden. Zur Lagerung wird er auf einen pH-Wert von 9,2 bis 9,6 eingestellt; die Auswaschbarkeit dieses Leimes wurde mit Note 3 bewertet.

Beispiel 2

318 g 37 %igen Formalins werden mit 10 %iger Natronlauge auf einen pH-Wert von 9,5 eingestellt und nach Zugabe von 198 g Melamin unter Rühren auf 363 K erwärmt. Nach vollständiger Melaminauflösung werden 440 g des unter Beispiel 1 beschriebenen Leimes zugesetzt. Die Harzlösung ist bei einer Temperatur von 358 K unter pH-Wert-Konstanthaltung auf 9,0 zunächst bis zu einer Viskosität von 0,2 Pa*s und nach Zusatz von 44 g Harnstoff unter Einhaltung eines pH-Wertes von 9,0 weiter bis 0,35 Pa*s zu kondensieren. Der so hergestellte Leim mit einem Feststoffgehalt von 62 % wurde im Auswaschtest mit Note 2 bewertet.

Beispiel 3

369 g 37 %igen Formalins werden mit 10 %iger Natronlauge auf einen pH-Wert von 9,5 eingestellt und nach Zugabe von 198 g Melamin und 22 g Harnstoff unter Rühren auf 363 K erwärmt. Nach vollständiger Melaminauflösung werden 462 g eines handelsüblichen Harnstoff-Formaldehyd-Leimharzes mit einem Molverhältnis Harnstoff zu Formaldehyd von 1 : 1,55, einer Wasserverdünnbarkeit von 1 : 1,5, einem Feststoffgehalt von 67 % und einer Auswaschbarkeit von 1 zugesetzt. Das Reaktionsprodukt ist unter Einhaltung des pH-Wertes von 9,0 bis zu einer Viskosität von 0,3 Pa·s zu kondensieren. Der so hergestellte Leim hat einen Feststoffgehalt von 62 %. Die Bewertung nach dem Auswaschtest ergibt die Note 2.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung melaminhaltiger Harnstoff-Formaldehyd-Kondensate guter Auswaschbarkeit, die für die Fertigung von Holzwerkstoffen bedingter Feuchte- und Witterungsbeständigkeit sowie für die feuchte- und witterungsbeständige Verleimung von Holz und Holzwerkstoffen geeignet sind, aus Melamin, gegebenenfalls Harnstoff, Formaldehyd und einem Harnstoff-Formaldehyd-Kondensat, dadurch gekennzeichnet, daß ein Melamin-Formaldehyd- oder ein Harnstoff-Melamin-Formaldehyd-Kondensat, das bei Temperaturen von 343 - 373 K unter Einhaltung des pH-Bereiches 8 - 10 durch Kondensation bis zur Auflösung des Melamins im Reaktionsgemisch hergestellt wurde, mit einem hochkondensierten Harnstoff-Formaldehyd-Kondensat guter Auswaschbarkeit im pH-Bereich 8 - 10, gegebenenfalls unter Zusatz von Harnstoff, cokondensiert und gegebenenfalls eingeengt wird.