



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

211 810

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 12 02 80
(21) PV 919-80

(51) Int. Cl.³

C 08 G 59/14

(40) Zverejnené 31 07 81
(45) Vydané 01 12 83

(75)

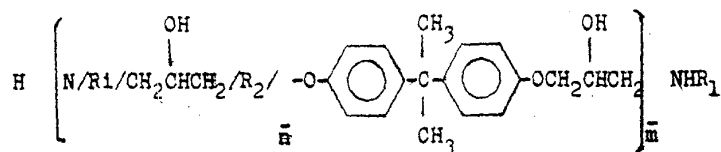
Autor vynálezu MARTIŠOVIČ JOZEF ing.
MIŠKOLCI ANTON prom. chem.,
FLOROVIČ STANISLAV ing.
FORRÓ JURAJ, TRNAVA

(54) Způsob přípravy roztoků adičných solí kopolyamínohydroxyéterových živců

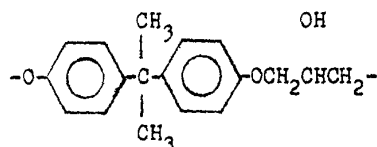
1

Vynález sa týka spôsobu prípravy roztokov adičných solí kopolyamínohydroxyéterových živíc, podľa autorského osvedčenia 204 408, polyadícíou epoxydových živíc s primárnym aminoalkanolom s 2 alebo 3 atómami uhlíka pri teplote 20 až 100 °C v prostredí riedidla a neutralizáciou s vo vode rozpustnými kyselinami.

ČS aut. osv. č. 204 408 popisuje nové kopolyamínohydroxyéterové živice obecného vzorca



kde R₁ je skupina -CHXCH₂OH v ktorej X je -H alebo -CH₃, R₂ je zbytok o štruktúre



je 0 až 2

je 2 až 100

ich adičné soli s minerálnymi kyselinami alebo organickými vo vode rozpustnými kyselinami.

Prípravu týchto živíc je možné previesť polyadícíou monoetanolamínu alebo monoizopropano-

mínu s epoxidovými živcami na báze dianu a epichlórhydrínu.

Je známe, že priebeh reakcie aminorov s epoxidovými skupinami je možné regulovať teplotou, reakčným prostredím a pomocou rôznych urýchľovačov /Lindařík M. a kol.: Epoxydové pryskyřice MTL Praha 1961/. Pri výbehe riedidiel v prípade, že sa živice aplikujú vo forme ich roztokov, je nutné prihliadať aj na aplikačné použitie živíc. V prípade ich použitia k príprave lubrikačných kompozícií na úpravu sklenených vlákien je nutné, aby použité riedidlo bolo rozpustné vo vode a znášavlivé s ostatnými zložkami lubrikácie.

Podľa vynálezu sa príprava roztokov adičných solí kopolyamínohydroxyéterových živíc, podľa autorského osvedčenia č. 204 408, polyadíciov epoxidových živíc s primárnym aminoalkanolom s 2 alebo 3 atómami uhlíka pri teplote 20 až 100 °C v prostredí riedidla a neutralizáciou vo vode rozpustnými kyselinami prevádza v prostredí alifatického alkoholu s 1 až 4 atómami uhlíka a/alebo éteralkoholu s 3 až 5 atómami uhlíka, ktorý obsahuje 10 až 70 %, s výhodou 30 až 60 % hmot. vody tak, že živica obsahuje 20 až 80 %, s výhodou 40 až 60 % hmot. riedidla.

Podľa vynálezu sa môžu použiť alifatické alkoholy ako metylalkohol, etylalkohol, n-propylalkohol, izopropylalkohol a n-butylalkohol. Tieto je výhodné, hlavne z ekonomických dôvodov použiť na riedenie násady v aplikácii epoxidových živíc do priemernej molekulovej hmotnosti 400. Pre živice o priemernej molekulovej hmotnosti 400 až 600 je výhodné použiť buď samotné éteralkoholy alebo ich zmesi s alifatickými alkoholmi. V prípade živíc o priemernej molekulovej hmotnosti viacej ako 600 sú výhodné samotné éteralkoholy ako etylénglykolmonometyléter, etylénglykolmonoetyléter, etylénglykolmono-n-propyléter a etylénglykolmonoizopropyléter. Vodu je možné pridávať buď k rozpúšťadlám alebo priamo do násady.

Z hľadiska výroby postup podľa vynálezu môže byť aplikovaný v bežných zariadeniach. Nie je technologicky náročný, žiada si však buď pomalé pridávanie amínu k živici alebo pridanie amínu vo viacerých častiach z dôvodu regulovania molekulovej hmotnosti polyaduktu a exotermického priebehu reakcie v prvej fáze reakcie.

Prítomnosť vody v reaknom systéme, spôsobuje, že reakcia začína prebiehať prakticky za normálnej teploty. Regulovať priebeh polyadície je možné docieľiť tak, že reakcia prebieha v heterogénnej fáze t.j. v emulzii. So zvyšovaním stupňa konverzie sa reakčný systém postupne vyčíri. Týmto spôsobom pripravené roztoky živíc sú číre, stabilné a možno ich aplikovať do väčšiny lubrikačných kompozícií, ktorých hodnota pH je menšia ako 7.

Vynález je ďalej objasnený formou príkladov.

Príklad 1

Do reakčného kotlíka sa predložilo 7,6 kg epoxidovej živice o obsahu 0,52 epoxiekv./100 g, 0,80 kg monoetanolamínu, 3,2 kg etylalkoholu a 0,8 kg vody. Rozmiešaním násady sa vytvorila emulzia. Po vyhriatí na teplotu 35 až 40 °C sa reakčný systém behom 10 až 15 min. vyčíri. Potom sa teplota násady udržiavala chladením v dôsledku exotermického priebehu reakcie na teplote 40 až 45 °C, 30 min. Po tejto dobe sa k násade pridalo 0,80 kg monoetanolamínu, 4,6 kg etylalkoholu a 1,4 kg vody. Teplota násady sa udržiavala v rozmedzí 45 až 50 °C do dosiahnutia nulového obsahu epoxidových skupín v reakčnej zmesi. Po ochladení násady sa zneutralizovala pridaním 1,8 kg kyseliny octovej. Pripravený roztok živice má farbu 3 mg J₂ a viskozitu pri 20 °C, 200 mPa . s.

Príklad 2

Príprava sa prevádzala v banke o objeme 500 ml opatrenej miešadlom, spätným chladičom, kontaktným teplomerom a oddeľovacím lievikom. Do banky sa predložilo 100 g epoxidovej živice o obsahu 0,52 epoxiekv./100 g, 57 g vody a 31 g etylénglykolmonometyléteri. Násada sa za miešania vyhriala na 50 °C. Z oddeľovacieho lievika sa pomaly počas 25 min pridalo 26 g monoizopropanolamínu. Potom sa teplota násady zvýšila na 100 °C, na ktorej sa udržiavala 1 h. Po ochladení sa roztok živice zneutralizoval pridaním 21 g kyseliny octovej. Pripravený roztok živice má farbu 15 mg J₂ a viskozitu pri 25 °C, 9 300 mPa.s. Na obr. 1 je znázornený ternárny diagram znázorňujúci zmenu vzájomnej rozpustnosti epoxidovej živice a vody od koncentrácie etylénglykolmonometyléteri, zhotovené pri uvedených teplotách. Vrcholy v trojuholníku odpovedajú čistým zložkám, A-epoxidovej živici, B-vode a C-etylénglykolmonometyléteri, pričom zložky sú v diagrame vyjadrené v hmotnostných %.

Príklad 3

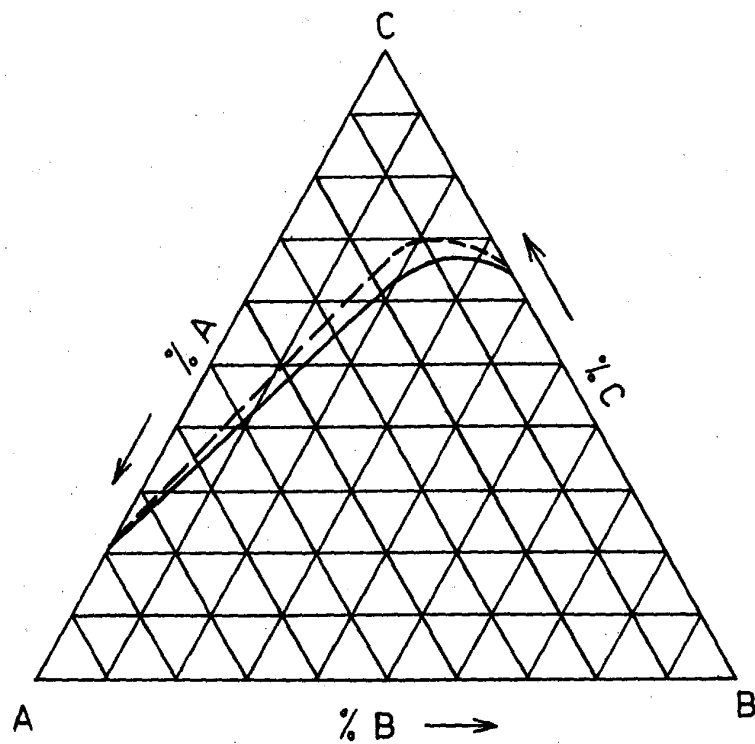
Príprava sa prevádza v aparátúre popísanej v príklade 2. Do banky sa predložilo 100 g epoxidovej živice o obsahu 0,21 epoxiekv./100 g, 30 g vody a 150 g n-butylalkoholu. Násada sa vyhriala na 65 °C a pomaly počas 10 min sa pridalo 10 g monoetanolamínu. Potom sa teplota udržiavala na 95 °C po dobu 1,5 h. Po ochladení sa roztok živice zneutralizoval pridaním 10 g kyseliny octovej. Pripravený roztok živice má farbu 5 mg J₂ a viskozitu pri 25 °C 500 mPa.s.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy roztokov adičných solí kopolyaminohydroxyéterových živíc, podľa autorského osvedčenia č. 204 408, polyadíciou epoxidových živíc s primárnym aminosalkanolom s 2 alebo 3 atómami uhlíka pri teplote 20 až 100 °C v prostredí riedidla a neutralizáciou vo vode rozpustnými kyselinami, vyznačujúci sa tým, že polyadícia sa uskutočňuje v prostredí alifatického alkoholu s 1 až 4 atómami uhlíka a/lebo éteralkoholu s 3 až 5 atómami uhlíka, ktorý obsahuje 10 až 70 %, s výhodou 30 až 60 % hmot. vody tak, že živica obsahuje 20 až 80 %, s výhodou 40 až 60 % hmot. riedidla.

1 výkres

211 810



— 50°C
--- 20°C