



Patent dodatkowy
do patentu

nr 50 674

Zgłoszono:

04.VIII.1964 (P 105 393)

Pierwszeństwo:

Opublikowano:

10.VI.1966

Kl. 21 c, 2/22

MKP H 01 b

3/00

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Piotr Penczek, mgr Zbigniew Łazowski

Właściciel patentu: Instytut Tworzyw Sztucznych, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania elastycznych materiałów elektroizolacyjnych z żywic nowolakowych i epoksydowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania elastycznych materiałów elektroizolacyjnych wzmocnionych tkaniną szklaną, jedwabną lub bawełnianą, albo papierem, takich jak ceratki, koszulki i elastyczne laminaty oraz taśmy izolacyjne, przy zastosowaniu jako spoiwa kompozycji z żywicy nowolakowej, epoksydowej i poliestrów.

Według patentu nr 50 674 stosuje się do tego celu jako spoiwo prekondensat żywicy epoksydowej i nowolakowej z dodatkiem nasyconego poliestru o cząsteczkach zakończonych grupami karboksylowymi. Uzyskuje się w ten sposób wprowadzić elastyczne materiały elektroizolacyjne o dobrych własnościach dielektrycznych, jednak poliester zakończony grupami karboksylowymi reaguje praktycznie tylko z grupami epoksydowymi. Wobec tego dodatek poliestru powoduje konieczność zwiększenia stosunku ilości żywicy epoksydowej do nowolakowej w porównaniu ze spoiwem nieuelastycznionym. Stosowanie dużej ilości żywicy epoksydowej jest niepożądane ze względu na wysoką cenę tej żywicy w porównaniu z żywicą nowolakową.

Stwierdzono, że elastyczne materiały elektroizolacyjne z materiałów włóknistych i żywicy nowolakowej epoksydowej i poliestru otrzymuje się sposobem opartym na opisanym w opisie patentowym nr 50 674, jeżeli materiał wzmacniający nasycą się lub powleka roztworem otrzymanym przez dodanie do roztworu żywicy nowolakowej i epoksydo-

2

wej nasyconego liniowego poliestru o cząsteczkach zakończonych grupami cyklicznych bezwodników kwasowych, otrzymanego przez ogrzewanie z bezwodnikiem piromelitowym nasyconego liniowego poliestru o cząsteczkach zakończonych grupami wodorotlenowymi; nasycony lub powleczone nośnik suszy się i utwardza na gorąco. Materiały te nie wykazują odlepu nawet przy stosunkowo małym udziale żywicy epoksydowej w spoiwie.

Ilość żywicy epoksydowej wynosi 30—250 części wagowych na 100 części wagowych żywicy nowolakowej. Ilość poliestru wynosi 10—200 części wagowych na 100 części wagowych sumy żywicy epoksydowej i nowolakowej.

Korzystne jest stosowanie katalizatorów współutwardzania, zwłaszcza amin trzeciorzędowych, jak dwumetyloanilina, benzylodwumetyloamina α -metylobenzylodwumetyloamina, dwumetyloaminometylofenol i 2,4,6-tris-(dwumetyloaminometylo)fenol w ilości 0,01—3 części wagowych na 100 części wagowych spoiwa. Utwardzanie prowadzi się przez ogrzewanie w temperaturze 100—200°C, ewentualnie pod ciśnieniem.

Zakończony grupami bezwodnikowymi poliestr, służący jako środek uelastyczniający przy otrzymywaniu elastycznych materiałów elektroizolacyjnych na podstawie żywicy epoksydowych i nowolakowych sposobem według wynalazku, otrzymuje się przez ogrzewanie zakończonego grupami wodorotlenowymi nasyconego liniowego poliestru

otrzymanego z dwuzasadowego kwasu nasyconego, zwłaszcza adypinowego, i z alifatycznego glikolu, dwuglikolu lub trójglikolu, zwłaszcza glikolu dwuetylenowego, lub dwupropylenowego, z bezwodnikiem piromelitowym wziętym w ilości 0,20—0,39 części wagowych na 100 części wagowych i na jednostkę liczby hydroksylowej poliestru. Ogrzewanie prowadzi się w temperaturze poniżej 160°C, a najkorzystniej 110—130°C, dopóki liczba kwasowa nie przestanie spadać. Liczba kwasowa stosowanych według wynalazku poliestrów winna wynosić 16—320, korzystnie 40—120.

Po dodaniu poliestru zakończonego grupami bezwodnikowymi do roztworu żywicy epoksydowej i nowolakowej w rozpuszczalniku organicznym otrzymuje się spoiwo o niedostatecznej rozlewności i jednorodności. Stwierdzono, że wad tych unika się, jeżeli po rozpuszczeniu poliestru w roztworze żywic ogrzewa się mieszaninę w temperaturze 50—130°C do uzyskania całkowitej jednorodności.

Użyte rozpuszczalniki organiczne winny zapewniać dobrą rozpuszczalność wszystkich składników, dobrą rozlewność i właściwe odparowanie. Stosuje się estry (octan etylu, octan butylu) i ketony (aceton, metyloetyloketon), ewentualnie w mieszaninie z węglowodorami aromatycznymi (ksylen, toluen, benzen). Można także stosować chlorowane węglowodory. Natomiast stosowanie alkoholi jako rozpuszczalników jest niewskazane.

Otrzymane sposobem według wynalazku materiały elektroizolacyjne są elastyczne, odporne na długotrwałe działanie podwyższonych temperatur i na działanie wody.

Przykład I. Otrzymywanie laminatów

Żywica nowolakowa o zawartości wolnego fenolu poniżej 1% — 50 części wagowych

Żywica epoksydowa małowcząsteczkowa — 50 części wagowych

Poliester otrzymany przez ogrzewanie 100 części wagowych zakończonego grupami wodorotlenowymi poliadypinianu glikolu dwuetylenowego o liczbie hydroksylowej 50 z 15 częściami wagowymi bezwodnika piromelitowego — 100 części wagowych

Rozpuszczalnik organiczny — 300 części wagowych
Dwumetyloanilina — 2 części wagowe.

Do reaktora zaopatrzonego w mieszadło, chłodnicę zwrotną, płaszczy grzejny, właz i zawór spustowy wprowadza się rozpuszczalnik, uruchamia mieszadło i przy ciągłym mieszaniu dodaje się porcjami rozdrobnioną żywicę nowolakową. Po rozpuszczeniu żywicy nowolakowej dodaje się żywicę epoksydową i ogrzewa roztwór przy ciągłym mieszaniu do wrzenia. W stanie łagodnego wrzenia utrzymuje się roztwór przez okres 5 godzin. Następnie dodaje się poliestru i ogrzewa przez dalsze 5 godzin, po czym chłodzi się roztwór do temperatury pokojowej i zlewa do zbiorników. Bezpośrednio przed użyciem dodaje się do tak przygotowanego roztworu katalizator — dwumetyloanilinę i po dokładnym wymieszaniu nasycy się spoiwem nośnik — tkaninę szklaną, jedwabną, bawełnianą lub papier w typowych urządzeniach impregnujących lub metodą kontaktową.

Po wysuszeniu powleczonego spoiwem nośnika tnie się go na określone wymiary, układa w warstwy i prasuje w prasach półkowych pod ciśnieniem 40 kG/cm², w temperaturze 150°C, w czasie 6 minut na milimetr grubości prasowanego laminatu.

Przykład II. Otrzymywanie ceratek izolacyjnych.

Żywica nowolakowa o zawartości wolnego fenolu poniżej 1% — 40 części wagowych

Żywica epoksydowa małowcząsteczkowa — 60 części wagowych

Poliester opisany w przykładzie I — 100 części wagowych

Rozpuszczalnik organiczny — 400 części wagowych
Dwumetyloanilina — 2 części wagowe

Spoiwo do ceratek izolacyjnych przygotowuje się zgodnie z opisem podanym w przykładzie 1. Przed użyciem do impregnacji dodaje się katalizator — dwumetyloanilinę i po dokładnym wymieszaniu nasycy się spoiwem tkaninę szklaną, jedwabną, bawełnianą lub papier w typowych urządzeniach impregnujących względnie metodą kontaktową. Powleczony spoiwem nośnik suszy się i utwardza w temperaturze 130°C w czasie 30 minut.

Przykład III. Otrzymywanie koszulek izolacyjnych.

Żywica nowolakowa o zawartości wolnego fenolu poniżej 1% — 50 części wagowych

Żywica epoksydowa małowcząsteczkowa — 50 części wagowych

Poliester opisany w przykładzie I — 100 części wagowych

Rozpuszczalnik organiczny — 300 części wagowych
Dwumetyloaminometylofenol — 2 części wagowe

Do spoiwa przygotowanego według przykładu I dodaje się katalizator — dwumetyloaminometylofenol i po dokładnym wymieszaniu nasycy się spoiwem naciągnięte na specjalną ramę koszulki izolacyjne przez zanurzenie ich w zbiornikach wypełnionych spoiwem. Po odcieknięciu nadmiaru spoiwa suszy się koszulki w temperaturze 100°C przez okres 15 minut, a następnie utwardza się je w temperaturze 130°C w czasie 15 minut.

Przykład IV. Otrzymywanie taśm izolacyjnych.

Żywica nowolakowa o zawartości wolnego fenolu poniżej 1% — 25 części wagowych

Żywica epoksydowa małowcząsteczkowa — 50 części wagowych

Poliester opisany w przykładzie I — 100 części wagowych

Rozpuszczalnik organiczny — 300 części wagowych
Benzylodwumetyloamina 2 części wagowe

Spoiwo o podanym wyżej składzie przygotowuje się według przykładu I. Bezpośrednio przed nasyceniem taśm izolacyjnych dodaje się do spoiwa katalizator — benzylodwumetyloaminę, po czym impregnuje się taśmy szklane, bawełniane, jedwabne, azbestowe lub papierowe na urządzeniach nasycających lub metodą kontaktową. Po nasyceniu suszy się taśmy w temperaturze 80°C celem odpędzenia

5

rozpuszczalnika i przeprowadzenia kompozycji żywicy w stan B.

Wysuszone elastyczne taśmy stanowią produkt gotowy do izolacji urządzeń elektrycznych, odpowiedni do stosowania metodą nawijania na elementy maszyn elektrycznych i przewody. Utwardzanie nawiniętych taśm następuje samorzutnie w temperaturze pokojowej w okresie dwóch tygodni, lub dokonywane jest przez nagrzewanie tych taśm promiennikami względnie innymi źródłami ciepła w temperaturze 100°C przez okres 3 godzin.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania elastycznych materiałów elektroizolacyjnych z żywicy nowolakowych i epoksydowych według patentu nr 50 674, **znamienny tym**, że materiał wzmacniający nasycą się lub powleka roztworem otrzymanym przez dodanie do roztworu żywicy nowolakowej i epoksydowej liniowego poliestru o cząsteczkach zakończonych grupami cyklicznych bezwodników kwasowych w ilości 10—200 części wagowych poliestru na 100 części wagowych sumy żywicy epoksydowej i nowolakowej, wziętych w ilości 30—250 części wagowych żywicy epoksydowej na 100 części wagowych żywicy nowolakowej,

6

suszy i utwardza w temperaturze 110—200°C, ewentualnie pod ciśnieniem.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako poliestry o cząsteczkach zakończonych grupami cyklicznych bezwodników kwasowych stosuje się poliestry o liczbie kwasowej 16—320, a najkorzystniej 40—120, otrzymane z nasyconych liniowych poliestrów zakończonych grupami OH przez ogrzewanie z bezwodnikiem piro-melitowym w temperaturze niższej od 160°C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że w celu otrzymania spoiwa poliester zakończony grupami bezwodnikowymi ogrzewa się w roztworze w temperaturze 50—130°C z uprzednio sporządzonym roztworem żywicy epoksydowej i nowolakowej.
4. Sposób według zastrz. 1, 2 i 3, **znamienny tym**, że przed powlekaniem lub nasycaniem dodaje się do roztworu jako katalizator współutwardzania trzeciorzędową aminę, zwłaszcza dwumetyloanilinę, benzyldwumetyloaminę, α -metylobenzyldwumetyloaminę dwumetyloaminometylofenol, tris/dwumetyloaminometylo/fenol lub ich mieszaniny w ilości od 0,01 do 3 części wagowych na 100 części wagowych spoiwa.