



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

MKP C08g 37/04

Zgłoszono: 02.02.1972 (P. 153230)

Pierwszeństwo _____

Int. Cl.² C08L 61/16

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1976

Twórcy wynalazku: Tomasz Prot, Jerzy Kosiuczenko, Joanna Hrabowska, Jerzy Parol

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania środka wiążącego o wysokiej stałej dielektrycznej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania organicznego środka wiążącego o wysokiej stałej dielektrycznej.

W wielu dziedzinach techniki stosowane są różne środki wiążące, spełniające rolę lepiszcza lub ośrodka zawieszającego, łączącego gotowe elementy jakiegoś urządzenia np. kleje lub pozwalającego na trwałe zdyspersgowanie i utrwalenie stałej dyspersji rozdrobnionego materiału np. lakiery lub emalie. Zależnie od przeznaczenia i zastosowania stawiane są różne wymagania środkom wiążącym.

Środki wiążące stosowane m.in. są przy produkcji tzw. powierzchniowych lamp elektroluminescencyjnych. Powierzchniowe lampy luminescencyjne składają się z przezroczystej warstwy dielektryka, w której zawieszony jest dobrze rozdrobniony elektroluminofor, a taka warstwa umieszczona jest pomiędzy dwa przewodniki elektryczności. Pod wpływem przyłożonego napięcia do obu przewodników wytwarza się pomiędzy nimi pole elektryczne pobudzające do świecenia elektroluminofor.

Wytworzone promieniowanie pod wpływem napięcia jakie jest przyłożone do obu przewodników jest tym większe im większa jest stała dielektryczna środka wiążącego, w którym zawieszony jest elektroluminofor. Poza tym taki środek wiążący poza wysoką stałą dielektryczną winien wykazywać dobrą przyczepność do przylegających do niego przewodników.

Zadanie takie spełnia cyjanoetylowany polialko-

2

hol winylowy. Jednak otrzymywanie jego na drodze cyjanoetylowania polialkoholu winylowego jest bardzo kłopotliwe, ponieważ synteza wymaga około 10-cio krotnego nadmiaru akrylonitrylu, a wydzielenie produktu w postaci czystej i nadającej się do produkcji powierzchniowych lamp elektroluminescencyjnych wymaga długotrwałych i kłopotliwych zabiegów oczyszczających.

Celem wynalazku było znalezienie środka wiążącego mającego podobne zalety jak cyjanoetylowany polialkohol winylowy a jednocześnie wygodniejszego w otrzymywaniu.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się środek wiążący o wysokiej stałej dielektrycznej o właściwościach zbliżonych do cyjanoetylowanego polialkoholu winylowego. Jest nim cyjanoetylowana żywica cykloheksanowa-formaldehadowa. Środek ten charakteryzuje się dobrą przyczepnością do podłoża, jest hydrofobowy, przezroczysty, ma dobrą wytrzymałość mechaniczną przy jednoczesnej znacznej elastyczności i tymi właściwościami nie ustępuje cyjanoetylowanemu polialkoholowi winylowemu. Natomiast wyraźną zaletą jest prostota otrzymywania i łatwość oczyszczania prostymi metodami.

Sposób wytwarzania środka wiążącego o wysokiej stałej dielektrycznej polega na tym, że produkt polikondensacji cykloheksanonu z formaldehydem poddaje się działaniu akrylonitrylu w obecności organicznej lub nieorganicznej zasady w przedziale temperatur od 50°C do temperatury

wrzenia mieszaniny reakcyjnej w ciągu od 1 do 6 godzin.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony na przykładach wykonania, które jednakże nie ograniczają wynalazku.

Przykład I. Do kolby okrągłodennej o pojemności 1 l, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, mieszadło mechaniczne, termometr i wkraplacz wprowadza się 83,3 g cykloheksanonu, 120 g wody destylowanej i 120 g 37 %-owego roztworu formaliny. Kolbę ogrzewa się na łaźni wodnej do temperatury 10 — 25°C i w czasie mieszania wkrapla się 5 g 30 %-owego roztworu NaOH. Po wprowadzeniu całego roztworu ługu sodowego, mieszaninę ogrzewa się w ciągu 1 godziny w temperaturze 85 — 90°C. W dalszej kolejności temperaturę obniża się do 60°C i wkrapla się 91,5 g akrylonitrylu. Mieszaninę ogrzewa się w ciągu 1 godziny w temperaturze 60 — 70°C. Następnie roztwór neutralizuje się do pH 7 przez wprowadzenie odpowiedniej ilości rozcieńczonego kwasu octowego. Roztwór górny odlewarowuje się, a lepłą masę żywiczną odwadnia się przez oddestylowanie pozostałości pod ciśnieniem 20 — 25 mm Hg z wrzącej łaźni wodnej, a klarowną jasno-żółtą żywicę wylewa się. Otrzymuje się 110 g produktu o temperaturze mięknięcia 52 — 54°C i stałej dielektrycznej powyżej 10.

Przykład II. Do kolby okrągłodennej, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, mieszadło mechaniczne, termometr i wkraplacz, wprowadza się 110 g cykloheksanonu, 128 g 37 %-owego roztworu formaliny i 128 ml wody destylowanej i miesza w ciągu 30 minut w temperaturze 20 — 25°C. Następnie wkrapla się 33 g 20 %-owego roztworu NaOH w ciągu 5 minut. Zawartość kolby ogrzewa się na łaźni wodnej do 60°C i dodaje 120 g akrylonitrylu i kondensację prowadzi się w temperaturze 60 — 70°C przez dalsze 3 godziny. Po upływie tego czasu przerywa się mieszanie i po oddzieleniu wody kondensacyjnej żywicę przemywa się wodą jak w przykładzie I. Po destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymuje się 150 g jasno-żółtej żywicy o temperaturze mięknięcia 70 — 75°C i stałej dielektrycznej 10.

Przykład III. Do kolby okrągłodennej, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, mieszadło mechaniczne, termometr i wkraplacz wprowadza się 83,5 g cykloheksanonu, 16 ml wody destylowanej, 13,5 g butanolu, 120 g 37 %-owego roztworu formaliny oraz 8 g fosforanu trójsodowego. Całość mieszając

ogrzewa się do temperatury 60°C w ciągu 1 godziny. Następnie wkrapla się 25 ml 10 %-owego roztworu ługu sodowego, kondensuje w temperaturze 60°C przez 3 godziny. Dodaje się 100 g akrylonitrylu i prowadzi się reakcję w temperaturze 60 — 70°C przez dalsze 3 godziny. Następnie postępuje się jak w przykładzie I. Otrzymuje się 120 g jasno-żółtej żywicy o temperaturze mięknięcia 40 — 45°C i stałej dielektrycznej powyżej 10.

Przykład IV. Do kolby okrągłodennej, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, mieszadło mechaniczne, termometr i wkraplacz wprowadza się 636,7 g wody destylowanej, 35 g 5 %-owego roztworu tylozy i 0,5 g siarczanu laurynowo-sodowego. Całość miesza się w ciągu 30 minut, dodaje 550 g cykloheksanonu i 640 g 37 %-owej formaliny i miesza dalsze 15 minut. Z kolei wkrapla się 163,8 g 20 %-owego roztworu ługu sodowego. Zawartość kolby wygrzewa się przez 1,5 godziny w temperaturze 88—90°C i ochładza podczas mieszania do temperatury 40—50°C, dodając do mieszaniny reakcyjnej zimnej wody. Przerywa się mieszanie i znad osadu odlewarowuje się wodę kondensacyjną. Następnie dodaje się 800—1000 g zimnej wody i miesza przez 15 minut. Po tym czasie drobnociąrką produkt odsącza się, przemywa na sączku wodą do uzyskania obojętnego odcieku i suszy w temperaturze 25—35°C. Otrzymuje się 475 g żywicy o temperaturze mięknięcia 80—85°C. Otrzymaną żywicę w ilości 131 g rozpuszcza się w 350 ml acetonu, roztwór wlewa się do kolby okrągłodennej, zaopatrzonej w mieszadło, chłodnicę zwrotną i termometr i dodaje 53 g akrylonitrylu i 10 ml 10 %-owego roztworu NaOH. Całość ogrzewa się do temperatury 50—60°C i reakcję prowadzi się w ciągu 3 godzin. Całość wlewa się podczas energicznego mieszania do 1,5 l zimnej wody. Wytrąconą żywicę odsącza się i suszy na powietrzu. Otrzymuje się 150 g produktu o temperaturze mięknięcia 68—73°C i stałej dielektrycznej 10.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania środka wiążącego o wysokiej stałej dielektrycznej, znamienny tym, że produkt polikondensacji cykloheksanonu z formaldehydem poddaje się działaniu akrylonitrylu w obecności zasady w temperaturze od 50°C do temperatury wrzenia mieszaniny reakcyjnej, w ciągu 1—6 godzin.