

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010125485/05, 21.06.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
21.06.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.06.2010

(45) Опубликовано: 20.01.2012 Бюл. № 2

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: SU 697530, 15.11.1979. JP 06-279368,
04.10.1994. JP 2010065031 A, 25.03.2010. CN
101519384 A, 02.09.2009.

Адрес для переписки:

670047, г.Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, БИП
СО РАН

(72) Автор(ы):

Бурдуковский Виталий Федорович (RU),
Могнонов Дмитрий Маркович (RU),
Шурыгин Руслан Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Учреждение Российской академии наук
Байкальский институт природопользования
Сибирского отделения Российской академии
наук (БИП СО РАН) (RU)

(54) СПОСОБ ОТВЕРЖДЕНИЯ НОВОЛАЧНОЙ СМОЛЫ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу отверждения новолачной смолы. Отверждение проходит при участии ароматических динитрилов в присутствии хлорида сурьмы (III) или хлорида алюминия при температуре 150-

200°C в течение 10-30 минут. Изобретение позволяет проводить отверждение без выделения побочных газообразных продуктов, увеличить термостойкость и физико-механические показатели материалов полимера.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 440 373** (13) **C1**

(51) Int. Cl.

C08G 8/10 (2006.01)

C08K 5/16 (2006.01)

C08K 3/10 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2010125485/05, 21.06.2010

(24) Effective date for property rights:
21.06.2010

Priority:

(22) Date of filing: 21.06.2010

(45) Date of publication: 20.01.2012 Bull. 2

Mail address:

670047, g.Ulan-Udeh, ul. Sakh'janovoj, 6, BIP SO
RAN

(72) Inventor(s):

**Burdukovskij Vitalij Fedorovich (RU),
Mognonov Dmitrij Markovich (RU),
Shurygin Ruslan Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Uchrezhdenie Rossijskoj akademii nauk
Bajkal'skij institut prirodopol'zovanija
Sibirskogo otdelenija Rossijskoj akademii nauk
(BIP SO RAN) (RU)**

(54) METHOD OF CURING NOVOLAC RESIN

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: curing takes place in with the participation of aromatic dinitriles in the presence of antimony (III) chloride or aluminium chloride at temperature 150-200°C for 10-30 minutes.

EFFECT: invention enables to perform curing without release of secondary gaseous products, increase heat resistance and improve physical and mechanical properties of polymer materials.

4 ex

RU 2 440 373 C1

RU 2 440 373 C1

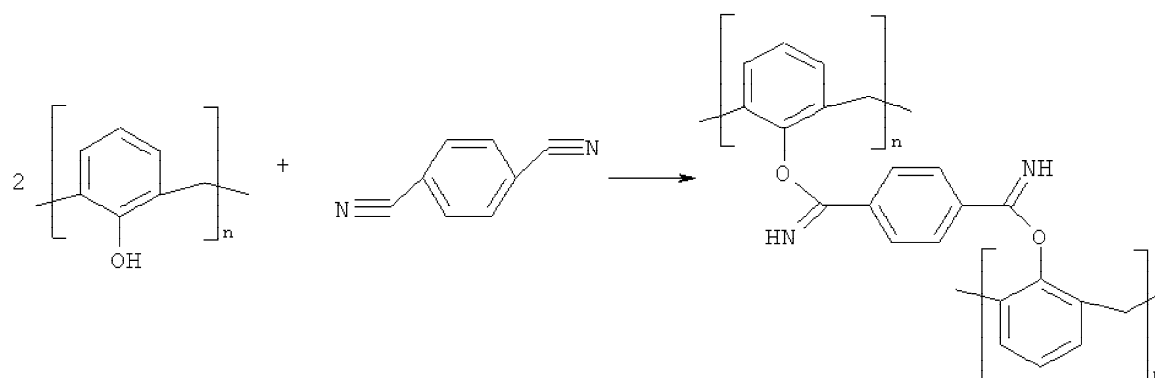
Изобретение относится к способу отверждения новолачной смолы, которая может быть использована в различных областях техники в качестве высокопрочной и высокотермостойкой связующей для пластмасс, слоистых и волокнистых материалов, клеев и пленок.

Известны (Fufe C.A., McKinnon M.S., Rudin A., Tchir W.J. // *Macromolecules* - 1983. - V.16. - P.1216-1219, Maciel G.E., Chuang I.-S., Gollob L. // *Macromolecules* - 1984. - V.17. - P.1081-1087, Hatfield G.R., Maciel G.E. // *Macromolecules* - 1987. - V.20. - P.608-615), где традиционно для отверждения новолачной смолы используется уротропин (гексаметиленetetрамин). При этом образуются сложные трехмерные нерастворимые полимеры, а между молекулами олигомера образуются метиленовые мостиковые группы. Наличие таких фрагментов определяет невысокую температуру эксплуатации и низкие прочностные показатели, что и является одним из главных недостатков получаемых полимерных материалов. Более того, в процессе отверждения выделяется азот, что создает трудности при получении высокопрочных наполненных композитов.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту является способ отверждения (Kelusky E.C., Fufe C.A., McKinnon M.S., Rudin A., Tchir W.J. // *Macromolecules* - 1986. - V.19. - P.329-332), принятый за прототип, основанный на использовании уротропина для отверждения новолачной смолы. Процесс проходит при термообработке в течение 15-30 минут при 150-160°C и далее при 180°C 1 час.

Техническим результатом изобретения является то, что процесс идет без выделения побочных продуктов и обеспечивает повышение стойкости к термоокислительной деструкции и улучшение прочностных показателей материалов, что достигается за счет образования имидатной связи между молекулами олигомера, которая намного прочнее метиленовой и способной также к образованию межмолекулярных водородных связей.

Для достижения технического результата предложено использовать в качестве отвердителя ароматические динитрилы. Процесс идет при температуре 150-200°C в течение 10-30 минут в присутствии кислот Льюиса, хлорида сурьмы (III) или хлорида алюминия по следующей схеме:



Термостойкость по данным ТГА (5°C/мин, воздух) составляет 340-380°C, что соответствует 10%-ной потере массы.

Строение подтверждено данными ИК-спектроскопии. Так, на спектрах отвержденного продукта присутствуют характеристические полосы поглощения при 1653 см⁻¹ (C=N) и при 1103 см⁻¹ (C-O).

Получение пресс-материалов осуществляли следующим способом. Расплав смеси 12.8 г новолачной смолы, 21.2 г 1,4-динитрилбензола и катализатора в количестве 2.67 г хлорида алюминия или 2.285 г хлорида сурьмы (III), нагретой до

170°C и выдержанной 5 минут, переливали в пресс-форму, предварительно нагретую до 180°C, и прессовали при давлении 70-75 МПа при 1,80°C в течение 10-15 минут. Удельная ударная вязкость (ГОСТ 4647-80), составляла 80.4-85.8 МПа, а разрушающее напряжение при растяжении (ГОСТ 4648-71) 130.2-134.6 МПа.

Предлагаемый способ подтверждается следующими нижеприведенными примерами отверждения новолачной смолы.

Пример 1. В круглодонную колбу при комнатной температуре загружали 12.8 г новолачной смолы, 21.2 г (0.1 моль) 1,4-динитрилбензола и 26.7 г (0.2 моль) хлорида алюминия, тщательно перемешивали и помещали в сплав Розе, нагретый до 160°C. По истечении 15 минут продукт извлекали из реакционной колбы в слабощелочной раствор и кипятили в течение 10-15 минут. Затем полученный продукт отфильтровывали на мелкопористой воронке Шотта. Сушили в вакуумном шкафу при 60-70°C до постоянной массы.

Пример 2. В круглодонную колбу при комнатной температуре загружали 12.8 г новолачной смолы, 21.2 г (0.1 моль) 1,4-динитрилбензола и 20.025 г (0.15 моль) хлорида алюминия, тщательно перемешивали и помещали в сплав Розе, нагретый до 180°C. По истечении 15 минут продукт извлекали из реакционной колбы в слабощелочной раствор и кипятили в течение 10-15 минут. Затем полученный продукт отфильтровывали на мелкопористой воронке Шотта. Сушили в вакуумном шкафу при 60-70°C до постоянной массы.

Пример 3. В круглодонную колбу при комнатной температуре загружали 12.8 г новолачной смолы, 21.2 г (0.1 моль) 1,4-динитрилбензола и 22.85 г (0.1 моль) хлорида сурьмы (III), тщательно перемешивали и помещали в сплав Розе, нагретый до 180°C. По истечении 20 минут продукт извлекали из реакционной колбы в слабощелочной раствор и кипятили в течение 10-15 минут. Затем полученный продукт отфильтровывали на мелкопористой воронке Шотта. Сушили в вакуумном шкафу при 60-70°C до постоянной массы.

Пример 4. В круглодонную колбу при комнатной температуре загружали 12.8 г новолачной смолы, 21.2 г (0.1 моль) 1,3-динитрилбензола и 20.025 г (0.15 моль) хлорида алюминия, тщательно перемешивали и помещали в сплав Розе, нагретый до 180°C. По истечении 15 минут продукт извлекали из реакционной колбы в слабощелочной раствор и кипятили в течение 10-15 минут. Затем полученный продукт отфильтровывали на мелкопористой воронке Шотта. Сушили в вакуумном шкафу при 60-70°C до постоянной массы.

Как видно из приведенных данных, предлагаемый способ отверждения новолачной смолы динитрилами выгодно отличается тем, что прост, побочные продукты не выделяются, полученные материалы имеют более высокую стойкость к термоокислительной деструкции и физико-механические свойства.

Выше перечисленный комплекс практически полезных свойств определяет положительный эффект изобретения. Отвержденная таким образом новолачная смола может быть использована в различных областях техники в качестве высокопрочных и высокотермостойких покрытий, связующих для пластмасс, стеклопластиков, пленок и клеев.

Формула изобретения

Способ отверждения новолачной смолы, отличающийся тем, что отверждение проходит при участии ароматических динитрилов в присутствии хлорида сурьмы (III) или хлорида алюминия при температуре 150-200°C в течение 10-30 мин.