



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

210307 ✓

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 16 05 80
(21) (PV 3405-80)

(51) Int. Cl.³
C 08 G 59/14

(40) Zverejnené 30 04 81

(45) Vydané 15 06 83

(75)

Autor vynálezu

FORRÓ JURAJ, FLOROVIČ STANISLAV ing. a MARTIŠOVIČ JOZEF ing., TRNAVA

(54) Spôsob prípravy aduktov a/alebo polyaduktov na báze epoxidových živíc, amínov a ich adičných solí

1

Vynález sa týka spôsobu prípravy aduktov a/alebo polyaduktov na báze epoxidových živíc, amínov a ich adičných solí reakciou epoxidových živíc so zlúčeninami s primárnymi a/alebo sekundárnymi aminoskupinami a neutralizáciou s kyselinami.

K úprave sklenených a minerálnych vlákien našli široké uplatnenie rôzne adukty a polyadukty na báze epoxidových živíc, amínov a ich adičné soli s kyselinami.

Pri syntézach sa používajú rôzne epoxidové živice napr. glycidylétery, pripravované reakciou epichlórhydrínu, metylepichlórhydrínu či dichlórhydrínu s fenolmi, bisfenolmi, trisfenolmi, tetrakisfenolmi, alifatickými či cykloalifatickými alkoholmi alebo glykolmi. Zo skupiny glycidylesterov sú to hlavne diglycidylestery dikarboxylových aromatických a hydroaromatických kyselín. Epoxidované estery kyselín napr. epoxidovaný sójový, ľanový, dehydratovaný ricínový olej a pod.

Adícia a/alebo polyadícia sa uskutočňuje za použitia rôznych alifatických, cykloalifatických, aromatických, heterocyklických amínov, polyamínov, polyaminoamidov, ich zmesí a pod. /aut. osv. č. 187 838 ČS, britský pat. č. 1 234 235/.

Reakcia s amínmi sa uskutočňuje buď v tavenine, zvyčajne v nadbytku amínu, alebo v prostredí riedidiel /Lidařík M. a kol.: Epoxydové pryskyřice, SNTL Praha 1961 s. 208/. Z dôvodu, že v tavenine je obtiažne pripraviť adukty s voľnými epoxidovými skupinami, pretože dochádza k tvorbe gélov a v niektorých prípadoch sú aj reakcie ťažko ovládateľné pre ich exotermický priebeh, pracuje sa v prostredí rôznych riedidiel.

V prípade aplikácie reakčných produktov do lubrikačných kompozícií na úpravu sklenených a minerálnych vlákien sa reakcia uskutočňuje v rôznych prchavých riedidlách. Zvyčajne sa používajú rôzne nižšie alkoholy, ketóny, dioxan, dimetylformamid a pod.

Reakčné produkty je možné v závislosti od ich aplikačného použitia neutralizovať buď minerálnymi alebo organickými kyselinami hneď po ukončení reakcie alebo tesne pred ich aplikačným použitím.

Po aplikácii lubrikačných kompozícií s obsahom roztokov aduktov a/alebo polyaduktov k úprave vlákien rozpúšťadlá použité pri ich syntéze pri sušení vlákien prchajú, t. j. dochádza k ich znehodnoteniu. Týmto spôsobom dochádza zároveň k znečisťovaniu ovzdušia a zvyšuje sa nebezpečenstvo požiaru v sušiarňach vlákien.

Uvedené nevýhody sa odstránia pri použití spôsobu prípravy podľa vynálezu.

Vynález popisuje spôsob prípravy aduktov a/alebo polyaduktov na báze epoxidových živíc, amínov a ich adičných solí, reakciou so zlúčeninami s primárnymi a/alebo sekundárnymi aminogrupami a neutralizáciou s kyselinami v prostredí riedidla na báze zlúčenín alkylénoxidov s 2 a/alebo 3 atómami uhlíka s vodou a/alebo organickou kyslíkatou látkou s 3 až 20 atómami uhlíka s najmenej jedným aktívnym vodíkom, ktorých priemerná molekulová hmotnosť je 250 až 6 000, s výhodou 300 až 1 500, alebo v prostredí glycerolu.

Reakčná nášada môže obsahovať 10 až 90 %, s výhodou 40 až 60 % hmot. riedidiel, ktoré môžu obsahovať stopy až 50 %, s výhodou 5 až 25 % hmot. vody.

Podľa druhu riedidla, toto v lubrikačných kompozíciách zastáva buď funkciu mazadla, zmáčadla, antistatika, zvláčňovadla či zmäkčovadla. Týmto spôsobom sa zároveň uľahčí práca pri príprave lubrikačných kompozícií.

Z dôvodu, že reakčné produkty pripravované v prostredí riedidiel podľa vynálezu sú silne viskózne, pastovité až tuhé hmoty, je výhodné ich po ukončení syntézy riediť, s výhodou vodou, prípadne ich kombinovať s ďalšími zložkami lubrikačných kompozícií na viskozitu, ktorá umožňuje ich automatické dávkovanie a váženie.

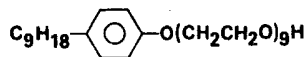
Predovšetkým z ekonomických príčin a ľahkej dostupnosti je najvýhodnejšie použitie polyetylén glykolu s priemernou molekulovou hmotnosťou 300.

Vynález je ďalej objasnený formou príkladov, v ktorých zloženie je uvádzané v hmotnostných %.

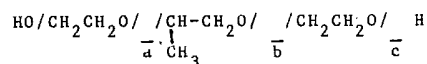
P r í k l a d 1

Syntéza sa uskutočňovala v prostredí oxyetylovaných zlúčenín vzorcov:

A - oxyetylovaný nonylfenol vzorca

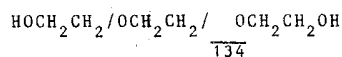


B - blokový kopolymér etylénoxidu a propylénoxidu vzorca



kde $\bar{a} + \bar{c} = 13,6$; $\bar{b} = 15,5$

C - polyetylén glykol vzorca



Do banky sa predložilo 200 g epoxidovej živice na báze dianu a epichlórhydrínu o obsahu 0,51 epoxiekv. /100 g, 110 g dietanolamínu a 300 g riedidla. Násada sa za miešania vyhriala na teplotu 40 až 50 °C, potom sa reakčným teplom vyhriala na 100 až 130 °C. Reakcia sa nechala prebiehať pri 100 °C 1,5 hodiny. Po ochladení násady na 60 až 70 °C sa pridalo 32 g kyseliny octovej a živica sa riedila vodou na 50 %. Vlastností reakčných produktov sú uvedené v tabuľke.

riedidlo	viskozita [mPa.s/20 °C]	farba [mg J ₂]
A	288	2
B	78	2
C	177	1

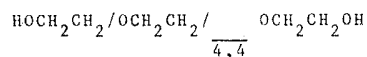
P r í k l a d 2

Do banky sa predložilo 200 g epoxidovej živice na báze dianu a epichlórhydrínu o obsahu 0,51 epoxiekv./100 g, 110 g dietanolamínu a glycerol. Násada sa udržiavala pri 100 °C 1,5 hodiny. Po ochladení na 60 až 70 °C sa pridalo 32 g kyseliny octovej a živica sa zriedila na 50 % vodou. Navážky glycerolu a vlastností reakčných produktov sú uvedené v tabuľke.

glycerol [g]	viskozita [mPa.s/20 °C]	farba [mg J ₂]
40	177,2	2
310	18,5	2
900	9,3	2

P r í k l a d 3

Syntéza sa uskutočňovala v prostredí polyetylén glykolu vzorca:



Do banky sa predložilo 50 g 3,4-epoxicyklohexylmetýl-3,4-epoxicyklohexankarboxylátu 85 g polyetylén glykolu, 30 g vody a 38 g piperidínu. Reakčná zmes sa za miešania udržiavala pri teplote 60 °C 2 hodiny. Pridaním 27 g kyseliny octovej sa násada zneutralizovala a zmiešala s 120 g vody. Reakčný produkt má viskozitu 26 mPa.s/20 °C a farbu 60 mg J₂.

P r í k l a d 4

Pri syntéze sa použil polyetylén glykol ako v príklade 3. Do banky sa predložilo 65,1 g epoxidovej živice na báze dianu a epichlórhydrínu o obsahu 0,51 epoxiekv./100 g, 18 g dietanolamínu, 31,6 g benzidínu a 125 g polyetylén glykolu. Násada sa zahrievala pri teplote 100 °C 2 hodiny. Po ochladení na 60 až 70 °C sa pridalo 20,6 g kyseliny octovej a 250 g vody. Reakčný produkt má viskozitu 795 mPa.s/20 °C a farbu 40 mg J₂.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob prípravy aduktov a/alebo polyaduktov na báze epoxidových živíc, aminor a ich adičných solí, reakciou epoxidových živíc so zlúčeninami s primárnymi a/alebo sekundárnymi aminoskupinami a neutralizáciou s kyselinami, vyznačujúci sa tým, že reakcia sa uskutočňuje v prostredí riedidla na báze zlúčenín alkylénoxidov s 2 a/alebo 3 atómami uhlíka s vodou a/alebo organickou kyslíkatou látkou s 2 až 20 atómami uhlíka s najmenej jedným aktívnym vodíkom, ktorých priemerná molekulová hmotnosť je 250 až 6 000, s výhodou 300 až 1 500 alebo v prostredí glycerolu.

2. Spôsob prípravy podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že reakčná násada obsahuje 10 až 90 %, s výhodou 40 až 60 % hmot. riedidla.

3. Spôsob prípravy podľa bodu 1 a 2, vyznačujúci sa tým, že riedidlo obsahuje stopy až 50 %, s výhodou 5 až 25 % hmot. vody.

4. Spôsob prípravy podľa bodov 1 až 3, vyznačujúci sa tým, že sa ako riedidlo použije polyetylén glykol s priemernou molekulovou hmotnosťou 300.