

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

59020

3965, 5/22
C08g.5/22

Kl. ~~29.1.1.02~~

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.VI.1966 (P 115 281)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.I.1970

C08g 5/22
MKP ~~C 08 g~~

UKD

Twórca wynalazku: doc. dr inż. Ryszard Tadeusz Sikorski

Właściciel patentu: Politechnika Wrocławska (Instytut Technologii Organicznej i Tworzyw Sztucznych), Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania żywic z estru glicydowego chlorowanej kalafonii

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania żywic z estru glicydowego chlorowanej kalafonii, które są polimerami dotychczas nieznanymi.

Ester glicydowy chlorowanej kalafonii może być używany bezpośrednio do przetworzenia na określone wyroby. Związek taki dzięki występowaniu w nim atomów chloru i układu epoksydowego tworzy wyroby odznaczające się działaniem stabilizującym, niepalnością oraz dobrą odpornością na działanie niektórych czynników agresywnych. Jednakże wyroby takie nie są przestrzennie usieciowane i z tego powodu posiadają szereg wad, jak głównie nieodporność na działanie szeregu rozpuszczalników organicznych. Również z racji stosunkowo niezbyt dużego ciężaru cząsteczkowego, tworzywo to posiada gorsze właściwości mechaniczne od podobnych polimerów o rozbudowanej drobnie.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania żywic z estru glicydowego chlorowanej kalafonii, nie posiadających wyżej wymienionych wad.

Cel ten został osiągnięty przez przeprowadzenie w temperaturze 40—90°C korzystnie 60°C, w czasie 0,5 do 6 godzin reakcji między estrem glicydowym chlorowanej kalafonii a żywicami aldehydowymi, takimi jak melaminowo-formaldehadowa eteryfikowana butanolem lub fenolowo-formaldehadowa modyfikowana alkoholem butylowym i olejem tungowym, aż do uzyskania jednorodnego produktu. W wyniku takiej reakcji następuje przyłą-

2

czenie estru glicydowego przez grupę epoksydową do żywicy aldehydowej. W pierwszym stadium tworzy się rozpuszczalna i topliwa żywica. Żywica taka przy dłuższym przechowywaniu lub w podwyższonej temperaturze ulega dalszym reakcjom, zwłaszcza poprzez grupy hydroksylowe estru glicydowego chlorowanej kalafonii oraz hydroksymetylenowe żywicy aldehydowej. Powstaje wtedy żywica przestrzennie usieciowana. Jest ona nierozpuszczalna, nietopliwa, niepalna i odporna na szereg czynników chemicznych i atmosferycznych, z tropikalnymi włącznie.

Stosunki ilościowe substratów mogą być różne i wpływają na własności otrzymanych żywic. Żywica otrzymana w drodze reakcji 1 części wagowej żywicy fenolowej modyfikowanej butanolem i olejem tungowym i 2 części wagowych estru glicydowego chlorowanej kalafonii jest samogasnąca i posiada korzystne własności mechaniczne jak duża twardość, dostateczna elastyczność i przyczepność.

Przy użyciu do reakcji większych ilości żywicy fenolowej modyfikowanej butanolem i olejem tungowym, część żywicy fenolowej pozostaje nieprzereagowana i łączy się z estrem glicydowym chlorowanej kalafonii dopiero po usieciowaniu za pośrednictwem uprzednio przereagowanych łańcuchów. Tego typu żywice mają własności bardziej zbliżone do modyfikowanych żywic fenolowych, ale są bardziej od nich odporne termicznie i chemicznie.

W przypadku reakcji żywicy melaminowo-for-

maldenydowej z estrem glicydowym chlorowanej kalafonii najbardziej typową jest żywica otrzymana w równowagowych stosunkach składników. Zwiększanie ilości estru glicydowego chlorowanej kalafonii zwiększa niepalność oraz odporność żywicy na czynniki chemiczne, ale zmniejsza elastyczność, tak że przy 2,5-krotnym stosunku estru do żywicy melaminowej produkt wymaga użycia plastifikatorów. Natomiast przy użyciu nadmiaru żywicy melaminowej wpływ estru glicydowego na własności produktu końcowego jest coraz mniejszy i poniżej 5 procent wagowych jest prawie niedostrzegalny. Jednakże żywica taka tworzy powłoki o lepszej odporności na wodę niż bez dodatku chlorowanego estru.

Sposób według wynalazku polega na ogrzewaniu składników w temperaturze nie przekraczającej 90°C i w czasie 0,5–6 godzin, tak aby uniknąć przedwczesnego żelowania żywicy przed uformowaniem. Otrzymane sposobem według wynalazku żywice nadają się do wytwarzania wyrobów konstrukcyjnych, warsztatowych, klejów i powłok o cennych własnościach.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładach wykonania.

Przykład I. 100 części wagowych estru glicydowego chlorowanej kalafonii ogrzewa się do temperatury 50°C i dodaje 100 części wagowych żywicy melaminowo-formaldehidowej eteryfikowanej butanolem. Mieszaninę ogrzewa się w tej temperaturze przez pół godziny, intensywnie mieszając aż do uzyskania jednorodnego prekondensatu. Otrzymany prekondensat po ostudzeniu nadaje się do stosowania w charakterze tworzywa konstrukcyjnego, zwłaszcza do laminatów lub po rozcieńczeniu ksylenem w charakterze tworzyw powłokowych, klejowych lub impregnacyjnych. Otrzymany produkt jest masą o temperaturze mięknięcia 30–40°C, rozpuszcza się w licznych rozpuszczalnikach organicznych, w tym w ksylenie i cykloheksanonie.

Liczba kwasowa żywicy nie przekracza kilku jednostek. W temperaturze powyżej 80°C stopniowo przekształca się w żywicę nierozpuszczalną i nie-topliwą. Powłoki mają twardość 0,85 względem szkła, odporność na uderzenie według Du Ponta 50 cm i elastyczność w skali WZKa 3 mm.

Przykład II. 100 części wagowych estru glicydowego chlorowanej kalafonii oraz 120 części wagowych 50-procentowego roztworu w ksylenie żywicy fenolowo-formaldehidowej, modyfikowanej olejem tungowym i butanolem, ogrzewa się w temperaturze 65°C przez 4 godziny w kolbie o pojemności 750 ml na łaźni olejowej pod chłodnicą zwrotną. Zawartość kolby intensywnie miesza się. Po uzyskaniu przejrzystego produktu, pod zmniejszonym do około 200 mm Hg ciśnieniem oddestylowuje się taką część lotnych składników, aby uzyskać przejrzysty destylat, co świadczy o odwodnieniu roztworu żywicy.

Otrzymany produkt jest lepłą cieczą stanowiącą około 70 procentowy roztwór w ksylenie. Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się żywicę o dużej lepkości, której cienkie powłoki wysychają na powietrzu. W temperaturze powyżej 120°C żywica ta tworzy powłoki o twardości 0,65 względem szkła, odporności na uderzenie według Du Ponta 50 cm i wytrzymuje zgięcie na sworzniu o średnicy 1 mm.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania żywic z estru glicydowego chlorowanej kalafonii, **znamienny tym**, że ester glicydowy chlorowanej kalafonii poddaje się reakcji w temperaturze 40–90°C, korzystnie 60°C, przez 0,5–6 godzin z żywicą aldehydową, jak melaminowo-formaldehidową eteryfikowaną butanolem lub fenolowo-formaldehidową modyfikowaną alkoholem butylowym i olejem tungowym, aż do uzyskania jednorodnego i przejrzystego produktu.