

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y PATENTU TYMCZASOWEGO

72447

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 39b⁵, 22/04

Zgłoszono: 08.07.1971 (P. 149321)

Pierwszeństwo: _____

MKP C08g 22/04

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 25.11.1974

Twórcy wynalazku: Zbigniew K. Brzozowski, Ewa Kicko, Bogdan Pietrzak
Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Warszawska, Warszawa
(Polska)

Sposób wytwarzania samogasnących poliuretanów

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania samogasnących poliuretanów o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 oznacza aryl lub alkiloaryl lub alkil, R_2 oznacza alkilen a X oznacza atom wodoru lub atom chlorowca lub aryl lub alkil lub cykloheksyl lub grupę nitrową lub sulfonową lub hydroksylową.

Poliuretany znajdują szerokie zastosowanie w technologii wytwarzania lakierów, klejów, tworzyw piankowych itp.

Dotychczas stosowane sposoby otrzymywania poliuretanów polegają na reakcji poliestrów, polieterów lub eterów np. dianu z izocyjanianami dwu- lub trójfunkcyjnymi.

Jednakże poliuretany takie posiadają własności palenia się w przypadku bezpośredniego działania ognia. Celem zapobieżenia temu do poliuretanów dodaje się substancje organiczne lub nieorganiczne, zawierające chlorowec lub związki fosforu lub związki antymonu. Dodatki te, jakkolwiek zapewniają trudnopalność to jednak wywołują cały szereg niekorzystnych zmian w cechach użytkowych, jak np. kruchość, zmniejszona wytrzymałość mechaniczna, dielektryczna itp.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania poliuretanów o wysokiej zdolności do gaśnięcia płomienia po usunięciu źródła ognia z jednoczesnym zachowaniem wszystkich korzystnych cech użytkowych.

W wyniku wielokrotnych prób stwierdzono, że cel ten może osiągnąć działając na dwu- lub trójfunkcyjne izocyjaniany eterami chlorobisfenoli o wzorze ogólnym 2, w którym R_2 oznacza alkilen a x oznacza atom wodoru lub atom chlorowca lub aryl lub alkil lub cykloheksyl lub grupę nitrową lub grupę sulfonową lub grupę hydroksylową. Reakcja ta zachodzi w temperaturze 0 – 120°C w bezwodnym środowisku organicznego rozpuszczalnika, korzystnie w atmosferze azotu wobec etylenodwuetanoloaminy lub dwuazabicyklooktanu jako katalizatora. Stwierdzono również, że dodatek związków antymonu lub fosforu, w postaci tlenków lub związków organicznych zwiększa efekt samogaśnięcia. Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony na przykładach wykonania.

P r z y k ł a d I. 22,5 g eteru 2,2bis(p-hydroksyfenyla)/1,1 dwuchloroetyleny i tlenku propylenu rozpuszcza się w 40 ml wysuszonego octanu etylu. Dalsze operacje prowadzi się w atmosferze azotu. Przy ciągłym mieszaniu roztworu i po ogrzaniu do temperatury 82°C dodaje się kroplę etylenodwuetanoloaminy, po czym wkrapla się w ciągu 5 minut 10,22 g 2,4-toluilenodwuizocyjanianu rozpuszczonego w 10 ml suchego octanu

etylu. Reakcję prowadzi się w tych warunkach w ciągu 4 godzin.

Uzyskuje się 65,1 g poliuretanu w postaci jasnożółtego, klejowatego produktu, co stanowi 71% wydajności teoretycznej.

P r z y k ł a d II. 22,5 g eteru 2,2bis/p-hydroksyfenylo/1,1 dwuchloroetyleny i tlenku propylenu rozpuszcza się w 40 ml suchego octanu etylu, w atmosferze azotu. Przy ciągłym mieszaniu roztworu i po ogrzaniu do temperatury 82°C dodaje się 0,05 g dwuazabicyklooctanu, po czym wkrapla się w ciągu 30 minut 10,22 g 2,4-toluilenodwuzocyjanianu rozpuszczonego w 10 ml suchego octanu etylu. Obserwuje się wzrost temperatury o 10–12°C. W tych warunkach reakcję prowadzi się w ciągu 3 godzin. Po czym dodaje się 1 kroplę etylenodwuetanoloaminy, a reakcję prowadzi się jeszcze 15 minut. Otrzymuje się 76 g poliuretanu w postaci jasnożółtego syropu co stanowi 78% wydajności.

P r z y k ł a d III. 22,5 g eteru 2,2bis/p-hydroksyfenylo/1,1 dwuchloroetyleny i tlenku propylenu rozpuszcza się w 40 ml suchego octanu etylu, w atmosferze azotu. Przy ciągłym mieszaniu i po ogrzaniu do temperatury 82°C dodaje się 0,05 g dwuazabicyklooctanu i 0,5 g Sb₂O₃, następnie wkrapla się w ciągu 30 minut 5,01 g 2,4-toluilenodwuzocyjanianu rozpuszczonego w 10 ml suchego octanu etylu. Reakcję prowadzi się w tych warunkach przez 2 godziny, po czym wkrapla się w ciągu 45 minut 6,12 g Izocynu T-100. Uzyskuje się 82 g poliuretanu, co stanowi 79,5% wydajności.

Ciężar cząsteczkowy uzyskanego sposobem według wynalazku poliuretanu wynosi ok oło 3000. Tworzywo wykazuje doskonałą adhezję do podłoża. Własności samogaśnięcia otrzymanego w przykładach I–IV polimeru stwierdzono na podstawie eksperymentu polegającego na włożeniu uzyskanych próbek do płomienia palnika Bunsena i po usunięciu płomienia stwierdzono gaśnięcie próbek po 1–3 sekundach.

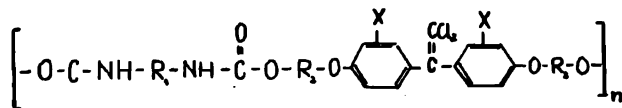
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania samogasnących poliuretanów o wzorze ogólnym 1, w którym R₁ oznacza aryl lub alkiloaryl lub alkil, R₂ oznacza alkilen a x oznacza atom wodoru lub atom chlorowca lub aryl lub alkil lub cykloheksyl lub grupę nitrową lub sulfonową lub hydroksylową, znamienny tym, że etery chlorobisfenoli o wzorze ogólnym 2, w którym R₂ i X posiadają wyżej podane znaczenia, poddaje się poliaddycji z dwu- lub trójfunkcyjnymi izocyjanianami.

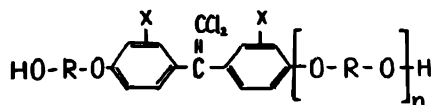
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że proces prowadzi się w atmosferze azotu w środowisku bezwodnym rozpuszczalnika organicznego.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że proces prowadzi się wobec etylenodwuetanoloaminy lub dwuazabicyklooctanu jako katalizatora.

4. Sposób według zastrz. 1–3, znamienny tym, że do środowiska reakcji wprowadza się związki antymonu lub fosforu jako czynniki zwiększające efekt samogaśnięcia.



wzór 1



wzór 2