



POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11) **231 557**
B1

(61)

- (23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 09 11 79
(21) PV 7679-79
(89) WP 140 355, DD
(32)(31)(33) 13 12 78 (WP C 08 G/209 702), DD

(51) Int. Cl.³
C 08 G 59/02

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

- (40) Zveřejněno 16 04 84
(45) Vydáno 05 06 85

(75)
Autor vynálezu

BÜHM WOLFGANG dipl.ing., DIETRICH KLAUS dipl.ing.,
ELSSNER DIETMAR dipl.ing., FRANKE PETER dipl.ing.,
HECKER HERBERT, KANNE LOTHAR dipl.ing.,
MAY GOTTHOLD dipl.ing., MÜLLER MARTIN, MUTZKE MANFRED dipl.ing., HALLE-NEUSTADT,
SEIDEL GÜNTER, BAD DÜRENBERG, SENZE BERNHARD dr., MERSEBURG, (DD)

(54)

Kontinuální způsob rozdělování směsi epoxidové pryskyřice
a rozpouštědla

Vynález se týká kontinuálního způsobu rozdělování směsi rozpouštědel a epoxidové pryskyřice, které vznikají při reakci epichlorhydrinu a dioxydiarylaalkanů jako je bis-fenol-A a při jímání reakčního produktu v organickém rozpouštědle a kde má epoxidová pryskyřice - podle středního stupně polykondenzace - určitou ekvivalentní epoxidovou hmotnost, na několik frakcí s rozdílnými ekvivalentními epoxidovými hmotnostmi a proto i různými vlastnostmi pro průmyslové využití.

Směs rozpouštědla a epoxidové pryskyřice se proto kontinuálně uvádí do separátoru, ve kterém se dělí na dvě fáze, ve kterých má přítomné epoxidová pryskyřice různou ekvivalentní epoxidovou hmotnost. Rozpouštědlo tvoří toluen, xylen nebo směs těchto látek. V obou frakcích získané směsi rozpouštědel a epoxidové pryskyřice je možno zpracovávat známým způsobem.

Tyto fáze je možno dále dělit, jestliže se opakuje popsáný způsob rozdělování a mění se vnější podmínky.

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY				013708	C1
PV					
PRIL	UTVAR	REF	VYRIŽ	26. III. 82	DOŠLO

Название изобретения

Непрерывный метод разделения смесей растворителей
эпоксидных смол

Область применения изобретения

Изобретение касается непрерывного метода разделения смесей растворителей эпоксидных смол, возникающий при превращении эпихлоргидрина и диоксидиарилалканов, как бисфенол А, и при поглощении реакционного продукта органическим растворителем, в несколько фракций с различными эквивалентными весами эпоксида, обладающих различными свойствами промышленного применения. Под эквивалентным весом эпоксида понимается количество эпоксидной смолы в граммах, в котором содержится 1 моль эпоксидного кислорода.

Характеристика известных технических решений

При получении эпоксидных смол из эпихлоргидрина и диоксидиарилалканов, как бисфенола А, образуются смолы, молекулы которых имеют разобщенные степени поликонденсации. Каждому распределению степени поликонденсации соответ-

существует определённый средний эквивалентный вес эпоксиды, величина которого имеет значение для применимости эпоксидной смолы в соответственной области. Для каждой цели применения существует область, в которой должен находиться эквивалентный вес эпоксиды применяемой эпоксидной смолы с тем, чтобы положительные свойства продукта при переработке и применении могут полностью действовать. Желаемой средней степени поликонденсации, и результируя, эквивалентного веса эпоксиды можно достигать выбором подходящих реакционных условий, прежде всего сохранением данного соотношения между количеством применяемого эпихлоргидрина и применяемого бисфенола—А.

(Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, Bd. 8, München-Berlin, 1957, S.431).

С другой стороны является возможным, различные типы эпоксидной смолы получить на той же установке во временной последовательности. Если в этом случае получение эпоксидной смолы осуществляют непрерывным путем, тогда во время перестановки установки с одного типа на другой тип эпоксидной смолы, получают потери времени, одновременно получают недоброкачественные продукты, переработка которых предоставляет трудности.

Известными методами можно на одной установке одновременно получить только один тип эпоксидной смолы одинакового эквивалентного веса эпоксиды. Потребители требуют в зависимости от соответственной цели применения различных типов эпоксидной смолы, различающих в особенности относительно эквивалентного веса эпоксиды. Из этого результирует, что при работе по обычному методу получение осуществляют или на одной установке с временной последовательностью или одновременно — в зависимости от количеств типов — на несколько параллельно работающих установках.

Если применяют непрерывный метод синтеза, тогда получают

при производстве различных типов во временной последовательности во время фазы перестановки на другой тип недоброкачественные смешанные продукты, переработка которых представляет трудности.

Производство на несколько параллельно работающих установок однако требует инсталляции несколько производственных линий и это связано с недостатками как повышением капиталовложений, потребности в площади и обслуживающего персонала.

Цель изобретения

Целью изобретения является одновременное получение несколько типов эпоксидной смолы на одной установке и этим снижение капиталовложений, количества обслуживающего персонала и потребности в площади, а также исключение выхода нежелательных смешанных продуктов.

Изложение сущности изобретения

В основу изобретения положено задание, разработать эффективный метод разделения смесей растворителей эпоксидной смолы в несколько фракций, компоненты эпоксидных смол которых обладают различными эквивалентными весами эпоксида, вследствие чего является возможным одновременное получение несколько типов эпоксидных смол с различными свойствами промышленного применения на одной установке.

Это задание решается тем, что согласно предложенному изобретению смесь растворителей эпоксидной смолы, получаемой при синтезе и в которой концентрация компонента эпоксидной смолы составляет 5 до 60%-масс., преимущественно 20 до 45%-масс., и что обладает эквивалентным весом от 200 до 3000, преимущественно 350 до 1000, с температурой 0 до 60 °C, преимущественно 18 до 45 °C, непрерывным образом на-

правляют в сепаратор. В сепараторе ее подвергают центробежному ускорению 2000 до 15 000 г, преимущественно 3000 до 7000 г, и в течение 2 до 40 секунд, преимущественно 20 до 35 секунд, разделяют в 2 фазы.

Фаза I представляет собой эпоксидная смола высшей степени поликонденсации; ее концентрация эпоксидной смолы составляет 20 до 70%-масс. Фаза 2 представляет собой эпоксидная смола низшей степени поликонденсации, ее концентрация эпоксидной смолы составляет 5 до 40%-масс.

Получаемые в обеих фазах смеси растворителей эпоксидной смолы можно перерабатывать известным образом. Фазы можно однако дальше разделить, в то время как описанный здесь процесс разделения несколько раз повторяют, причем получают несколько фракций, различающихся эквивалентным весом эпоксида. При этом можно применять тот же самый растворитель или другой из названных растворителей или смесь тех же самых и изменить температуру и концентрацию эпоксидной смолы в границах настоящего описания.

В качестве растворителя преимущественно применяют толуол, ксилол или смеси этих веществ.

Примеры исполнения

Пример I:

100 объ.част/ч раствора эпоксидная смола-толуол, в котором содержание компонентов эпоксидной смолы составляет 30%-масс. и обладающего эквивалентным весом эпоксида 442, при температуре 24 °C непрерывно впрыскивают в сепаратор, работающий с центробежной скоростью 6000 г. После времени пребывания 20 сек. получают 2 фазы, обозначаемых как следует:

	Фаза I	Фаза 2
Эквивалентный вес эпоксида (г/грамм-эквивалент)	577	361

Объ. част. применяемой эпоксидной смолы (%-масс.)	49,0	51,0
Концентрация эпоксидной смолы (%-масс.)	57,2	20,7

Пример 2

100 объ. част./ч раствора эпоксидная смола-толуол, в котором содержание компонентов эпоксидной смолы составляет 20%-масс. и обладающего эквивалентным весом эпоксиды 450, при температуре 18 °С обрабатывают описанным в примере I образом. Вследствие разделения получают 2 фазы, обозначаемых как следует:

	Фаза I	Фаза 2
Эквивалентный вес эпоксиды (г/грамм-эквивалент)	702	336
Объем. часть применяемой эпок- сидной смолы (%-масс.)	48,6	51,4
Концентрация эпоксидной смолы (%-масс.)	63,0	12,1

Пример 3:

100 объ. част./ч раствора эпоксидная смола-толуол, в котором содержание компонентов эпоксидной смолы составляет 35%-масс. и обладающего эквивалентным весом эпоксиды 441, при температуре 30 °С обрабатывают описанным в примере I образом. Вследствие разделения получают 2 фазы, обозначаемых как следует:

	Фаза I	Фаза 2
Эквивалентный вес эпоксиды (г/грамм-эквивалент)	550	376
Объ. часть применяемой эпок- сидной смолы (%-масс.)	46,6	53,4

Концентрация эпоксидной смолы (%-масс.)	54,8	27,9
---	------	------

Пример 4:

100 объ.част./ч раствора эпоксидная смола-ксилол, в котором содержание компонентов эпоксидной смолы составляет 30%-масс., и обладающего эквивалентным весом эпоксида 457, при температуре 45 °С обрабатывают описанным в примере I образом.

Вследствие разделения получают 2 фазы, обозначаемых как следует:

	Фаза I	Фаза 2
Эквивалентный вес эпоксида (г/грамм-эквивалент)	613	347
Объем.часть применяемой эпоксидной смолы (%-масс.)	55,5	44,5
Концентрация эпоксидной смолы (%-масс.)	62,8	21,0

Формула изобретения

- I. Непрерывный метод разделения смесей растворителей эпоксидной смолы, отличающийся тем, что смесь растворителей эпоксидной смолы, компонент эпоксидной смолы которой обладает эквивалентным весом эпоксида 200 до 3000, преимущественно 350 до 1000, с температурой 0 до 60 °С, преимущественно 18 до 45 °С, и с концентрацией 5 до 60%-масс., преимущественно 20 до 45%-масс., непрерывным образом направляют через сепаратор и в нем с помощью центробежного ускорения 2000 до 15 000 г, преимущественно 3000 до 7000 г, в течение 2 до 40 сек., преимущественно 20 до 35 сек., разделяют в фазу I, состоящая из эпоксидной смолы высшей степени поликонденсации и высшего эквивалентного веса эпоксида чем исходный раствор и из растворителя, причем концентрация эпоксидной смолы составляет 20 до 70 %-масс., и в фазу 2, являющая на не менее 0,005 г/мл удельно легче, состоящая из эпоксидной смолы низшей степени поликонденсации и эквивалентного веса эпоксида чем исходный раствор и из растворителя, причем концентрация эпоксидной смолы составляет 5 до 40%-масс.
2. Способ по пункту I, отличающийся тем, что получаемые в обеих фазах фракции при изменении температуры, растворителя и/или добавленного количества растворителя одинаковым образом несколько раз разделяют дальше.
3. Способ по пунктам I и 2, отличающийся тем, что в качестве растворителя применяют толуол, ксилол или смеси из этих веществ.

Аннотация

Изобретение касается непрерывного метода разделения смесей растворителей эпоксидной смолы, образующихся при превращении эпихлоргидрина и диоксидиарилалканов, как бис-Фенола-А, и при поглощении реакционного продукта в органическом растворителе и компонент эпоксидной смолы который - в зависимости от средней степени поликонденсации молекул - обладает определенным эквивалентным весом эпоксида, в несколько фракций с различными эквивалентными весами эпоксидов, обладающими этими различными свойствами промышленного применения.

С целью этого направляют смесь растворителей эпоксидной смолы, в которой растворитель состоит из толуола, ксилола или смеси из этих веществ, непрерывным образом через сепаратор и разделяют в нем в 2 фазы, компоненты эпоксидных смол которых обладают различными эквивалентными весами эпоксида. Полученные в обеих фазах смеси растворителей эпоксидной смолы можно перерабатывать известным образом.

Эти фазы можно дальше разделить, в то время как описанный здесь процесс разделения повторяют при изменении внешних условий.

Předmět vynálezu

1. Kontinuální způsob rozdělování směsi epoxidové pryskyřice a rozpouštědla, vyznačující se tím, že se směs epoxidové pryskyřice a rozpouštědla, ve které má epoxidová pryskyřice ekvivalentní epoxidovou hmotnost 200 až 3000, výhodně 350 až 1000, kontinuálně uvádí při teplotě 0 až 60°C, s výhodou 18 až 45 °C, a koncentraci 5 až 60 % hmotnostních, výhodně 20 až 45 % hmotnostních, do separátoru, ve kterém při odstředivém zrychlení 2000 až 15000 g, výhodně 3000 až 7000 g, kde g znamená gravitační zrychlení za dobu 2 až 40 sekund, výhodně 20 až 35 sekund, rozdělí jednak na fázi, která je složena z epoxidové pryskyřice s vyšším stupněm polykondenzace a vyšší epoxidovou ekvivalentní hmotností, než pryskyřice v původním roztoku, a z rozpouštědla přičemž koncentrace epoxidové pryskyřice v této fázi činí 20 až 70 % hmotnostních, a jednak na fázi, jejíž hustota je nejméně o 0,005 g/ml nižší, a která je tvořena epoxidovou pryskyřicí o nižším stupni polykondenzace a má nižší ekvivalentní hmotnost, než epoxidová pryskyřice v původním roztoku a z rozpouštědla, přičemž koncentrace epoxidové pryskyřice v této fázi činí 5 až 40 % hmotnostních.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se frakce získané v obou fázích opakovaně zpracovávají při změněné teplotě, změněném rozpouštědle a/nebo změně množství přidávaného rozpouštědla, stejným způsobem.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se jako rozpouštědla používá toluen, xylen nebo směsi těchto rozpouštědel.

Uznáno vynálezem na základě výsledků expertizy, provedené Úřadem pro vynálezeectví a patentnictví, Berlín, DD