



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 24.11.1969 (P. 137 069)

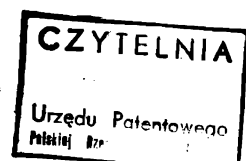
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.1974

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1975

Kl. 39b⁵, 45/00

MKP C08g 45/00



Twórcy wynalazku: Zbigniew K. Brzozowski, Ryszard Cacha, Janusz
Bołtrukiewicz, Andrzej Grzebalski, Stefan Kawiecki

Uprawniony z patentu: Spółdzielnia Pracy Chemików, Gdańsk (Polska)
Politechnika Warszawska, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania kompozycji epoksynowolakowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kompozycji epoksynowolakowych, stosowanych jako tworzywa powłokowe, laminatowe itp., oraz po dodaniu do nich substancji wypełniających, jako kity lub lepiszcza.

Żywice epoksynowolakowe dotychczas wytwarza się na drodze epoksydowania żywicy nowolakowej o wysokim stopniu kondensacji działając epichlorohydryną w środowisku alkalicznym. Nowolak taki otrzymuje się przez kondensację np. fenolu z formaldehydem w obecności silnie kwaśnych katalizatorów, lub też kwasu szczawowego, co znane jest z angielskiego opisu patentowego nr 768125. Kondensację fenolu z formaliną prowadzi się w znanych sposobach dwuetapowo, przy czym w pierwszym etapie uzyskuje się mieszaninę złożoną z niskoskondensowanej żywicy nowolakowej, nieprzereagowanych produktów wyjściowych oraz wody, zaś w drugim etapie wodę usuwa się przez destylację i przeprowadza się kondensację ponowną, w wyniku której dopiero powstaje wysokoskondensowana żywica nowolakowa, jaką epoksyduje się w dalszej kolejności w odrębnym procesie technologicznym.

Sposób ten jest niedogodny, gdyż cały proces musi być prowadzony w kolejnych, osobnych operacjach a otrzymana żywica epoksynowolakowa wykazuje bardzo wysoką lepkość, co praktycznie uniemożliwia korzystanie z niej przy wytwarza-

2

niu powłok i wyrobów konstrukcyjnych przy utwardzaniu na zimno.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania kompozycji epoksynowolakowych o niskiej lepkości, zdolnej do utwardzania na zimno, przy czym sposób ten byłby nieskomplikowany technologicznie.

W wyniku wielokrotnych prób i badań okazało się, że cel ten łatwo można osiągnąć na drodze jednoetapowej kondensacji fenolu lub jego alkiłowej pochodnej z formaldehydem w obecności słabo kwaśnego katalizatora, bez usuwania wody ze środowiska reakcji, przy czym na uzyskaną w ten sposób surową mieszaninę działa się od razu w tym samym reaktorze epichlorohydryną w stosunku 1,2—8 moli na 1 mol grup wodorotlenowych zawartych łącznie w żywicy nowolakowej i nieprzereagowanym fenolu w obecności wodorotlenku sodu lub wodorotlenku potasu.

Mieszanina, na którą dalej działa się epichlorohydryną, składa się z niskoskondensowanej żywicy nowolakowej, nie przereagowanego fenolu lub alkiłofenolu w ilości 10—20%, nie przereagowanego formaldehydu oraz wody. Po zakończeniu reakcji epoksydowania nadmiar użytej epichlorohydryny i nieprzereagowane produkty reakcji epoksydowania usuwa się na drodze destylacji próżniowej.

W sposobie według wynalazku jako alkiłowe pochodne fenolu stosuje się krezol, ksylenol, izo-

butylofenol, izooktynofenol itp. Jako słabokwaśne katalizatory kondensacji fenolu z formaliną stosuje się słabo dysocjujące kwasy, zarówno mineralne jak i organiczne, jak np. kwas fosforowy, kwas mlekowy itp.

Otrzymana sposobem według wynalazku kompozycja epoksynowolakowa posiada lepkość 2000—8000 cP, łatwo utwardza się na zimno a proces jej wytwarzania odznacza się prostotą technologiczną.

Po zmieszaniu tej kompozycji wypełniaczami mineralnymi i/lub metalicznymi i/lub organicznymi, jak np. mączka kwarcytowa, krzemionka koloidalna, sproszkowany glin itp., w ilości do 200% wagowych w stosunku do kompozycji epoksynowolakowej, uzyskuje się kity i lepiszcza. Powłoki, laminaty, kity i inne materiały wytworzone z kompozycji epoksynowolakowej według wynalazku są wysoce odporne na działanie czynników korozyjnych a także wykazują dobre własności mechaniczne i dużą odporność na ścieranie.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony na przykładzie wykonania.

Przykład. Do naczynia zaopatrzonego w mieszadło, chłodnicę zwrotną i termometr, wprowadza się 1880 g fenolu, 1460 ml 33% wodnego roztworu formaldehydu oraz 1 g kwasu mlekowego. Tę mieszaninę ogrzewa się w ciągu 2 godzin w temperaturze wrzenia ciągle mieszając. Otrzymany surowy produkt w ilości 1000 g zadaje się 1160 g epichlorohydryny i ogrzewa do temperatury 75°C. Następnie, cały czas mieszając, wkrapla się w ciągu dwóch godzin wodny roztwór wodorotlenku sodu, sporządzony z 306 g NaOH i 16000 ml wody, utrzymując temperaturę 75°C.

Po zakończeniu wkraplania, mieszaninę utrzymuje się w tej samej temperaturze przez 0,5 godziny, po czym pozostawia się ją do ochłodzenia. Warstwę wodną oraz powstały chlorek sodu oddziela się a pozostały nadmiar epichlorohydryny oddestylowuje się pod próżnią. Wytworzona kompozycja epoksynowolakowa posiada lepkość 6200 cP a utwardzona przy użyciu poliaminoamidu stanowi masę powłokową, gotową do bezpośredniego użycia.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kompozycji epoksynowolakowych na drodze epoksydowania epichlorohydryną produktu otrzymanego z reakcji fenolu lub jego alkilowej pochodnej z formaldehydem w obecności słabokwaśnego katalizatora, **znamienny tym**, że na mieszaninę złożoną z niskoskondensowanej żywicy nowolakowej, nieprzereagowanego fenolu lub alkilofenolu, nieprzereagowanego formaldehydu i wody, działa się epichlorohydryną w ilości 1,2—8 moli na mol grup wodorotlenowych zawartych łącznie w żywicy nowolakowej i fenolu, w środowisku alkalicznym, a dalej po oddestylowaniu nadmiaru epichlorohydryny i nieprzereagowanych produktów reakcji epoksydowania, utwardza się znanymi utwardzaczami i ewentualnie miesza się z mineralnymi i/lub metalicznymi i/lub organicznymi wypełniaczami w ilości do 200% wagowych.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces epoksydowania prowadzi się korzystnie wobec wodorotlenku sodu lub wodorotlenku potasu.

