

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56079

Patent dodatkowy
do patentu 47344

Zgłoszono: 10.VIII.1965 (P 103 305)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.X.1968

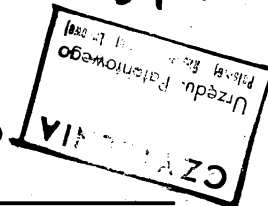
Kl. 39 ~~39~~

MKP C 08 g

UKD

65, 30/04

30/04



Współtwórcy wynalazku: dr inż. Zbigniew Kazimierz Brzozowski, doc.
dr Stanisław Porejko

Właściciel patentu: Politechnika Warszawska (Katedra Tworzyw Sztucz-
nych), Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania niskolepkich, samogasnących żywic epoksydowych

1

Przedmiotem patentu nr 47344 jest sposób wytwarzania samogasnących żywic epoksydowych przez reakcję α -epichlorohydryny gliceryny z chlorobisfenolami. Jako chlorobisfenole stosuje się produkty kondensacji fenolu lub jego pochodnych z aldehydami chlorooctowymi lub ich wodzianami albo ich acetalami, ewentualnie chlorowane produkty kondensacji fenolu lub jego pochodne z aldehydami chlorooctowymi lub ich wodzianami albo ich acetalami. W sposobie patentu nr 47344 można stosować nieoczyszczone produkty kondensacji aldehydów chlorooctowych z fenolami lub ich pochodnymi. Największe znaczenie praktyczne dla otrzymywania samogasnących żywic epoksydowych mają według opisu patentowego nr 47344 produkty kondensacji fenolu z aldehydem tróchlorobisfenolu, uzyskuje się żywice o znacznie

niższej lepkości niż wynikało to z przykładów podanych w patencie nr 47344. Jeszcze silniejszy efekt uzyskuje się przez dodanie rozcieńczalników aktywnych i nieaktywnych jak eter butyloglicydowy, eter fenyłowo-glicydowy, styren, ksylen i inne.

2

Przykład I. Miesza się 1 mol 2,2-bis-/p-hydroksyfenolo-/1,1,1-tróchloroetanu i 10 moli epichlorohydryny. Do tak przygotowanej mieszaniny reakcyjnej wkrapla się przez okres dwóch godzin w temperaturze 65–75°C 33%-owy wodny roztwór NaOH w ilości 2,2 mola NaOH. Po zakończeniu wkrapiania odpędza się nadmiar epichlorohydryny. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewa się mieszając przez 2 godziny w temperaturze 70–80°C. Otrzymany w ten sposób produkt reakcji rozpuszcza się w benzenie i odmywa od nadmiaru NaCl.

Po oddestylowaniu benzenu pod próżnią otrzymuje się samogasnącą żywicę epoksydową o niskiej lepkości. Np. żywica otrzymywana w jednakowych warunkach temperatur i przy jednakowym nadmiarze ługu posiada lepkość w temperaturze 80°C rzędu 500–600 cP wobec 8000–10000 cP dla żywicy otrzymywanej według patentu nr 47344. Tak przyrządzoną żywicę rozcieńcza się przy użyciu aktywnych rozcieńczalników np. eteru butylowo-glicydowego. Spadek lepkości żywicy przy dodatku eteru butylowo-glicydowego ilustruje następująca tabelka:

Ilość eteru w %	Lepkość w cP (w 50°C)
0	129000
4	15900
8	3600
12	1830

Przykład II. Miesza się 1 mol 2,2-bis/4-hydroksy-3,5-dwuchlorofenylo/-1,1,1-trójkloroetanu i 8 moli epichlorohydryny. Do tak przygotowanej mieszaniny reakcyjnej wkrapla się przez okres 2 godzin w temperaturze 65—75°C 33%-owy wodny roztwór NaOH w ilości 2,2 mola NaOH. Po zakończonym wkraplaniu odpędza się nadmiar epichlorohydryny. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewa się mieszając przez 2 godziny w temperaturze 70—80°C. Otrzymany w ten sposób produkt reakcji rozpuszcza się w benzenie i odmywa od nadmiaru NaCl. Po odpędzeniu pod próżnią benzenu otrzymuje się samogasnącą żywicę epoksydową o niskiej lepkości. Tak przyrządzoną żywicę epoksydową rozcieńcza się przy użyciu aktywnych rozcieńczalników np. eteru butylowo-glicydowego.

Przykład III. Miesza się 0,5 mola 2,2-bis/p-hydroksyfenylo/-1,1,1-trójkloroetanu i 6 moli epichlorohydryny. Do tak przygotowanej mieszaniny reakcyjnej wkrapla się przez okres 2 godzin w temperaturze 65—75°C 33%-owy wodny roztwór NaOH w ilości 1,1 mola NaOH i następnie dodaje 0,5 mola bis/p-hydroksyfenylo/-propanu i wkrapla w temperaturze 65—75°C 33%-owy wodny roztwór NaOH w ilości 1,1 mola.

Po zakończonym wkraplaniu odpędza się nadmiar epichlorohydryny. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewa się mieszając przez 2 godziny w temperaturze 70—80°C. Otrzymany w ten sposób produkt reakcji rozpuszcza się w benzenie i odmywa od nadmiaru NaCl. Po odpędzeniu pod próżnią benzenu otrzymuje się samogasnącą żywicę epoksydową o niskiej lepkości. Tak przyrządzoną żywicę rozcieńcza się przy użyciu aktywnych rozcieńczalników np. eteru butylowo-glicydowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania samogasnących żywic epoksydowych według patentu nr 47344 przez reakcję α -epichlorohydryny z chlorobisfenolami, w którym jako chlorobisfenole stosuje się produkty kondensacji fenolu lub jego pochodnych z aldehydami chlorooctowymi, ich wodzianami lub acetalami, ewentualnie związki, które stanowią chlorowane produkty kondensacji fenolu lub jego pochodnych z aldehydami chlorooctowymi lub ich wodzianami albo ich acetalami, **znamienny tym**, że stosuje się w tej reakcji znaczny nadmiar α -epichlorohydryny w stosunku do chlorobisfenolu w ilości 4—14 moli epichlorohydryny na 1 mol chlorobisfenolu, a otrzymane w ten sposób żywice rozcieńcza się ewentualnie rozcieńczalnikami aktywnymi lub nieaktywnymi.