



Patent dodatkowy
do patentu _____

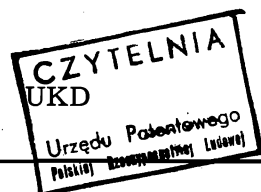
Zgłoszono: 09.I.1967 (P 118 372)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25.X.1968

Kl. 21 c, 2/14

MKP H 01 b 3/18



Twórca wynalazku: mgr inż. Józef Smoczyński

Właściciel patentu: Krakowska Fabryka Kabli, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania lakieru elektroizolacyjnego

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania lakieru elektroizolacyjnego z modyfikowanej żywicy poliestrowej.

Znane lakiery poliestrowe — produkty estryfikacji dwumetylotereftalanu i alkoholi wielowodorotlenowych charakteryzują się w zasadzie dobrą odpornością na długotrwałe starzenie, dobrymi własnościami chemicznymi, mechanicznymi i elektrycznymi, a jednocześnie wadą tych lakierów jest mała odporność na udar cieplny to znaczy na krótkotrwałe działanie wysokiej temperatury w stanie naprężeń powłoki lakierowej.

Wadę tę trudno jest usunąć. Przy modyfikacji lakierów poliestrowych takimi żywicami jak np. imidami, izocjanianami — obniża się istotną własność tych lakierów — odporność na długotrwałe starzenie. Próbowano również dla usunięcia tej wady prowadzić poliestryfikację mieszaną z udziałem związków aminowych np. ϵ -kaprolaktamem — otrzymano jednak lakiery bardzo reaktywne w zaniżonej odporności cieplnej, na przykład lakier według patentu Niemieckiej Republiki Demokratycznej nr 31574 kl. 21 h, 1/02. Inną wadą lakierów poliestrowych jest zatykanie komór pieców maszyn emalierskich. Przyczyna tego zjawiska tkwi w tym, że wolny nie związany dwumetylotereftalan w wysokiej temperaturze wypalania lakierów poliestrowych wynoszącej 300—450°C sublimuje i osadzając się w górnych zimniejszych częściach pieca, zatyka je.

2 Istotną sprawą dla jakości lakierów poliestrowych jest wzajemny stosunek dwumetylotereftalanu, glikoli i alkoholi trój- względnie więcej wodorotlenowych. Niewielkie zmiany składu powodują zasadniczą zmianę właściwości lakieru. Dalszym nie mniej ważnym czynnikiem jest sposób przeprowadzania samej estryfikacji i polikondensacji, to znaczy odpowiednie dobranie w poszczególnych fazach procesu: czasu, temperatury oraz ciśnienia. Na skutek tego, znane lakiery poliestrowe z dwumetylotereftalanu posiadają tak bardzo różne i daleko od siebie odbiegające własności odnośnie odporności na długotrwałe działanie podwyższonych temperatur, odporności chemicznej, termoplastyczności oraz własności mechanicznych i elektrycznych.

Celem wynalazku jest uzyskanie lakieru o bardzo dobrych własnościach mechanicznych, a w szczególności dużej elastyczności, dużej odporności chemicznej, dobrych własnościach elektrycznych a jednocześnie bardzo dobrej odporności cieplnej na długotrwałe starzenie oraz udar cieplny. Właściwości takie posiada lakier wytwarzany sposobem według wynalazku z dwumetylotereftalanu i alkoholi wielowodorotlenowych i z niewielkiej ilości poliamidu rozpuszczonego w mieszaninie krezoli.

Sposób wytwarzania lakieru polega na tym, że reakcji poddaje się 1 część wagową dwumetylotereftalanu z 0,6 do 1,0 części wagowej glikolu

etylenowego i z 0,1 do 0,3 częściami wagowymi gliceryny w obecności katalizatorów kwaśnych. Mieszaninę ogrzewa się pod ciśnieniem atmosferycznym w ciągu kilku godzin podnosząc stopniowo temperaturę od około 170°C do 220°C. Reakcję w temperaturze 220°C prowadzi się do czasu całkowitego sklarowania mieszaniny. Następnie proces kontynuuje się w ciągu 5—7 godzin w temperaturze 220°C—230°C, dodaje się 0,02 do 0,03 części wagowych polikaprolaktamu rozpuszczonego w 0,08 do 0,12 częściach wagowych krezolu i reakcję prowadzi się dalej pod zmniejszonym ciśnieniem 450—750 mm Hg w temperaturze 240°C aż do ponownego całkowitego sklarowania masy reakcyjnej. Następnie oddestylowuje się nieprereagowane składniki pod zmniejszonym ciśnieniem 450—750 mm Hg. Destylację prowadzi się do uzyskania lepkości żywicy wynoszącej 160—250 sekund według Forda mierzonej naczynkiem o średnicy wypływu 4 mm. Następnie żywicę rozpuszcza się w 1,6 częściach krezolu i 0,4 częściach wagowych ksylenu, sączy i odwirowuje.

Poliamid dodaje się w postaci roztworu w krezolu, co ułatwia szybkość i równomierność rozprowadzenia poliamidu w masie reakcyjnej posiadającej wysoką lepkość.

W lakierze według wynalazku nie ma wolnego dwumetylotereftalanu i dlatego lakier ten nie zatyka komór pieców emalierskich.

Przykład. Do mieszaniny 172 g glikolu etylenowego i 110 g gliceryny dodaje się 100 g dwumetylotereftalanu i całość ogrzewa się w obecności około 0,18 g kwasu solnego i około 0,18 g chlorku cynku w temperaturze około 170°C w ciągu 1 godziny. Następnie dodaje się w dwóch równych porcjach 114 g dwumetylotereftalanu po okresie 1 godziny każdą, utrzymując bez przerwy tą samą temperaturę masy reakcyjnej. Z kolei dodaje się 30 g gliceryny i stopniowo zwiększa temperaturę od około 170 do 220°C i ogrzewanie to kontynuuje się do momentu, kiedy pobrana próbka pozostaje klarowna. Po trwałym wyklarowaniu się mieszaniny reakcyjnej ogrzewa się ją w dalszym ciągu w temperaturze około 220 do 230°C pod ciśnieniem atmosferycznym w ciągu 5—7 godzin, dodaje się 5 g styłonu rozpuszczonego w 15 cm³ krezolu, a następnie ogrzewa pod zmniejszonym ciśnieniem 450—750 mm Hg, zwiększając temperaturę do około 240°C. Destylację prowadzi się do uzyskania żywicy o dużej lepkości wynoszącej 160—250 sekund według Forda mierzonej naczynkiem o średnicy wypływu 4 mm. Uzyskany produkt rozpuszcza się w mieszaninie krezolu i ksylenu we wzajemnym stosunku 4:1, sączy i odwirowuje.

Własności powłoki lakierowej z lakieru wykonanego według wynalazku na drucie miedzianym przedstawia poniższe zestawienie:

Średnica znamionowa drutu w mm	0,8	1,00
Grubość warstwy emalii w mm	0,105	0,06
Podatność do nawijania na średnicę rdzenia „d” wyrażona krotnością średnicy drutu		
a) bez starzenia	1 d	1 d
b) po starzeniu 1656 godzin w 180°C	3 d	3 d

e) przy udarze: 1 godzina 160°C po okresie 1656 godzin starzenia w 180°C	3 d	3 d
Odporność na ścieranie warstwy emalii wyrażona średnią liczbą podwójnych posuwów igły do przetarcia emalii wynosi powyżej 1000	300	
Odporność na działanie czynników chemicznych czyli tzw. twardość ołówkowa:		
a) przed zanurzeniem	3 H	3 H
b) po zanurzeniu w roztw. czalniku uniwersalnym (benzyna ekstrakcyjna 50%, ksylen 30%, butanol 10%) w czasie 30 minut w temperaturze 50°C	2 H	2 H
c) po zanurzeniu w oleju transformatorowym przez 6 godzin w temperaturze 110°C	3 H	3 H
d) napięcie przebicia warstwy emalii V/mm	15500	6000

Własności dielektryczne powłoki lakierowej z lakieru wykonanego według wynalazku usieciowanej na płycie aluminiowej wynoszą:

Grubość powłoki lakierowej	0,23 mm
Oporność właściwa skrośna w temperaturze 20°C	$4 \times 10^{15} \Omega / \text{cm}$
Przenikalność dielektryczna względna w temperaturze 20°C	2,93
Wytrzymałość dielektryczna	55600 V/mm

Z powyższych danych wynika, że lakier wykonany sposobem według wynalazku odznacza się zwiększoną odpornością na udar cieplny przy jednocześnie dobrych własnościach mechanicznych, chemicznych oraz elektrycznych i dużej odporności na długotrwałe starzenie. Lakier ten może być zastosowany do emaliowania drutów miedzianych i aluminiowych, jak również do innych celów.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania lakieru elektroizolacyjnego z dwumetylotereftalanu, alkoholi wielowodorotlenowych i środka modyfikującego przez polikondensację w temperaturze 170°C do 240°C w obecności katalizatorów kwaśnych, **znamienny tym**, że 1 część wagową dwumetylotereftalanu ogrzewa się podnosząc stopniowo temperaturę od około 170°C do 220°C, z 0,6 do 1,0 części wagowej glikolu etylenowego i z 0,1 do 0,3 częściami wagowymi gliceryny w obecności katalizatorów kwaśnych, przy czym proces prowadzi się do momentu sklarowania mieszaniny reakcyjnej, a następnie reakcję prowadzi się dalej w ciągu kilku godzin pod ciśnieniem atmosferycznym, podnosząc temperaturę od 220° do 230°C dodaje się 0,02 do 0,03 części wagowych polikaprolaktamu, rozpuszczonego w 0,08 do 0,12 częściach wagowych krezolu i mieszaninę dalej ogrzewa się pod zmniejszonym ciśnieniem 450—750 mm Hg, podnosząc temperaturę do 240°C a reakcję prowadzi się aż do powtórnego sklarowania mieszaniny, następnie

oddestylowuje nieprzereagowane składniki pod ciśnieniem 450—750 mm Hg do momentu uzyskania żywicy o lepkości 160 do 250 sekund według

Forda mierzonej naczynkiem o średnicy wypływu 4 mm, rozpuszcza w organicznych rozpuszczalnikach, sączy i odwirowuje.