



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

251 048

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 05 12 85
(21) PV 8866-85

(51) Int. Cl.⁴

C 08 L 63/00

(40) Zveřejněno 16 10 86
(45) Vydáno 11 09 88

(75)
Autor vynálezu

KLANČÍK LUDĚK, POVRLY,
MACHO PRAVOSLAV, ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Epoxidové kompozice

Řešení se týká oboru syntetických pryskyřic. Řeší problém využití odpadního epichlorhydrinu při výrobě epoxidových pryskyřic tak, že část čistého epichlorhydrinu se nahradí odpadním epichlorhydrinem a provede se kondenzace s dianem. Řešení může být využito výhradně při výrobě epoxidových pryskyřic.

251 048

Vynález se týká epoxidové kompozice obsahující 3 až 10 % oligomerních polyglycerineterů, připravitelná alkalickou kondenzací dianu s odpadním epichlorhydrinem.

Při výrobě nízkomolekulárních epoxidových pryskyřic alkalickou kondenzací v přítomnosti isopropanolu odpadá z vakuové destilace reakčního produktu epichlorhydrin zněčištěný 3 až 15 % balastních látek. Pro tento odpadní epichlorhydrin není dosud známé použití a je nezbytné jej regenerovat technicky i ekonomicky náročnou rektifikací, při čemž se ztrácí až třetina jeho hmotnosti ve formě obtížného odpadu, který lze likvidovat pouze spalováním ve speciálně vybavené peci.

Nyní jsme našli, že odpadní epichlorhydrin lze výhodně využít při přípravě epoxidových kompozic o střední molekulové hmotnosti 350 až 410, střední epoxidové funkčnosti 1,7 až 1,98, obsahující 0,480 až 0,510 ekv/100 g epoxidových skupin a 2 až 10 % oligomerních polyglycerineterů o střední molekulové hmotnosti 150 až 500 g s terminálními epoxidovými nebo isopropylesterickými skupinami, připravitelných alkalickou kondenzací dianu s epichlorhydrinem v přítomnosti isopropanolu při molárním poměru 1 : 5 až 6,5, přičemž nejméně 20 % navážky epichlorhydrinu tvoří odpadní epichlorhydrin z vakuové destilace,

obsahující 85 až 95 % epichlorhydrinu, 0,1 až 5 % isopropanolu a 3 až 15 % balastních látek.

Kompozice podle vynálezu lze vytvrzovat podobně jako nízkomolekulární epoxidy, přičemž množství tvrdidla se vypočítává podle obsahu epoxidových skupin kompozice a hodnoty ekvivalentní hmotnosti tvrdidla. Nejčastěji se uskutečňuje vytvrzování polyenpolyaminy, cykloalifatickými polyaminy, polyaminoamidovými pryskyřicemi, adukty polyaminů a podobně. Oproti známým nízkomolekulárním epoxidovým pryskyřicím (např. Epikote 828) poskytují kompozice podle vynálezu po vytvrzení poněkud nižší mez pevnosti v tahu, ale vytvrzené hmoty jsou houževnatější, rázově pevnější a lépe odolávají působení povětrnosti. Lze je proto použít v některých oblastech stavebního průmyslu jako tmely, izolační a penetrační nátěry, pojiva plastbetonů a podobně.

Význačným efektem vynálezu je zpracování odpadního epichlorhydrinu beze zbytku, čímž odpadá nejen nutnost drahé rektifikace, ale i nákladná likvidace rektifikačního odpadu, přičemž se produkuje kompozice využitelná efektivně zejména ve stavebnictví.

Příklad 1

Do reaktoru se za míchání předloží 2 150 kg odpadního epichlorhydrinu z vakuové destilace výroby nízkomolekulárních epoxidů, mající složení 95,1 % epichlorhydrinu, 0,8 % glycerin-dichlorhydrinu, 0,6 % glycerinmonochlorhydrinu, 0,5 % isopropanolu, 1,3 % isopropylglycideteru, 0,7 % glycidolu, 0,4 % isopropyleteru glycerinmonochlorhydrinu a zbytek tvoří oligomerní polyglycerineteru a neidentifikované látky. Do reaktoru se dále doplní 3 100 kg čistého epichlorhydrinu (99,97 %ní), 1 420 kg isopropanolu, 680 kg vody a 2 100 kg dianu. Směs se vytepe-ruje na 50 °C a během 4 hodin se rovnoměrně dávkuje 738 kg NaOH ve formě 40%^{rodného} roztoku a reakční teplota se udržuje v mezích 50 až 54 °C. Po skončení dávkování se směs nechá 15 minut do reagovat, oddělí se vyloučená pevná sůl i vodná fáze a organická fáze se neutralizuje oxidem uhličitým na pH 6 až 6,5, načež se podrobí atmosferické destilaci a jímá se destilát 80 až 117 °C při teplotě vařákové kapaliny nejvýše 170 °C. Po dosažení teploty 170 °C vařákové kapaliny se tlak v aparatuře snižuje až

na 1 kPa a vakuový destilát se jímá odděleně. Produkt (destilační zbytek) se za tepla filtrací zbaví vyloučených solí.

Produkt má následující parametry:

obsah epoxidových skupin	0,508 ekv/100 g
obsah chloru	0,44 %
viskozita při 25 °C	13 900 mPa.s
střední mol. hmotnost	394
obsah oligomerních polyglycerineterů	5,21 %
stř. epoxidová funkčnost	1,95

Příklad 2

Do popsaného reaktoru se předloží 4 150 kg destilačního řezu z atmosférické destilace o složení: 62,65 % epichlorhydrinu, 30,6 % isopropanol a 6,75 % vody. Dále se doplní 2 000 kg odpadního epichlorhydrinu z vakuové destilace (obsahujícího 85,1 % epichlorhydrinu, 3,5 % isopropylglycideteru, 2,8 % glycerinmonochlorhydrinu, 1,8 % glycidolu, 1,4 % glycerindichlorhydrinu a 5,4 % oligomerních polyglycerineterů), 120 kg isopropanolu, 300 kg vody a 2 100 kg dianu. Alkalická kondenzace i zpracování reakční směsi se provádí podle postupu popsaného v příkladu 1. Získaný produkt má tyto parametry:

obsah epoxidových skupin	0,492 ekv/100 g
obsah chloru	0,68 %
viskozita při 25 °C	19.500 mPa.s
střední molekulová hmotnost	408
obsah oligomerních polyglycerinů	13,7 %
stř. epoxidová funkčnost	1,75

Příklad 3

100 g kompozice se mísí s odpovídajícím množstvím dietylenetriaminu a směs se nechá vytvrdit. Souběžně se vytvrdí 100 g Epikote 828 11,1 g dietylenetriaminu. Vytvrzené hmoty byly podrobeny mechanickým zkouškám. Výsledky jsou uvedeny v tabulce.

Epoxid	množství DETA (g/100 g)	mechanické parametry		
		MPZ (MPa)	tažnost (%)	rázová houževn. (kJ/m ²)
Epikote 828	11,1	48,2	1,8	6,1
příkl. 1	10,7	44,6	5,1	17,0
příkl. 2	10,3	39,9	8,2	22,2

MPZ = mez pevnosti v tahu

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Epoxidová kompozice o střední molekulové hmotnosti 350 až 410, střední epoxidové funkčnosti 1,7 až 1,98 a obsahu epoxidových skupin 0,480 až 0,510 ekv/100 g, obsahující 2 až 10 % oligomerních polyglycerineterů o střední molekulové hmotnosti 150 až 500 s terminálními epoxidovými a isopropyleterickými skupinami, připravitelná alkalickou kondenzací dianu s epichlorhydrinem v přítomnosti isopropanolu při molárním poměru 1 : 5 až 6,5, přičemž nejméně 20 % navážky epichlorhydrinu tvoří odpadní epichlorhydrin z vakuové destilace, obsahující 85 až 95 % epichlorhydrinu, 0,1 až 5 % isopropanolu a 3 až 15 % balastních látek.