



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

233 145

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 21 07 83  
(21) (PV 5463-83)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 08 G 73/02

(40) Zveřejněno 17 07 84  
(45) Vydáno 01 01 87

(75)  
Autor vynálezu WIESNER IVO ing.,  
WIESNEROVÁ LUDMILA ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Adukt obsahující primární a sekundární aminové skupiny

Vynález se týká oboru syntetických pryskyřic a tvrdidel. Je řešen technický problém přípravy tvrdidla pro epoxidové pryskyřice, které má větší odolnost vůči tvorbě karbonátů. Podstatou vynálezu je adukt z esterů kyseliny akrylové a polyaminů. Vynálezu může být využito při výrobě kompozitů a bezrozpouštědlových nátěrových hmot.

Vynález se týká aduktů připraveného reakcí esterů kyseliny akrylové s polyaminy.

Polyaminové sloučeniny mají mnohé použití, ať již jako tvrdidla epoxidových nebo polyizokyanátových pryskyřic, složky antikoročních kompozic, emulgátorů a podobně. Vzhledem k poměrně vysoké těkavosti polyaminů a toxicitě jejich par, se používají různé druhy aduktů polyaminů s rozličnými aloučeninami, jako jsou epoxidy, izokyanáty, akryláty, krotonáty, laktámy a podobně. Tenze par aduktů jsou podstatně sníženy, čímž se omezuje i nebezpečí toxického napadení parami, ale adukty mají vesměs poměrně vysokou viskozitu, nedostatečně filmotvorné vlastnosti a poměrně snadno tvoří se vzdušným oxidem uhličitým karbonáty, což je nežádoucí.

Nyní jsme našli nový adukt esterů kyseliny akrylové s polyaminy, který nemá výše uvedené nedostatky a je vhodný například jako tvrdidlo bezrozpuštědlových epoxidových laků. Adukt podle vynálezu obsahuje primární a sekundární aminové skupiny, má střední molekulovou hmotnost 200 až 2 000, amonové číslo 240 až 1 200 mg KOH/g a ekvivalentní hmotnost 38 až 270, je připravitelný reakcí metyl- nebo etylesterů kyseliny akrylové s polyaminy o střední molekulové hmotnosti 60 až 250,

při molárním poměru akrylát : polyamin = 1 : 1,16 až 1,80.

Postup přípravy aduktu spočívá v tom, že do předloženého polyaminu se při teplotě nejvýše 100 °C se přikapává akrylát za současného přichlazování a míchání. Po skončení příkapu akrylátu se teplota reakční směsi zvyšuje na 110 až 200 °C, při níž probíhá aminolýza metoxylových či etoxylových akrylátů. Uvolněný metanol či etanol se průběžně z reakční směsi oddestilovává.

Z polyaminů se pro přípravu aduktu dle vynálezu používají s výhodou polyatylenpolyaminy, polypropylenpolyaminy, hexametylendiamin, trimethylhexametylendiamin, směsi polyaminů, technické řezy z aminolýzy dichloreтанu či dichlorpropanů podobně. Pro přípravu speciálních tvrdých a pružných laků se používají adutky na bázi cykloalifatických polyaminů, zejména diaminocyklohexanu, diaminocyklohexanu, izoforondiaminu a podobně.

Adutky podle vynálezu jsou viskozní kapaliny nemeszeně mísitelné s běžnými typy základních i modifikovaných epoxidových pryskyřic či polyizokyanátů. Vytvrzují tyto pryskyřice při pokojové nebo mírně zvýšené teplotě, případně v přítomnosti urychlovačů tvzení, jako jsou fenolické sloučeniny, organické kyseliny atd. Mnohdy se používá i přísadků sloučeniny regulujících reologické vlastnosti a povrchovou aktivitu.

#### Příklad 1

Do sulfurační baňky, opatřené míchadlem, zpětným chladičem a teploměrem se předloží 1 704 g tetraetylenpentaminu (9 molů) a přikapává se během 3 hodin 501 g etylakrylátu (5 molů), teplota reakční směsi se přichlazováním udržuje pod 80 °C. Po skončení příkapu se reakční směs vyhřívá na 150 °C, kdy se začíná vývoj etanolu. Etanol se oddestilovává přes sestupný chladič a teplota se postupně zvyšuje až na 170 °C tak, aby se udržela rovnoměrná destilace etanolu. Asi po 3 hodinách je aminolýza ukončena,

reakční směs se ochladí na 120 °C a 30 minut se udržuje tlak 2,5 kPa. Produktem je viskozni kapalina o viskozitě 3 780 mPa.s/25 °C, středni molekulové hmotnosti 495, aminovém čísle 1 135 mg KOH/g, ekvivalentni hmotnosti 41,23.

100 g nízkomolekulární epoxidové pryskyřice o středni molekulové hmotnosti 375 a obsahu epoxidových skupin 0,531 mol/100 g se mísi s 21,9 g aduktu a 0,2 g 40% butanolickeho roztoku melaminformaldehydové pryskyřice. Homogenni kompozice se nanese nanášecím pravítkem na čistou skleněnou desku v síle filmu 110 mikrometrů. Film se nechá při pokojové teplotě a relativni vlhkosti vzduchu 70 % vytvrdit. Vytvrzený film je zcela čirý, beze stop závoje.

#### Příklad 2

Do aparatury se předloží 1 718 g (7 molů) tetrapropylen-pentaminu a během 5 hodin se rovnoměrně za míchání přikapává 501 g (5 molů) etylakrylátu. Po skončení přikapu se reakční směs vyhřeje na 155 °C, kdy začíná probíhat aminolýza. Teplota se postupně zvyšuje až na 170 °C. Po dosažení této teploty (asi 3 hodiny) se reakční směs udržuje na 170 až 172 °C ještě 30 minut, načež se ochladí na 120 °C a za sníženého tlaku se oddělí těkavé složky (3,5 kPa). Produkt je polotuhá hmota mající středni molekulovou hmotnost 1 998, aminové číslo 818 mg KOH/g a ekvivalentni hmotnost 64,00.

200 g 50% toluenového roztoku středněmolekulární epoxidové pryskyřice obsahující 0,355 mol/100 g epoxidových skupin v sušině, se mísi se 45 g 50% roztoku aduktu v toluen-izobutanolu (3:1) a nanáší štětcem na očištěný povrch ocelového plechu. Po vytvrzení se získá hladký, lesklý a čirý film beze stop závoje (pokojová teplota, 70% relativni vlhkosti).

#### Příklad 3

Do aparatury popsané v př. 1 se předloží 541 g (9 molů) etylendiaminu a za míchání se během 2 hodin přikapává 430 g (5 molů) metylakrylátu a přichlazováním se reakční teplota

udržuje na 60 °C. Po skončení příkapu se reakční směs vyhřeje na 120 až 130 °C, kdy začíná probíhat aminolýza za vývoje metanolu. Teplota se zvolna zvyšuje až na 150 °C (asi 2,5 hodiny) a na této teplotě se reakční směs udržuje ještě 30 minut, načež se ochladí na 100 °C a směs se udržuje pod tlakem 10 kPa 30 minut.

Produktem je viskozni kapalina o viskozitě 89P mPa.s/25 °C, střední molekulové hmotnosti 204, aminovém čísle 894 mg KOH/g a ekvivalentní hmotnosti 38,86.100g, nízkomolekulární epoxidové pryskyřice obsahující 0,535 mol/100 g epoxidových skupin se mísí s 20,8 g aduktu a směs se nechá vytvrdit. Vytvrzená hmota má pevnost v tahu 45,6 MPa, tažnost 6,7 % a rázovou houževnatost 12,7 kJ/m<sup>2</sup>. Povrch odlitku je bezvadný, bez závoje.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Adukt obsahující primární a sekundární aminové skupiny, mající střední molekulovou hmotnost 200 až 2 000, aminové číslo 240 až 1 200 a ekvivalentní hmotnost 38 až 270, připravený reakcí metylakrylátu nebo etylakrylátu s polyaminy o střední molekulové hmotnosti 60 až 250, při molárním poměru akrylát : polyamin = 1 : 1,16 až 1,80.