

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 132 894

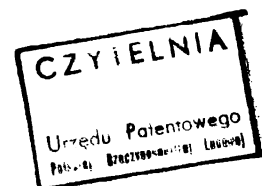
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 81 11 26 /P. 233973/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 83 06 06

Opis patentowy opublikowano: 1986 06 30



Int. Cl.³ C08L 63/02

Twórcy wynalazku: Kazimierz Biernacki, Bogumiła Budrewicz,
Jan Ciszek, Barbara Janus

Uprawniony z patentu: Zakłady Tworzyw Sztucznych "ERG",
Gliwice /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA SPOIWA EPOKSYDOWEGO

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania spoiwa epoksydowego opartego o żywice epoksydowe dianowe, utwardzacz p.p' - dwuaminodwufenylosulfon i addukty trójfluorku borowego z aminami, stosowanej do wytwarzania laminatów elektroizolacyjnych klasy izolacji F, na nośniku szklanym oraz laminatów o podwyższonych własnościach termicznych na innych nośnikach.

Znane jest wytwarzanie spoiwa do laminatów elektroizolacyjnych metodą stapiania żywicy epoksydowej z utwardzaczem p.p' - dwuaminodwusulfonem w temperaturze 120-140°C wg Z. Brojer, Z. Hertz, P. Penczek - "Żywice epoksydowe" WNT 1972, str. 175. Tak otrzymaną kompozycję rozpuszcza się następnie w rozpuszczalnikach organicznych typu aceton, metyloetyloketon, metyloglikol itp., celem obniżenia lepkości do pożądanej w procesie impregnacji nośnika w znanych urządzeniach do impregnacji. Opisana metoda wymaga stosowania wysokich temperatur w procesie prekondensacji żywicy z utwardzaczem celem stopienia składników i uzyskania jednnorodnej masy. Proces stapiania jest silnie egzotermiczny, w przypadku niewielkiego nawet przegrzania może spowodować utwardzenie się masy reakcyjnej w reaktorze.

Otrzymana kompozycja posiada czas żelowania w 150°C 45-70 minut i z tego względu dalszy proces przetwórstwa w znanych urządzeniach impregnacyjnych wymaga stosowania temperatur rzędu 200°C. Tak prowadzony proces impregnacji jest uciążliwy i energochłonny.

Celem obniżenia temperatur w procesie impregnacji nośnika, znane jest dodawanie kompleksu fluorku borowego z aminami do roztworu uprzednio stopionej kompozycji żywicy epoksydowej dianowej z p.p' - dwuaminodwufenylosulfonem. Kompozycja tak otrzymana jest mało stabilna i posiada skłonności do krystalizacji.

Znane jest rozpuszczanie twardych żywic epoksydowych /str. 336 cytowanych wyżej "Żywice epoksydowych"/, o wysokich masach cząsteczkowych, które ze względu na niski stopień usieciowania w utwardzonym wyrobie nie mogą być stosowane do wyrobów o wysokiej odporności termicznej, a takie własności są wymagane od spoiwa będącego przedmiotem niniejszego wynalazku. Stosowane są do tego celu specjalne układy rozpuszczalników.

W procesie wytwarzania spoiwa do laminatów elektroizolacyjnych klasy izolacji F, ograniczenia w stosowaniu rozpuszczalników stanowią, z jednej strony słaba rozpuszczalność p.p' - dwuaminodwusulfonu /według prospektu firmy Ciba - Geiry wynosi ona w temperaturze 20°C - 30 g/100 cm³ acetonu, 20 g/100 cm³ metyloetyloetyloketonu/, z drugiej strony konieczność zachowania wysokich części stałych w spoiwie impregacyjnym.

Celem wynalazku jest uzyskanie spoiwa do wyrobów elektroizolacyjnych, warstwowych klasy izolacji termicznej F /155°C stałej pracy/ opartej o żywice epoksydowe niskocząsteczkowe w postaci roztworu o zawartości 75±5% części stałych przy odpowiedniej dla procesu impregnacji lepkości i gęstości. Poprzez samo rozpuszczenie trzech stałych składników /żywice, utwardzacz i przyspieszacz/ powstaje trójskładnikowa mieszanina, nie daje to właściwego efektu, spoiwa o wysokich parametrach termicznych.

Nieoczekiwanie wykryto, że zastosowanie układu rozpuszczalników aceton-alkohol izopropylowy w proporcji 100 : /15-30/ części wagowych do rozpuszczenia i wymieszania żywicy epoksydowej dianowej, utwardzacza p.p' - dwuaminodwufenylosulfonu, przyspieszacza adduktu trójfluorku borowego z aminami i ogrzewanie tej mieszaniny w temperaturze 60-90°C, a najkorzystniej w 72-78°C w czasie 1,5-3 godzin zapewnia uzyskanie odpowiedniego spoiwa o czasie żelowania 15-40 minut w temperaturze 150°C w zależności od ilości dodanego utwardzacza i przyspieszacza. Lepkość dogodną dla procesu impregnacji uzyskuje się przez dodanie rozpuszczalnika.

Wskazane jest sezonowanie kompozycji w czasie minimum 24 godz. Zastosowanie układu rozpuszczalników aceton-alkohol izopropylowy obniżyło znacznie temperaturę prekondensacji i umożliwiło rozpoczęcie reakcji żywicy epoksydowej z p.p' - dwuaminodwufenylosulfonem w obecności przyspieszacza. Po ochłodzeniu uzyskuje się stabilny układ spoiwa o niezmiennych właściwościach przez okres 3 miesięcy.

Przez zastosowanie sposobu według wynalazku zlikwidowano znaną wadę spoiw zawierających utwardzacz p.p' - dwuaminodwufenylosulfon, tzn. tendencję do częściowej krystalizacji w trakcie przechowywania spoiwa w temperaturze około 0°C, zmniejszyło również ryzyko utwardzania spoiwa w reaktorze. Okazało się również, że dodatek alkoholu izopropylowego poprawił rozlewność spoiwa na nośniku i zlikwidował powstawanie zacieków kraterów i innych wad powierzchni.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest na poniższych przykładach wykonania.

P r z y k ł a d I. Wymieszano ze sobą w temperaturze wrzenia następujące składniki: 35 cz. wag. utwardzacza p.p' - dwuaminodwufenylosulfonu, 1 cz. wag. adduktu trójfluorku borowego z monoetyloaminą, 33 cz. wag. acetonu, 7 cz. wag. izopropanolu. Po uzyskaniu klarownego roztworu schłodzono go do ok. 40°C. Dodano 100 cz. wag. żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej ok. 0,5 val/100 g ogrzanej do 50°C. Całość utrzymano w temperaturze wrzenia /75°C/ przez 1,5 godz. Schłodzono do temperatury otoczenia i po 24 godzinach stosowano do impregnacji tkaniny szklanej przeznaczonej na płyty warstwowe elektroizolacyjne klasy F.

P r z y k ł a d II. 37 cz. wag. utwardzacza p.p' - dwuaminodwufenylosulfonu rozpuszczono w 30 cz. wag. acetonu i 7,5 cz. wag. izopropanolu ciągle mieszając w temperaturze wrzenia. Po otrzymaniu klarownego roztworu schłodzono go i dodano ogrzaną do 50°C żywicę epoksydową o liczbie epoksydowej 0,5 val/100 g. Proces prekondensacji prowadzono w temperaturze wrzenia /72°C/ przez 1 godzinę. Addukt trójfluorku borowego z benzyloaminą w ilości 1,2 cz. wag. rozpuszczono w 3 cz. wag. acetonu i dodano do ochłodzonej kompozycji. Układ ponownie ogrzano do wrzenia i tak utrzymano przez 30 minut. Schłodzono i stosowano jak kompozycję z przykładu I.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania spoiwa epoksydowego do laminatów elektroizolacyjnych w oparciu o żywicę epoksydową o liczbie epoksydowej około 0,5 val/mol, utwardzacz p.p' - dwuaminodwusulfon oraz addukty trójfluorku borowego z aminami, z n a m i e n n y t y m, że proces rozpuszczania i mieszania utwardzaczy z żywicą prowadzi się w układzie rozpuszczalników aceton; alkohol izopropylowy w proporcji 100 : /15-30/ części wagowych, w temperaturze 60-90°C przez 1,5-3 godzin.

2. Sposób wytwarzania według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że proces mieszania prowadzi się w temperaturze 72-78°C.

3. Sposób wytwarzania według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że spoiwo przed dalszym stosowaniem sezonuje się przez minimum 24 godz.