СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1219599 A

(51) 4 C 08 G 69/44//B 32 B 17/10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

БИБЛИОТЕКА

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3680508/23-05
(22) 26.12.83
(46) 23.03.86. Бюл. № 11
(72) З.П.Язон, А.Л.Тарасова, Л.А.Пирог и В.Г.Афанасьев
(53) 678.675(088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР № 171553, кл. С 08 G 69/44, 1965.

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИЭФИРАМИДОВ путем взаимодействия алифатического полиамида и компонентов, образующих полиэфирный блок, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью снижения температуры реакции, в качестве компонентов, образующих полиэфирный блок, используют малеиновую и фталевую кислоты и гликоль, причем вначале при 130-140 °С проводят конденсацию полиамида с малеиновой кислотой, затем при 190-200 °С конденсацию полученного продукта с фталевой кислотой и гликолем до достижения кислотного числа 10-35 мг КОН/г при молярном соотношении малеиновой кислоты, фталевой кислоты и гликоля (0,67-1,0):(0-0,33):1,1 соответственно, а количество полиамида составляет 1-10% от общей массы реакционной смеси.

(19) SU (11) 1219599 A

Изобретение относится к области получения термореактивных полиэфирамидных смол, пригодных для использования в качестве связующего при получении стеклопластиковых изделий.

Целью изобретения является снижение температуры синтеза полиэфирамидов.

Пример 1. В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой, термометром, трубкой для ввода инертного газа загружают 65,6 мас.ч. (0,67 моль) малеинового ангидрида, 12 мас.ч. (0,67 моль) воды, температуру повышают до 135°С и вводят 24,3 мас.ч. (10% от общего веса реакционной смеси) полиамида марки ПА-6 210/310 (поликапролактам). Смесь выдерживают при этой температуре в течение часа. Затем температуру повышают до 160°С и вводят 116,6 мас.ч. (1,1 моль) диэтиленгликоля и 48,8 мас.ч. (0,33 моль) фталевого ангидрида. Температуру реакционной массы повышают до 195°С и продолжают синтез до кислотного числа реакционной смолы 35 мг КОН/г продукта. Полученный продукт охлаждают, стабилизируют гидрохиноном и совмещают с 116 мас.ч. стирола.

Пример 2. В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой, термометром, трубкой для ввода инертного газа, загружают 98,0 мас.ч. (1,0 моль малеинового ангидрида 18 мас.ч. (1,0 моль) воды. Температуру повышают до 135°С и вводят 49,5 мас.ч. (10% от общего веса реакционной смеси) полиамида марки ПА-6 210/310 (поликапролактама). Смесь выдерживают при этой температуре в течение часа. Затем температуру повышают до 160°С и вводят 378,4 мас.ч. (1,1 моль) оксипропилированного дифенилолпропана. Температуру реакционной массы повышают до 200°С и продолжают поликонденсацию до кислотного числа 15 мг КОН/г продукта. Продукт охлаждают, стабилизируют гидрохиноном и совмещают с 415 мас.ч. стирола.

Пример 3. В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой, термометром, трубкой для ввода инертного газа, загружают 65,6 мас.ч. (0,67 моль) малеинового ангидрида, 12 мас.ч. (0,67 моль) воды, нагревают до 135°С и вводят 3,6 мас.ч. (1,5% от общего веса реакционной смеси).полиамида марки ПА-66 (полигексаметиленадипинамид). Смесь выдерживают при этой температуре в течение часа. Затем температуру повышают до 160°С и вводят 116,6 мас.ч. (1,1 моль) диэтиленгликоля и 48,8 мас.ч. (0,33 моль) фталевого ангидрида. Температуру реакционной массы повышают до 190°С и продолжают поликонденсацию до кислотного числа 30 мг КОН/г продукта. Смесь охлаждают, стабилизируют гидрохиноном и совмещают с 104 мас.ч. стирола.

Пример 4. В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой, термометром, трубкой для ввода инертного газа, загружают 65,6 мас.ч. (0,67 моль) малеинового ангидрида, 12 мас.ч. (0,67 моль) воды. Температуру повышают до 135°С и вводят 3,6 мас.ч. (1,5% от общего числа реакционной массы) полиамида марки ПА 6-21 (поликапроамид, вторичное сырье). Смесь выдерживают при этой температуре в течение часа. Затем температуру повышают до 160°С и вводят 116,6 мас.ч. (1,1 моль) диэтиленгликоля и 48,8 мас.ч. (0,33 моль) фталевого ангидрида. Температуру реакционной массы повышают до 190°С и продолжают поликонденсацию до кислотного числа реакционной смеси 28 мг КОН/г продукта. Продукт охлаждают, стабилизируют гидрохиноном и совмещают с 104 мас.ч. стирола.

Пример 5 (для сравнения).

В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой, термометром, трубкой для ввода инертного газа, загружают 65,6 мас.ч. (0,67 моль) малеинового ангидрида и 12 мас.ч. воды. Температуру повышают до 135°С и вводят 26,7 мас.ч. (11% от общего веса реакционной смеси полиамида марки ПА-6 210/310).

Смесь выдерживают при этой температуре в течение часа. Затем температуру повышают до 160°С и ввводят 116,6 мас.ч. (1,1 моль диэтиленгликоля и 48,8 мас.ч. (0,33 моль) фталевого ангидрида. Температуру реакционной массы повышают до 195°С и продолжают синтез до кислотного числа реакционной массы 35 мг КОН/г продукта. Полученный продукт охлаждают, стабилизируют

гидрохиноном и совмещают с 116,8 мас.ч. стирола.

Пример 6 (для сравнения).

В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой, термометром, трубкой для ввода инертного газа, загружают 65,6 мас.ч. (0,67 моль) малеинового ангидрида, 12 мас.ч. (0,67 моль) воды. Температуру повышают до 135°С и вводят 2,43 мас.ч. (1% от общего веса реакционной смеси) полиамида марки ПА-6 210/310. Смесь выдерживают при этой температуре в течение часа. Затем температуру повышают до 160°С и вводят 116,6 мас.ч (1,1 моль) диэтиленгликоля и 48,8 мас.ч. (0,33 моль) фталевого ангидрида. Температуру реакционной массы повышают до 195°С и продолжают синтез до кислотного числа реакционной массы 35 мг КОН/г продукта. Полученный продукт охлаждают, стабилизируют гидрохиноном и совмещают с 104,7 мас.ч. стирола.

Полученные полиэфирамидстирольные смеси отверждаются в присутствии известных традиционных инициаторов и ускорителей.

Как показали испытания, необходимые прочностные показатели отвержденной смолы при комнатной и при повышенных температурах обеспечивает система ГПК (гидроперекись кумола и НК-1 (нафтенат кобальта) в соотношении 3:4.

Свойства отвержденных смол приведены в таблице.

Примеры	Разрушающее напряжение при сжатии, кгс/см²	Относительное удлинение,%	Ударная вязкость, кгс/см²
1	1124	10,3	10,8
2	1100	3,8	7,5
3	1200	7,1	8,0
4	1050	4,8	6,0
5	833	12,0	11,0
6	800	2,5	6,0

Как видно из приведенных данных, предлагаемый способ отличается пониженной на 50-100°С температурой синтеза, что позволяет получать в отличие от известного способа термореактивные полиэфирамиды, включающие ненасыщенные связи, пригодные для получения термореактивных композиций с высокими физико-механическими свойствами.

Составитель А. Виноваров
Редактор Н.Егорова Техред В.Кадар Корректор Е. Рошко

Заказ 1231/34 Тираж 470 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4