



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

224025
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 08 G 59/14

(22) Prihlášené 14 10 81
(21) (PV 7507-81)

(40) Zverejnené 25 02 83

(45) Vydané 15 04 86

(75)

Autor vynálezu

FORRÓ JURAJ, TRNAVA

(54) Spôsob prípravy aduktov na báze epoxidových živíc

1

Vynález sa týka spôsobu prípravy aduktov na báze epoxidových živíc.

K príprave lubrikačných kompozícií na úpravu sklenených a minerálnych vlákien našli široké uplatnenie rôzne adukty na báze epoxidových živíc a amínov. Z celej palety rôznych aduktov našli najrozšírenejšie použitie adukty dialkanolamínov s epoxidovými živícami na báze dianu, či už samotného alebo ďalej modifikovaného podľa požadovaných aplikačných vlastností vlákien.

Syntézu týchto základných aduktov, hlavne na báze dianolamínu a epoxidových živíc dianového typu ako prvé popísali R. Wong a P. W. Sullivan (USA patent číslo 3 449 281, NSR pat. č. 1 494 881, franc. pat. č. 1 371 900, 1 371 901, 1 436 219, brit. pat. č. 1 103 325). Autori týmto spôsobom vyriešili možnosť použitia týchto živíc do lubrikačných kompozícií na báze vody ako nosného média. Prípravu aduktov uskutočňujú v prostredí organických vodou riediteľných rozpúšťadiel ako diacetónalkohol, acetón, isopropylalkohol a pod. Pri aplikácii týchto roztokov aduktov do lubrikačných kompozícií k úprave vlákien rozpúšťadlá použité pri ich syntéze pri sušení vlákien prchajú t. j. dochádza k ich znehodnoteniu. Týmto spôsobom dochádza zároveň k znečisťovaniu ovzdušia. Okrem tejto možnosti

2

síce autori uvádzajú aj možnosť získania aduktov bez organických rozpúšťadiel tak, že syntézu je možné viesť v prostredí rozpúšťadiel nerozpustných vo vode, napr. toluén a vzniknutý adukt po okyselení extrahovať vodou. Priemyselné využitie tohto spôsobu je však náročné na zariadenie a predĺženie výrobného cyklu. Popísané nevýhody týchto riešení sa odstránia spôsobom podľa vynálezu.

Vynález popisuje bezrozpúšťadlový spôsob prípravy aduktov na báze epoxidových živíc na báze dianu o obsahu 0,20 až 0,58 epoxiekv./100 g a sekundárnych dialkanolamínov s 4 až 6 atómami uhlíka adíciou pri dodržaní molárneho pomeru medzi epoxidovou skupinou a amínovým vodíkom 1 : 0,2 až 1,2. Podstata vynálezu spočíva v tom, že reakcia sa uskutočňuje v tavenine epoxidovej živice pri teplote 30 až 100 °C v prítomnosti nasýtených alifatických monokarboxylových kyselín s 1 až 3 atómami uhlíka v množstve odpovedajúcom 10 až 110 % stechiometrického množstva potrebného k neutralizácii dialkanolamínu.

Pri priemyselnej príprave aduktov sa postupuje tak, že k tavenine epoxidovej živice sa pridá kyselina mravčia, octová alebo propiónová a dialkanolamín. Násada sa zhomogenizuje a reakcia sa nechá prebiehať

pri zvýšenej teplote podľa konzistencie ná-sady do ukončenia adície. Nakoľko pri ho-mogenizácii dochádza k exotermickému u-voľneniu tepla spôsobenému neutralizáciou amínu kyselinou, je výhodné pri laboratór-nom výskume technologických podmienok pripraviť oddelene roztok amínu s kyseli-nou a ten po vytemperovaní pridať k živici, aby nedošlo k skresleniu výsledkov mera-nia. Adukty je možné doriediť vodou na po-žadovanú konzistenciu.

Vynález je ďalej objasnený formou príkla-dov.

Príklad 1

Do banky sa predložilo 76 g epoxidovej

kyselina (g)	T_e (°C)	S_e (min)
0	98	5,5
2,4	82	7,5
4,8	64	10,5
7,2	41	15,0
12,0	12	45,0

Živica s 12 g kyseliny octovej sa zriedila vodou na 50% roztok o viskozite 605 mPa . s pri 20 °C a farbe 5 mg . J₂.

živice na báze diánu a epichlórhydrínu o obsahu 0,53 epoxiekv./100 g, ktorá sa vy-hrjala na 50 °C. K 42 g dietanolamínu sa pridala kyselina octová a po vytemperova-ní na 50 °C sa adičná soľ za miešania pri-dala k epoxidovej živici. Množstvo kyseli-ny, exoterm T_e a jeho čas S_e sú uvedené v tabuľke.

$$T_e = T_{max} - T_n$$

T_{max} — maximálna teplota v čase S_e

T_n — počiatočná teplota násady

1 s tým rozdielom, že k neutralizácii dieta-nolamínu sa použila kyselina mravčia. Množ-stvo kyseliny, exoterm T_e a jeho čas sú u-vedené v tabuľke.

Príklad 2

Postup príprava aduktov ako v príklade

kyselina (g)	T_e (°C)	S_e (min)
0	98	5,5
2,2	78	8,0
6,5	49	14,0
10,9	11	35,0

Živica s 10,9 g kyseliny mravčej sa zrie-dila vodou na 50% roztok o viskozite 210 mPa . s pri 20 °C a farbe 4 mg . J₂.

1, s tým rozdielom, že k neutralizácii dieta-nolamínu sa použila kyselina propiónová a teplota násady T_n bola 80 °C. Dosiahnuté výsledky sú uvedené v tabuľke.

Príklad 3

Postup prípravy aduktov ako v príklade

kyselina (g)	T_e (°C)	S_e (min)
0	102	1,5
8,9	67	2,0
14,8	57	3,0

Živica s 14,8 g kyseliny propiónovej sa zriedila vodou na 50% roztok o viskozite 461 mPa . s/20 °C a farbe 7 mg . J₂.

živice na báze dianu a epichlórhydrínu o obsahu 0,21 epoxiekv./100 g, 21 g dietanol-amínu a 6 g kyseliny octovej. Adícia sa u-skutočňovala 40 minút pri 100 °C. Priprave-ný adukt je tuhej konzistencie s teplotou topenia 56 až 58 °C.

Príklad 4

Do banky sa predložilo 90 g epoxidovej

Príklad 5

Do banky sa predložilo 76 g epoxidovej živice na báze diánu a epichlórhýdrínu o obsahu 0,51 epoxiekv./100 g, 53,3 g diizopropanolamínu, 16,8 g kyseliny octovej. Adícia sa uskutočňovala 50 minút pri 70 °C. Pripravený adukt je číra hmota o teplote topenia 58 až 60 °C.

Príklad 6

Roztok živice podľa príkladu 1 sa použil k úprave sklenených vlákien vo forme lubrikácie uvedenej v tabuľke.

zložka	% hmot.
polyvinylacetátová disperzia (50 %)	6,0
roztok živice (50 %)	5,0
3-metakryloyloxipropyltrimetoxylan	0,2
polyetylén glykol 300	0,1
kyselina octová	0,1
voda	

Sklenené vlákna sa po úprave vysušili pri 130 °C 4 hodiny. Na povrchu obsahovali 1,2 % lubrikačného nánosu pružného charakteru, ktorý zlepšuje ich spracovanie sekaním pri výrobe prepregov. Bez použitia živice sa sklenené pramene ľahko rozvlákňujú, čo má za následok ich zhoršené spracovanie sekaním.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy aduktov na báze epoxidových živíc na báze diánu o obsahu 0,20 až 0,58 epoxiekv./100 g a sekundárnych dialkanolamínov 4 až 6 atómami uhlíka adíciou pri dodržaní molárneho pomeru medzi epoxidovou skupinou a amínovým vodíkom 1 : 0,2 až 1,2, vyznačujúci sa tým, že reakcia

sa uskutočňuje v tavenine epoxidovej živice pri teplote 30 až 100 °C v prítomnosti nasýtených alifatických monokarboxylových kyselín s 1 až 3 atómami uhlíka v množstve odpovedajúcom 10 až 110 % stechiometrického množstva potrebného k neutralizácii dialkanolamínu.