

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243851 ✓

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

B 01 J 27/14,
C 08 J 3/24

(22) Přihlášeno 23 11 84

(21) PV 8973-84

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 15 06 87

(75)

Autor vynálezu

ČAPKA MARTIN ing. CSc., PRAHA, VILÍM JINDŘICH ing. CSc., STŘEDOKLUKY

(54) Aktivovaný acidobazický katalyzátor

Aktivovaný acidobazický katalyzátor pro síťovací reakci epoxidových pryskyřic s anhydridy polykarboxylových kyselin připravitelný vzájemným působením (2,5-dihydroxybenzen)trifenylfosfoniové vnitřní soli s anhydridem kyseliny ftalové, příp. maleinové v hmotnostním poměru 2,3 : 1 až 1 : 4.

Vynález se týká aktivovaného latentního acidobazického katalyzátoru pro síťovací reakce epoxidových pryskyřic s anhydridy polykarboxylových pryskyřic.

V technické praxi se používá řada adheziv. V AO 237 035 byl popsán způsob výroby strukturně rigidního termosetického adheziva, vhodného především pro elektrotechnické aplikace, vyráběného s použitím latentního katalyzátoru ve formě vnitřní soli kvartérního fosfinu. Manipulace s tímto velmi jemným a ve většině rozpouštědel pouze málo rozpustným katalyzátorem je však nepohodlná a velmi obtížné je i jeho dávkování a dokonalá dispergace v adhezivu. Tyto obtíže odstraňuje aktivovaný katalyzátor připravený podle vynálezu, neboť po aktivaci tvoří dlouhodobě skladovatelné roztoky, snadno mísitelné se složkami strukturně rigidního termosetického adheziva.

Podstatou vynálezu je aktivovaný latentní acidobazický katalyzátor pro síťovací reakci epoxidových pryskyřic a anhydridy polykarboxylových kyselin vzniklý vzájemným působením (2,5-dihydroxybenzen)trifenylfosfoniové vnitřní soli s anhydridem kyseliny ftalové, případně maleinové v hmotnostním poměru 2,3 : 1 až 1 : 4.

Přípravu (2,5-dihydroxybenzen)trifenylfosfoniové vnitřní soli reakcí trifenylfosfinu s benzochinonem lze provádět v aromatickém, příp. éterickém rozpouštědle (J. Amer. Chem. Soc. 78, 5 614 /1956/). Tento adukt se buď vysuší, nebo pouze zbaví hlavního podílu rozpouštědla a ponechá interagovat s anhydridem kyseliny ftalové, příp. anhydridem kyseliny maleinové, obvykle v hmotnostním poměru 2,3 : 1 až 1 : 4. Lze však pracovat i mimo toto rozmezí. Aktivaci je výhodné provádět v hydroxylovaném rozpouštědle, výhodně v ethylenglykolu, za teplot 10 až 80 °C, výhodně 20 až 50 °C, za normálního, či mírně zvýšeného tlaku. Po skončené interakci se vytvoří roztok, který je možné přímo použít jako katalyzátor pro síťovací reakci, jehož skladovatelnost je několik měsíců.

Přítomnost anhydridu kyseliny ftalové, příp. maleinové, je nutná, v jejich nepřítomnosti v hydroxylovaném rozpouštědle vzniká pouze heterogenní směs, nikoliv aktivovaný katalyzátor.

Dále uvedené příklady charakterizují katalyzátor podle vynálezu, aniž by jej vymezovaly nebo omezovaly.

P ř í k l a d 1

13,7 g benzochinonu rozpuštěného v 200 ml toluenu bylo ponecháno reagovat s 35 g trifenylfosfinu rozpuštěného v 200 ml toluenu po 10 dní, potom byl adukt odfiltrován, promyt 3x 200 ml toluenu a vysušen za vysokého vakua při 60 °C po 6 hodin. Takto byla připravena (2,5-dihydroxybenzen)trifenylfosfoniová sůl ve výtěžku 69 %. Její absorpční spektrum v 95% vodném ethanolu vykazovalo maximum u 267 μm a v jejím infračerveném spektru byly nalezeny pásy připisované této sloučenině v J. Amer. Chem. Soc. 78, 5 614 /1956/).

P ř í k l a d 2

10 g produktu reakce trifenylfosfinu a benzochinonu popsaného v příkladu 1 bylo aktivováno působením 40 g anhydridu kyseliny ftalové rozpuštěné v 700 ml ethylenglykolu. Po 2 hodinách vznikl červenohnědý katalytický roztok, který byl použit při výrobě strukturně rigidního termosetického adheziva podle AO 237 035, přičemž vzniklo adhezivum stejných vlastností jako při použití práškového, neaktivovaného katalyzátoru, odpadla však manipulace s jemným prachem toxického katalyzátoru a podstatně se zkrátila doba nutná k dispergaci katalyzátoru v reakční směsi.

P ř í k l a d 3

Příklad 2 byl zopakován s tím rozdílem, že místo anhydridu kyseliny ftalové bylo použito 4 g anhydridu kyseliny maleinové. Opět při jeho aplikaci podle AO 237 035 byla podstatně

zkrácena reakční doba nutná k dispergaci katalyzátoru v reakční směsi a byla vyloučena práce s jemným prachem fosfoniové vnitřní soli a fyzikální vlastnosti vzniklého adheziva nebyly nepříznivě ovlivněny.

P ř í k l a d 4

V nepřítomnosti anhydridu kyseliny ftalové nebo maleinové se nepodařilo rozpustit 10 g (2,5-dihydroxybenzen)trifenylfosfoniové soli ani v 1 000 ml ethylenglykolu. Vzhledem k heterogenitě směsi bylo přesné dávkování fosfoniové soli do adheziva nemožné.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Aktivovaný acidobazický katalyzátor pro síťovací reakci epoxidových pryskyřic s anhydridy polykarboxylových kyselin připravitelný vzájemným působením (2,5-dihydroxybenzen)trifenylfosfoniové vnitřní soli s anhydridem kyseliny ftalové, příp. maleinové v hmotnostním poměru 2,3 : 1 až 1 : 4.