



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 960193

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 05.12.80 (21) 3212650/23-05

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.09.82. Бюллетень № 35

Дата опубликования описания 23.09.82

(51) М. Кл.³

C 08F 212/36

C 08F 212/12

(53) УДК 678.746-

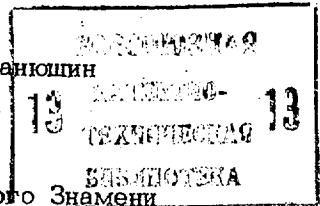
-13(088.8)

(72) Авторы
изобретения

А. А. Якубович, В. А. Смирнов и Л. М. Даниошин

(71) Заявитель

Новочеркасский ордена Трудового Красного Знамени
политехнический институт им. Серго Орджоникидзе



(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОРЕАКТИВНОЙ СМОЛЫ

Изобретение относится к химии полимеров, а именно к способу получения термореактивной смолы, применяемой для изготовления шитых полимерных материалов.

Известен способ получения термореактивной смолы путем сополимеризации стирола с дивинилбензолом в присутствии радикальных инициаторов при нагревании [1].

Недостатком этого способа является невысокая термостойкость получаемой смолы. Так, сополимер, полученный сополимеризацией 52 мас.% дивинилбензола и 48 мас.% стирола, имеет температуру начала потери веса 190-210°C.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является способ получения термореактивной смолы путем сополимеризации дивинилбензола с винилароматическим мономером в присутствии комплекса четыреххлористого олова и органической добавки в моль-

ном отношении четыреххлористого олова к органической добавке 1:2-10 при 30-35°C. В качестве винилароматического мономера используют стирол, а в качестве органической добавки - эфиры органических кислот, нитрилы, спирты или кетоны [2].

Недостатком известного способа является невысокая термостойкость полученной термореактивной смолы. Температура начала потери веса 240-250°C.

Целью изобретения является повышение термостойкости термореактивной смолы.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения термореактивной смолы путем сополимеризации дивинилбензола с винилароматическим мономером в присутствии комплекса четыреххлористого олова и органической добавки при мольном соотношении четыреххлористого олова и органической добавки 1:2-10 при 30-35°C,

в качестве винилароматического мономера используют этилстирол, а в качестве органической добавки — уксусную кислоту и получаемую терморезистивную смолу дополнительно обрабатывают при 0–70°C водно-щелочным раствором перманганата калия с концентрацией щелочи 2–5 мас.% и концентрацией перманганата калия 1–10 мас.%.

Пример 1. В сосуд, снабженный мешалкой, наливают 100 мл смеси, содержащей 52% дивинилбензола и 48% этилстирола. Сосуд помещают в водяную баню, включают мешалку и устанавливают температуру 35±1°C. К смеси прикапывают в течение 10 мин. 0,5% от объема реакционной массы иницирующего комплекса, состоящего из SnCl₄ и уксусной кислоты, в мольном отношении 1:2. Интенсивно перемешивают и поддерживают температуру 35±1°C до тех пор, пока вязкость системы не достигнет 200–250 сСт. Далее понижают температуру реакционной массы до 0±1°C и приливают щелочной раствор перманганата калия (1% перманганата, 2% щелочи, 97% воды). Через 10 мин смесь обрабатывают сульфидом натрия, отфильтровывают осадок и отделяют смолу от водного слоя. После этого смолу сушат под вакуумом при 5–10 мм рт.ст. и 30–40°C. В результате получают жидкую терморезистивную смолу, кислотное и гидроксильное числа которой соответственно равны 1,96 и 9,04.

Пример 2. Реакцию проводят по примеру 1, но в качестве инициатора используют смесь, состоящую из 1 мол.ч. SnCl₄ и 5 мол.ч. уксусной кислоты, при 32±1°C. Обрабатывают далее раствором, содержащим 5% перманганата, 3% щелочи, 92% воды при 20±1°C в течение 7 мин. В результате получают смолу с гидроксильным числом 6,11 и кислотным числом 2,13.

Пример 3. Проводят реакцию по примеру 1, но инициатором сополимеризации является смесь 1 мол.ч. SnCl₄ и 10 мол.ч. уксусной кислоты при 30±1°C. Образующуюся массу обрабатыва-

ют затем раствором, состоящим из 10% перманганата калия, 5% щелочи и 85% воды при 70±1°C в течение 50 мин. Получаемая смола имеет кислотное число 1,12 и гидроксильное число 8,71.

При нагревании до 140–160°C смола переходит в неплавкое и нерастворимое состояние. Температура начала потери веса смолы составляет 300–310°C. Свойства смолы не изменяются после обработки 40%-ным раствором щелочи при 120°C в течение 1000 ч, 95%-ной серной кислотой при 120°C в течение 1000 ч, 20%-ным раствором азотной кислоты при температуре кипения в течение 1000 ч.

Таким образом, изобретение позволяет повысить термостойкость терморезистивной смолы.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения терморезистивной смолы путем сополимеризации дивинилбензола с винилароматическим мономером в присутствии комплекса четыреххлористого олова и органической добавки при мольном соотношении четыреххлористого олова и органической добавки 1:2–10 при 30–35°C, отличающийся тем, что, с целью повышения терморезистивной смолы в качестве винилароматического мономера используют этилстирол, а в качестве органической добавки — уксусную кислоту и получаемую терморезистивную смолу дополнительно обрабатывают при 0–70°C водно-щелочным раствором перманганата калия с концентрацией щелочи 2–5 мас% и концентрацией перманганата калия 1–10 мас.%.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Николаев А. Ф. Синтетические полимеры и пластические массы на их основе. М., "Химия", 1964, с.133.

2. Авторское свидетельство СССР № 524815, кл. C08F 212/08, 1974 (прототип).

Составитель Л. Валуев

Редактор О. Половка Техред М. Тепер

Корректор Н. Король

Заказ 7141/28

Тираж 514

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Рауцкая наб., д. 4/5

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