



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

232283

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 08 G. 73/02
C 08 G. 59/58

(22) Přihlášeno 29 06 83
(21) (PV 4836-83)

(40) Zveřejněno 14 05 84

(45) Vydáno 15 06 86

(75)

Autor vynálezu

WIESNER IVO ing., ÚSTÍ nad Labem

(54) Adiční produkt

Vynález se týká oboru syntetických pryskyřic a tvrdidel. Je řešen technický problém využití technických frakcí a destilačních zbytků z výroby polyaminů, přičemž se připraví reakcí s akryláty adiční produkt, použitelný například jako tvrdidlo epoxidových a polyizokyanátových pryskyřic. Vynálezu může být využito ve všech oborech, kde se aplikují epoxidové pryskyřice.

Vynález se týká adičního produktu, připravitelného reakcí polyaminů s estery kyseliny akrylové.

Známé adiční produkty, vznikající adicí metyl- nebo etyl- esterů kyseliny akrylové s alifatickými nebo cykloalifatickými polyaminy, nalézají široké použití ať již jako tvrdidla epoxidů či polyizokyanátů, smáčecí prostředky a podobně. K jejich přípravě je nutno použít technicky čisté nebo čisté polyaminy, obsahující minimálně 98 % hlavní definované složky, jinak vznikající produkty neprodukovatelné kvality, které působí značné aplikační potíže.

Čisté a technicky čisté polyaminy se připravují ve vyhovující čistotě energeticky náročnou a obtížnou vakuovou rektifikací technických frakcí nebo řezů z aminolýzy dichloretenu či dichlorpropánu, smoxidace vinyl derivátů, hydrogenace nitrilů a podobně. Při rektifikaci odpadají destilační zbytky, pro které se obtížně nalézá využití.

Nyní jsme našli, že jak destilační zbytky tak i technické frakce či řezy polyaminů lze výhodně využít pro přípravu adičních produktů podle vynálezu, jejichž střední molekulová hmotnost je 280 až 750, aminové číslo 500 až 1 100 mg KOH/g a střední ekvivalentní hmotnosti 50 až 90. Adiční produkty jsou připravitelné reakcí esterů kyseliny akrylové o střední molekulové hmotnosti 120 až 300 s technickými frakcemi nebo destilačními zbytky polyaminů.

Adiční produkty dle vynálezu mají poměrně nízkou viskozitu a malou tenzi par, takže je lze výhodně použít jako tvrdidla epoxidů, do nichž vnášejí řadu příznivých jevů, jako je zlepšení rozlivu a snížení povrchového napětí nevytvrzených kompozic, zlepšení flexibility vytvrzených hmot a podobně.

Pro přípravu se používají technické frakce nebo destilační řezy polyaminů s obsahem hlavní složky nižším jak 98 %, přičemž na závadu není ani větší počet aminických komponent, jak je tomu například u destilačních zbytků.

Z esterů kyseliny akrylové se používají zejména n-butyl-, iso-butyl-, amyl-, hexyl-, oktyl-, etylhexyl-, lauryl-, benzyl- estery dále etylenglykodiakrylát, butadioldiakrylát, hexandioldiakrylát, oktandioldiakrylát, trimetylolpropentriakrylát, trimetyloletantriakrylát, trimetyloletandiakrylát, trimetylolpropandiakrylát, nebo jejich směsi, přičemž střední molekulová hmotnost akrylátů činí 120 až 300.

Adukty dle vynálezu jsou kapalně látky s viskozitou 1 000 až 20 000 mPa.s/25 °C, dobře mísitelné s běžnými typy epoxidů i polyizokyanátů. Rozpouštějí se v kyslíkatých rozpouštědlech zejména v alkoholech a ketonech, nebo směsích aromátů s alkoholy.

Adice se provádí známými způsoby, přikapáváním akrylátu nebo směsí akrylátů k polyaminu, ze míchání, při teplotě obvykle 50 až 100 °C. Na 1 mol akrylové skupiny se používá 0,99 až 1,01 molu polyaminu.

P ř í k l a d 1

Z produktu aminolýzy technického dichloretenu byl vzat destilační řez o složení: 19,8 % etylendiaminu, 0,2 % propylendiaminu, 75,3 % diethylentriaminu, 3,2 % dipropylentriaminu a 1,5 % triethylentetraminu. Tento řez má aminové číslo 1 665 mg KOH/g, střední aminovou funkčnost 4,81 a střední molekulovou hmotnost 96,1.

Do aparatury opatřené chladičem, míchadlem a teploměrem se předloží 97,0 g destilačního řezu (1,01 mol) a k němu se ze míchání přikapává 184 g (1 mol) etylhexylakrylátu takovou rychlostí, aby teplota reakční směsi nepřestoupila 60 °C. Po skončení přikapu se směs vyhřeje

na 80 °C a nechává se 60 minut doreagovat, načež se snížením tlaku na 1 333 Pa oddělí nežádoucí těkavé složky. Produktem je kapalina o viskozitě 351 mPa.s/25 °C, mající střední molekulovou hmotnost 280, aminové číslo 564 mg KOH/g a střední ekvivalentní hmotnost 73,5.

P ř í k l a d 2

Do aparatury se předloží 133 g technické frakce o složení: 95,7 % dipropylentriaminu, 3,3 % tripropylentetraminu a 1,0 % propylendieminu. Frakce má aminové číslo 1 272 mg KOH/g, střední molekulovou hmotnost 132,6 a střední funkčnost 5,02. Při 80 °C se k předložené frakci během 60 minut rovnoměrně přikapává 162 g (1 mol) benzylakrylátu. Po skončení přikapu se reakční směs nechá 90 minut doreagovat. Produkt má viskozitu 546 mPa.s/25 °C, střední molekulovou hmotnost 295, aminové číslo 571,6 mg KOH/g a střední ekvivalentní hmotnost 73,0.

P ř í k l a d 3

Do aparatury se předloží 140 g destilačního zbytku z aminolýzy dichlorethanu složení: 20,1 % tetraetylenpentaminu, 26,1 % trietylentetraminu, 1,5 % dietylentriaminu, 52,3 % neidentifikovaných polyaminů (6 látek). Destilační zbytek má střední molekulovou hmotnost 140,5, aminové číslo 1 462 mg KOH/g a střední funkčnost 5,66. Ze smíchání, při pokojové teplotě, se přikapává 240 g (1 mol) laurylakrylátu takovou rychlostí, aby se reakční teplota udržovala na 80 °C. Po skončení přikapu se reakční směs nechá 120 minut doreagovat. Další produkt má střední molekulovou hmotnost 381, aminové číslo 685 mg KOH/g, střední ekvivalentní hmotnost 81,8 a viskozitu 895 mPa.s/25 °C.

P ř í k l a d 4

Do aparatury se předloží 213 g technické frakce polyaminů o složení: 12,5 % etylen-diaminu, 67,8 % dietyllentriaminu, 18,4 % trietylentetraminu, a 1,3 % tetraetylenpentaminu. Frakce má střední molekulovou hmotnost 106,7, aminové číslo 1 622 mg KOH/g a střední funkčnost 5,09. Ze smíchání, při teplotě 60 °C, se rovnoměrně během 120 minut přikapává 254 g (1 mol) oktendioldiakrylátu. Po skončení přikapu se směs nechá 30 minut doreagovat. Produktem je kapalný edukt o viskozitě 2 580 mPa.s/25 °C, střední molekulová hmotnost 467, aminové číslo 982 mg KOH/g a střední ekvivalentní hmotnosti 57,2.

P ř í k l a d 5

Do aparatury se předloží 422 g (3 moly) destilačního zbytku, popsaného v příkladu 3. Při teplotě 50 °C se během 120 minut rovnoměrně přikapává 296 g (1 mol) trimetylolpropan-triakrylátu. Po skončení přikapu se reakční směs nechá 60 minut doreagovat. Produkt má viskozitu 15 086 mPa.s(25 °C, střední molekulovou hmotnost 718, aminové číslo 1 092 mg KOH/g a střední ekvivalentní hmotnost 51,4.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Adiční produkt vyznačený střední molekulovou hmotností 280 až 750, aminovým číslem 500 až 1 100 mg KOH/g a střední ekvivalentní hmotností 50 až 90, připravitelný reakcí esterů kyseliny akrylové o střední molekulové hmotnosti 120 až 300 s technickými frakcemi polyaminů nebo destilačními zbytky z výroby polyaminů.