

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

93 665

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 08.04.74 (P. 170205)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.12.75

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1977

MKP C08g 22/08

Int. Cl.²
C08G 18/83

W08L 75/00

W09Y 3/16

Twórcy wynalazku: Wiesław Olczyk, Wiesław Kalinowski

Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa
(Polska)

Sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych

1

Wynalazek dotyczy syntezy tworzyw sztucznych. Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych stosowanych do klejenia elastycznych materiałów.

Znany jest sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych polegający na reakcji toluilenodwuwizocyjanianu w roztworze benzenu, toluenu lub innego organicznego rozpuszczalnika z mieszaniną poliestrów z których jednym ze składników może być poliester z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego modyfikowany tereftalanem, oraz poliester z kwasu adypinowego i glikolu etylenowego, posiadającego w członie glikolowym rozgałęzienie w postaci grupy metylowej. Otrzymane w ten sposób elastomery wykazują wysoką elastyczność, ale w zastosowaniu do sklejania materiałów elastycznych, szczególnie elementów z tworzyw sztucznych nie są przydatne ze względu na zbyt małą przyczepność wstępną i zbyt małą wytrzymałość.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania roztworów elastomerów pozwalających otrzymać powłoki o dużej elastyczności, a zarazem o zdolności bardzo szybkiego wysychania filmu, o dużej przyczepności do elastycznych materiałów z tworzyw sztucznych, oraz o dużej przyczepności wstępnej tzw. adhezji natychmiastowej, a także o dużej wytrzymałości spoiny.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że jeżeli syntezę roztworów elastomerów poprowadzi się wychodząc

2

z określonej mieszaniny poliestrów, a reakcję z toluilenodwuwizocyjanianem poprowadzi się do uzyskania lepkości minimum 100000 cP w temperaturze 50°C, 50% roztworu elastomeru w organicznym rozpuszczalniku, toluenie lub benzenie, powłoki z tych elastomerów wykazywać będą bardzo dużą przyczepność do różnego rodzaju materiałów, odznaczać się też będą dużą wytrzymałością mechaniczną.

Nieoczekiwanie także stwierdzono, że korzystne własności powłok powstałych z roztworów tak otrzymanych elastomerów jeszcze bardziej poprawiają się, gdy w czasie procesu wytwarzania roztworów elastomerów doda się polimer octanu winylu lub kopolimer octanu i chlorku winylu.

Spostrzeżenia te wykorzystano przy opracowaniu sposobu wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych według wynalazku, który polega na reakcji toluilenodwuwizocyjanianu z określoną mieszaniną poliestrów, prowadzonej w środowisku benzenu, toluenu lub innego rozpuszczalnika z dodatkiem 2-etylokapronianu cynawego. Mieszanina poliestrów zawiera poza poliestrem kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o liczbie wodortlenowej około 60, przynajmniej 5% ilości wagowej wszystkich poliestrów, poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego modyfikowanego tereftalanem oraz przynajmniej 10% poliestru posiadającego w członie glikolu etylenowego rozgałęzienie w postaci grupy metylowej. Reakcję pro-

wadzi się w temperaturze około 70°—110°C do chwili osiągnięcia przez produkt reakcji tj. 50% roztwór elastomeru poliuretanowego w organicznym rozpuszczalniku, lepkości 100000 cP w temperaturze 50°C.

Następnie dodaje się polimer octanu winylu lub kopolimer chlorku i octanu winylu w ilościach 2 do 45 części wagowych na 100 części wagowe suchej masy elastomeru metanowego, po czym do produktu reakcji dodaje się rozpuszczalniki organiczne, jak octan etylu, aceton, cykloheksanon, metyloetyloketon, toluen itp. Tak otrzymane roztwory elastomerów odznaczają się poza tym wyjątkowo szybkim wysychaniem, a stosowane jako kleje wykazują bardzo dużą przyczepność wstępną, tzw. adhezję natychmiastową i są odporne na działanie plastifikatorów zawartych w sklejanym tworzywach, a penetrujących do spoiny łączącej sklejone powierzchnie.

Produkt reakcji nadaje się do sklejaniasztucznych materiałów szczególnie z tworzyw sztucznych, dla których wymagana jest duża przyczepność wstępna np. przy produkcji laminatów dywanowych, lub dywanowych płytek podłogowych.

Sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych, będących przedmiotem wynalazku ilustrują przykłady.

Przykład I. 85 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej około 58, 10 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu 1,2-propylenowego o liczbie wodorotlenowej około 55 i 5 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego modyfikowanego 20%-ami tereftalanu butylowego o liczbie wodorotlenowej 58 umieszcza się w kolbie reakcyjnej, dodaje się 120 g benzenu z czego oddestylowuje 20 g benzenu dla odwodnienia poliestrów. Następnie dodaje się 0,2 g 2-etylokapronianu cynawego i 9,5 g toluilenodwuzocyjanianu i całość wygrzewa w temperaturze 85°C do osiągnięcia produktu reakcji o lepkości cP w 50°C, tj. w ciągu około 5 godzin. Następnie dodaje się 2,2 g polioctanu winylu, rozpuszczonego w 20 g cykloheksanonu i miesza całość w ciągu 1 godziny. Następnie dodaje się w 3 porcjach w ciągu 1/2 godziny 190 g octanu etylu, obniżając stopniowo temperaturę wygrzewania do 50°. Po następnych 2 godzinach produkt wylewa się z kolby. Otrzymuje się około 400 g 25% roztworu elastomeru nadającego się do sklejanias np. papieru z folią z polichlorku winylu.

Przykład II. 60 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 58, 25 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego modyfikowanego 20%-ami tereftalanu etylowego o liczbie wodorotlenowej 58 i 15 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu 1,2-propylenowego o liczbie wodorotlenowej 55 umieszcza się w kolbie, dodaje 120 g toluenu z czego oddestylowuje 20 g dla odwodnienia poliestrów. Następnie dodaje się 0,1 g 2-etylokapronianu cynawego i 10,2 g toluilenodwuzocyjanianu i całość wygrzewa w temperaturze 105°C do osiągnięcia lepkości produktu w temperaturze 50°C — 220000 cP, tj. w ciągu około 7 godzin. Następnie dodaje się 25 g kopolimeru octanu i chlorku winylu o za-

wartości ca 13% polioctanu winylu, rozpuszczonego w 50 g cykloheksanonu i 50 g acetonu. Po wygrzewaniu w temperaturze 50°C w ciągu 2 godzin, dodaje się następnie 120 g octanu etylu i po następnym wygrzewaniu w tej temperaturze w ciągu 2 godzin, produkt wylewa się z kolby. Otrzymuje się około 500 g, 28% roztworu elastomeru nadającego się do klejenia np. podłóg dywanowych.

Przykład III. 20 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego modyfikowanego 10%-ami tereftalanu butylowego, 30 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu 1,3-butylenowego o liczbie wodorotlenowej 55, 50 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu dwuetylenowego o liczbie wodorotlenowej 42 i 120 g chlorobenzenu wprowadza się do kolby. Następnie oddestylowuje się 20 g chlorobenzenu dla odwodnienia mieszaniny poliestrów i dodaje 0,1 g 2-etylokapronianu cynawego oraz 8,8 g toluilenodwuzocyjanianu. Zawartość kolby wygrzewa się w temperaturze 110° do osiągnięcia lepkości 120000 cP w 50°C, tj. około 5 godzin. Następnie dodaje się 15 g polioctanu winylu rozpuszczonego w 45 g acetonu. Wygrzewa się zawartość kolby w ciągu 2 godzin w temperaturze 50°C i dodaje 155 g acetonu, mieszając bez dalszego ogrzewania w ciągu 2 godzin. Produkt po tym czasie wylewa się z kolby. Otrzymuje się około 400 g 30% roztworu elastomeru, nadającego się do klejenia folii poliestrowych.

Przykład IV. 20 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego o liczbie wodorotlenowej 58, 40 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu 1,2-propylenowego o liczbie wodorotlenowej 55, 40 g poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego modyfikowanego 20%-ami tereftalanu etylowego o liczbie wodorotlenowej 58, wprowadza się do kolby. Dodaje się 50 g benzenu z tego oddestylowuje całość i po oziębieniu do 60°C dodaje 100 g chlorku etylenu. Następnie dodaje się 0,1 g 2-etylokapronianu cynawego i 9,5 g toluilenodwuzocyjanianu. Całość wygrzewa się w temperaturze 75°C do osiągnięcia lepkości produktu 400000 cP w temperaturze 50°C tj. w ciągu około 8 godzin. Do tego produktu wprowadza się 20 g kopolimeru chlorku i octanu winylu o zawartości około 18% octanu winylu rozpuszczonego w 70 g acetonu i 10 g cykloheksanonu. Całość wygrzewa się w temperaturze 50°C w ciągu 2 godzin i następnie dodaje 20 g cykloheksanonu i 20 g octanu etylu. Po wygrzewaniu w temperaturze 50°C w ciągu 4 godzin dodaje się 260 g acetonu i 140 g octanu etylu. Całość miesza się w ciągu 1 godziny i wylewa z kolby. Otrzymuje się około 750 g około 15% roztworu nadającego się do klejenia folii poliestrowej, poliwinylowej z innymi elastycznymi materiałami jak tkaninami, foliami lub z papierem.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania roztworów elastomerów poliuretanowych w reakcji toluilenodwuzocyjanianu z poliestrami lub mieszaniną polioli zawierających mieszaninę poliestru z kwasu adypinowego i gli-

5 kolu etylenowego, ewentualnie modyfikowanego tereftalanem, lub poliestru z kwasu adypinowego posiadającego w członie glikolu etylenowego wbudowane rozgałęzienie w postaci grupy etylowej lub metylowej, prowadzonej w roztworze organicznego rozpuszczalnika jak toluenu lub benzenu z dodatkiem 2-etylokapronianu cynawego, **znamienny** **tym**, że w mieszaniu poliestrów przy wytwarzaniu roztworu elastomeru, stosuje się przynajmniej 5% poliestru kwasu adypinowego i glikolu etylenowego, modyfikowanego tereftalanem i przynaj-

5 mniej 10% poliestru posiadającego w członie glikolu etylenowego rozgałęzienie w postaci grupy metylowej, a reakcję prowadzi się do uzyskania przez produkt reakcji tj. 50% roztwór elastomeru uretanowego w organicznym rozpuszczalniku — 10 lepkości przynajmniej 100000 cP w temperaturze 50°C i następnie dodaje się polimeru octanu winylu lub kopolimeru chlorku winylu i octanu winylu w ilościach 2 do 45 części wagowych na 100 części wagowe suchej masy elastomeru uretanowego.

93 665

Errata do opisu nr 93 665

Lam 3, w. 41

Jest: o lepkości cP

Powinno być: o lepkości 100 000 cP

507 55