

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 089

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴

C 08 L 63/00

(21) PV 7752-87.N

(22) Přihlášeno 29 10 87

(40) Zveřejněno 12 09 89

(45) Vydáno 31 08 90

(75)

Autor vynálezu

KRUDENC LADISLAV ing., LIBOUCHEC,
NOVÁK JIŘÍ ing.CSc., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob přípravy urychlujícího plastifi-
kátoru

(57) Způsob přípravy urychlujícího
plastifikátoru pro epoxidové prysky-
řice tvrzené alifatickými polyaminy
spočívá v tom, že se zahřívá 1-naftol
s allylchloridem a hydroxidem drasel-
ným nebo sodným v molárním poměru 1 : 1
až 3 : 1 až 1,6 ve vodně alkalickém
prostředí při teplotě varu reakční smě-
si po dobu 4 až 8 hodin, lze výhodně
použít extrakce reakční směsi roztokem
hydroxidu draselného nebo sodného po
ukončení reakce. Z reakční směsi se od-
straní organická fáze a z ní se odstraní
těkavé podíly destilací do teploty 145°C
při tlaku 3,33 kPa po dobu 3/4 hodiny.

Vynález se týká způsobu přípravy urychlujícího plastifikátoru pro epoxidové pryskyřice tvrzené alifatickými polyaminy.

Pro úspěšné vytvrzení epoxidových pryskyřic alifatickými polyaminy se doporučuje pracovat při minimální teplotě 18 °C. Při nižších teplotách je nutné použít urychlovače tvrzení. Každé urychlení tvrzení je současně spojeno se zkrácením doby zpracovatelnosti. Použije-li se pomaleji reagující tvrdidlo, může nastat potřeba urychlení vytvrzení i při laboratorní teplotě. Urychlující vliv mají většinou donory vodíkového atomu, jako jsou alkoholy, fenoly, kyseliny či voda. Obvykle mají ale příliš nízké teploty varu a nelze je tudíž použít ve větším množství, nebo mají vyšší molekulovou hmotnost, ale pak bývají pevné a pro dávkování je musíme rozpouštět, například bisfenol A. Prakticky použitelný urychlovač má mít vedle účinnosti také dobrou zpracovatelnost, dávkovatelnost, snášlivost s pryskyřicemi a nemá mít nežádoucí vliv na vlastnosti vytvrzených hmot. Obvyklými urychlovači pro tvrzení alifatickými polyaminy při laboratorní teplotě jsou kyselina salicylová a benzoová, trietanolamin a kresol. Fenoly jsou účinné i při +5 °C, alkoholy již ne. Účinný je také bisfenol A, ale musí se před použitím rozpustit ve vhodném rozpouštědle. Kresol má nepříjemný zápach a vyplavuje se vodou. V tom jsou lepší vyšší alkylfenoly, ale mají nižší účinnost a je jich třeba užít větší množství. To lze použít tehdy, když má urychlovač plastifikující účinek, protože nedojde k prudkému zhoršení zejména mechanických vlastností. Účinnost urychlovače roste s kyselostí fenolické hydroxylové skupiny. Silné kyseliny ale neurychlují, raději tvoří s aminy soli. Někdy se používají amidy, imidy a nitrily kyselin, kondenzáty anilinu s formaldehydem, deriváty močoviny, piperazin, trifenylamin aj.

Nyní bylo zjištěno, že reakcí 1-naftolu s alkylchloridem a hydroxidem draselným nebo sodným v molárních poměrech 1 : 1 až 3 : 1 až 1,6 ve vodně-alkoholickém prostředí při teplotě bodu varu reakční směsi po dobu 4 až 8 hodin, případnou extrakcí roztokem hydroxidu draselného nebo sodného a destilačním zpracováním produktu při 145 °C za tlaku 3,33 kPa po dobu 3/4 hodiny lze získat účinný urychlující plastifikátor přímo z reakční směsi, aniž by se musely jednotlivé složky připravovat zvlášť a potom míchat v žádaném poměru.

Urychlující plastifikátor se vyrábí z 1-naftolu běžné jakosti, dále z alkylchloridu rovněž běžné jakosti. Pomocné suroviny tvoří technický etylalkohol a hydroxid draselný /hydroxid sodný/. Ty se smíchají podle zvolených molárních poměrů a vaří se požadovanou dobu pod zpětným chladičem. Po ochlazení se reakční směs zpracuje podle toho, do jaké míry má být 1-naftol odstraněn. Při požadavku co nejnižšího obsahu 1-naftolu se použije extrakce surového produktu roztokem hydroxidu draselného, má-li být jeho obsah vyšší, stačí postup bez extrakce. V obou případech se konečná úprava produktu po jeho separaci od enorganické fáze provede 1 hodinovou destilací do 140 °C při 3,33 kPa. Produkt tvoří tmavočervenou čirou kapalinu bez výrazného zápachu. V rozmezí molárních poměrů 1-naftol : alkylchloridu = 1 : 1,3 až 2,6 a reakční doby 4 až 8 hodin lze získat například tři typy urychlujícího plastifikátoru, jejichž přibližné složení uvádí následující tabulka:

Typ		A	B	C
1 - naftol	% hmot.	30	10	1
1 - naftylallyléter	"	40	60	89
4 - allyl - 1 - naftol	"	20	20	6
2 - allyl - 1 - naftol	"	10	10	4
viskozita při 25 °C	Pa.s	0,036	0,025	0,018

Stejným postupem lze připravit urychlující plastifikátor z 2-naftolu.

Příklad 1

Směs 144 g 1-naftolu, 150 ml etylalkoholu, 115 g allylchloridu, 200 ml vody a 60 g hydroxidu draselného se vaří pod zpětným chladičem 5 hodin. Po ochlazení a separaci se z organické fáze odstraní těkavé podíly destilací ve vakuu do 140 °C při 3,33 kPa. Ochlazením se ze surového produktu vyloučí zbytek nezreagovaného 1-naftolu. Po jeho odsátí na fritě se získá 150 g tmavočerveného produktu o viskozitě 0,036 Pa.s/25°C.

Příklad 2

Směs 144 g 1-naftolu, 150 ml etylalkoholu, 153 g allylchloridu, 250 ml vody a 90 g hydroxidu draselného se vaří pod zpětným chladičem 4 hodiny. K ochlazené reakční směsi se přidá dalších 20 g hydroxidu draselného a 70 ml benzenu a reakční směs se míchá po dobu 15 minut. Po separaci se z horní organické fáze odstraní těkavé podíly destilací ve vakuu do teploty 145 °C při tlaku 3,33 kPa po dobu 3/4 hodiny. Získá se 124 g tmavočerveného produktu o viskozitě 0,025 Pa.s/25 °C.

Příklad 3

Směs 144 g 1-naftolu, 150 ml etylalkoholu, 191 g allylchloridu, 250 ml vody a 52 g hydroxidu sodného se vaří pod zpětným chladičem 8 hodin. K ochlazené reakční směsi se přidá 30 g hydroxidu draselného, 70 ml benzenu a intenzivně se míchá 15 minut. Po zpracování reakční směsi podle př. 2 se získá 112 g tmavočerveného produktu o viskozitě 0,018 Pa.s/25 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy urychlujícího plastifikátoru pro epoxidové pryskyřice tvrzené alifatickými polyaminy, vyznačený tím, že se zahřívá 1-naftol s allylchloridem a hydroxidem draselným nebo sodným v molárních poměrech 1 : 1 až 3 : 1 až 1,6 ve vodně alkalickém prostředí při teplotě varu reakční směsi po dobu 4 až 8 hodin, a výhodou případné extrakce reakční směsi roztokem hydroxidu draselného nebo sodného po skončení reakce, z reakční směsi se separuje organická fáze a z ní se odstraní těkavé podíly destilací do teploty 145 °C při tlaku 3,33 Pa po dobu 3/4 hodiny.