



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

232284

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

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

(22) Přihlášeno 29 06 83
(21) (PV 4837-83)

(40) Zveřejněno 14 05 84

(45) Vydáno 15 06 86

(75)

Autor vynálezu

WIESNER IVO ing., WIESNEROVÁ LUDMILA ing., ÚSTÍ nad Labem

(54) Další produkt

Vynález se týká oboru syntetických pryskyřic a tvrdidel. Je řešen technický problém přípravy vhodných tvrdidel, pro houževnaté a pružné hmoty. Podstatou vynálezu je tvrdidlo, vznikající reakcí směsi epoxidové pryskyřice a akrylátů s polyenpolyeminy. Vynálezu lze využít při výrobě kompozitů.

Vynález se týká adičního produktu polyenpolyaminů se směsí epoxidové pryskyřice a esterů kyseliny akrylové.

Adiční produkty vznikající reakcí mezi polyaminy a epoxidovými pryskyřicemi nebo estery kyseliny akrylové, nelze použít v řadě odvětví, zejména jako vytvrzující složky epoxidových nebo polyizokyanátových pryskyřic. Adukty polyaminů s akryláty se používají jen výjimečně, protože způsobují nepravidelnou strukturu polymerní sítě, vedoucí k nepříliš dobrým mechanickým parametrům vytvrzené hmoty. Oproti tomu adukty epoxidů a polyaminů dovolují vytváření poměrně rovnoměrné struktury sítě, ale při zpracování je nezbytné používat je ve formě roztoků v těžkých rozpouštědlech nebo v přebytkovém polyaminu, protože mají příliš vysokou viskozitu. Obvykle se používají 50 až 70% roztoky aduktů v dietylentienu nebo trietylentetraminu. Hmoty vytvrzené těmito roztoky aduktů mají zvýšenou tepelnou stabilitu, poměrně dobré mechanické hodnoty (pevnost v tahu, tlaku), ale nízké hodnoty rázové pevnosti a vysokou křehkost.

Nyní jsme našli adiční produkt, poskytující vyváženou strukturu sítě vytvrzených hmot projevující se vysokou houževnatostí. Adiční produkt podle vynálezu má střední molekulovou hmotnost 180 až 1 200, aminové číslo 530 až 1 000 mg KOH/g a střední ekvivalentní hmotnost 30 až 105. Je připravitelný reakcí polyenpolyaminů se směsí sestávající z 50 až 95 hmot. % epoxidové pryskyřice o střední molekulové hmotnosti 340 až 600 a obsahu epoxidových skupin 0,300 až 0,587 mol/100 g, a z 5 až 50 hmot. % $C_4 - C_{12}$ esterů kyseliny akrylové, přičemž molární poměr polyenpolyaminu ku součtu obsahu epoxidových a akrylových skupin je 2 až 6 ku 1.

Adiční produkt podle vynálezu je složitou kompozicí aminických sloučenin, vznikající jednak adicí polyaminu na epoxid i akrylát, jednak adicí těchto látek s nezreagovanými epoxidovými a akrylovými složkami směsi. Pomocí stávající analytické techniky nelze složení adičního produktu uspokojivě stanovit.

Při přípravě adičního produktu se používají epoxidové pryskyřice připravené známými způsoby z dianu a epichlorhydrinu, jejichž střední molekulová hmotnost je 340 až 600 a obsah epoxidových skupin 0,300 až 0,587 mol/100 g.

Používané akryláty jsou estery kyseliny akrylové s $C_4 - C_{12}$ alkoholy, zejména s n-butenolem, izobutenolem, sec. butenolem, amylalkoholy, etylhexylalkoholem, laurylalkoholem, benzylalkoholem, metylbenzylalkoholem, cyklohexanolem, metylcyklohexanolem a podobně.

Jako polyenpolyaminů se používají s výhodou dietylentienu, dipropylentienu, trietylentetraminu, tripropylentetraminu, tetraetylenpantaminu a tetrapropylpentaminu. Lze však používat polyaminy technické čistoty, destilační řezy nebo destilační zbytky z aminolýzy dichlorealkanů a podobně.

Reakce se provádí tak, že do předloženého polyaminu, nebo směsi polyaminů, se vhodným způsobem přivádí kapalná směs epoxidové pryskyřice a akrylátu. Reakce je exotermní a reakční teplota se po dobu adice udržuje na hranici 60° C. Po skončení příkapu se reakční směs ponechá 30 až 120 minut dořezovat při 60 až 100 °C a dle potřeby se za sníženého tlaku oddělí nežádoucí těžké složky.

Adiční produkt podle vynálezu je možno použít zejména jako vytvrzující složku epoxidových pryskyřic, zejména kompozitů, bezrozpouštědlových nátěrových hmot, impregnačních hmot apod.

P ř í k l a d 1

Do skleněné sulfurační baňky objemu 1 500 ml, vybavené skleněným míchadlem, zpětným chladičem a kepačkou, se předloží 209 g technického dietylenetriaminu (čistota 95,3 %) 5,1:1 o aminovém čísle 1 555 mg KOH/g. Za míchání se přikapává směs sestávající z 27 g epoxidu (stř. mol. hmotnost 558,0, 287 mol) 100 g epoxyskupin) a 130 etylhexylekrylátu takovou rychlostí, aby teplota reakční směsi nepřestoupila 60 °C. Po skončení příkapu na reakční směs vyhřeje na 80 °C a na této teplotě se udržuje 60 minut k doreagování. Reakční produkt má viskozitu 23 868 mPa.s/25 °C, aminové číslo 525,8 mg KOH/g, střední molekulovou hmotnost 527, střední ekvivalentní hmotnost 84,02 a střední funkčnost 6,3. 100 g epoxidové pryskyřice o obsahu 0,535 mol/100 g epoxidových skupin se mísí se 45 g adičního produktu a nechá se při pokojové teplotě vytvrzovat 5 dnů. Vytvrzená hmota má pevnost v tahu 35,1 MPa, tažnost 15 % a rázovou houževnatost 44,1 kJ/m².

P ř í k l a d 2

Do popsané aparatury se předloží 281 g tetrapropylenpentaminu (2:1, čistota 99,9 %) a za míchání se přikapává směs sestávající z 5,0 g laurylekrylátu a 95 g epoxidové pryskyřice (střední molekulová hmotnost 342, obsah epoxidových skupin 0,581 mol/100 g). Po skončení příkapu se reakční směs vyhřeje na 100 °C a nechá 30 minut doreagovat. Produkt má viskozitu 8 920 mPa.s/25 °C, aminové číslo 741 mg KOH/g, střední molekulovou hmotnost 607, střední aminovou funkčnost 10,0 a střední ekvivalentní hmotnost 60,7. 100 g epoxidové pryskyřice obsahující 0,535 mol/100 g epoxidových skupin se mísí s 32,5 g adičního produktu a nechá se vytvrzovat 3 dny při 80 °C. Vytvrzená hmota má pevnost v tahu 55,1 MPa, tažnost 9 % a rázovou houževnatost 22,1 kJ/m².

P ř í k l a d 3

Do popsané aparatury se předloží 332 g dipropylentriaminu (6:1, čistota 99,1 %) a za míchání se přikapává směs sestávající z 50 g etylhexylekrylátu z 50 g epoxidové pryskyřice o střední molekulové hmotnosti 600 a obsahu 0,302 mol/100 g epoxidových skupin. Po skončení příkapu se reakční směs nechá 120 minut doreagovat při 60 °C. Produkt má viskozitu 6 370 mPa.s/25 °C, aminové číslo 679 mg KOH/g, střední molekulovou hmotnost 289, střední aminovou funkčnost 5,30 a střední ekvivalentní hmotnost 54,52. 100 g epoxidové pryskyřice obsahující 0,535 mol/100 g epoxidových skupin se mísí s 29,2 g produktu a nechá se vytvrzovat při pokojové teplotě 7 dnů. Vytvrzená hmota má pevnost v tahu 28,9 MPa, tažnost 35 %, rázovou houževnatost 150 kJ/m².

P ř í k l a d 4

Do aparatury se předloží 490 g dietylenetriaminu (čistota 98,5 %) a za míchání se přikapává směs sestávající z 50 g n-butylekrylátu a z 50 g nízkomolekulární epoxidové pryskyřice o střední molekulové hmotnosti 342. Reakční teplota se udržuje pod 60 °C. Po skončení příkapu se reakční směs nechá doreagovat 45 minut při 100 °C. Produkt má viskozitu 1 758 mPa.s/25 °C, střední molekulovou hmotnost 183, aminové číslo 1 045 mg KOH/g,

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Adiční produkt vyznačený střední molekulovou hmotností 180 až 1 200, aminovým číslem 530 až 1 000 mg KOH/g a střední ekvivalentní hmotnost 30 až 105, připravitelný reakcí polyenpolyaminů se směsí sestávající z 50 až 95 % epoxidových pryskyřic o střední molekulové hmotnosti 340 až 600 a obsahu epoxidových skupin 0,300 až 0,587 mol/100 g, a z 5 až 50 % C₄ - C₁₂ esterů kyseliny skrylové, při molárním poměru polyaminu ku součtu epoxidových a skrylových skupin 2 až 6 ku 1.