

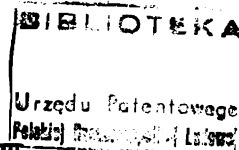
POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48932



Kl. 28, 29

3965, 30/04

MKP C 08 g

39/04

UKD

Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 2. VII. 1963 (P 102 056)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 2. XII. 1964

Współtwórcy wynalazku: Zbigniew Jedliński, Maria Tokarzewska

Właściciel patentu: Politechnika Śląska (Katedra Technologii Powłok
Ochronnych), Gliwice (Polska)

Sposób otrzymywania żywic epoksydowych o wysokiej odporności termicznej na bazie epichlorohydryny gliceryny i wielowodorotlenowych pochodnych naftalenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania żywic epoksydowych o wysokiej odporności termicznej.

Polimery epoksydowe dotychczas stosowane — pochodne polifenoli i α -epichlorohydryny gliceryny, dzięki swym znanym korzystnym własnościom stanowią cenne tworzywo organiczne. Poważnym ich mankamentem jest jednak zbyt niska odporność termiczna. Dotychczas stosowane do syntezy żywic polifenole: dwuhydroksybenzeny, dwuhydroksymononaftaleny i p,p-dwuhydroksydwufenylopropan, tak zwany dian, nie zapewniały dostatecznej termoodporności wymaganej w wielu technicznych zastosowaniach żywic.

Okazało się, że podwyższenie odporności termicznej żywic epoksydowych uzyskać można przez wprowadzenie w miejsce dianu czy innych dotychczas stosowanych fenoli, polifenoli o skondensowanych pierścieniach aromatycznych typu dwunaftyli jak na przykład α,α' i $\beta\beta'$ -dwuhydroksydwunaftyli.

Polimery otrzymane sposobem według wynalazku zależnie od stopnia spolimeryzowania mogą znaleźć zastosowanie jako żywice lane, kleje, impregnaty czy też żywice lakiernicze. Niskocząsteczkowe żywice-etry dwuglicydowe mogą być również stosowane jako substancje sieciujące, czy też aktywne rozcieńczalniki. Polimery według wynalazku posiadają odporności termiczne wyższe

2

od żywic z dianu o około 30—100°C (według metody „Pierścień-Kula”).

Syntezę nowych żywic przeprowadza się podobnie jak w przypadku żywic klasycznych z dianu, to jest przez działanie bezwodnego ługu sodowego, względnie stężonego roztworu ługu sodowego na roztwór polinaftolu w nadmiarze epichlorohydryny lub przez wkraplanie epichlorohydryny do wodnego roztworu naftolanu sodu. Wysokocząsteczkowe żywice uzyskać można przez stapianie żywic niskocząsteczkowych z odpowiednim naftolem.

Żywice po wyodrębnieniu ze środowiska reakcji, oczyszcza się przez przemycanie wodą od wydzielonej podczas reakcji soli kuchennej oraz wprowadzonego do reakcji ługu sodowego.

Zmiana stosunków molowych wyjściowych substratów pozwala na uzyskanie produktów o różnych stopniach polikondensacji. W zależności od stopnia polikondensacji otrzymuje się żywice o różnym ciężarze cząsteczkowym i konsystencji od ciekłej do stałej. W miarę wzrostu ciężaru cząsteczkowego polimeru zwiększa się jego odporność termiczna.

Nowe polimery dają się sieciować konwencjonalnymi metodami przy użyciu katalizatorów kwaśnych bądź alkalicznych.

Sposób otrzymywania nowych termoodpornych polimerów ilustrują podane przykłady.

Przykład 1.

Dla otrzymania niskocząsteczkowych produktów — eterów dwuglicydowych reakcję prowadzi się w reaktorze wyposażonym w mieszadło, termometr i chłodnicę zwrotną z nasadką azeotropową. Do roztworu α, α' -dwydroksydwnaftyłu w epichlorohydrynie [10—20 moli na grupę hydroksylową dwunaftolu] wkrapla się w temperaturze wrzenia roztworu 1—2-moli ługu sodowego na 1 mol dwyhydroksydwnaftyłu. Reakcję prowadzi się z zawracaniem epichlorohydryny do procesu aż do ustalenia się w nasadce azeotropowej niezmiennego poziomu wody. Następnie oddestylowuje się pod próżnią pozostałą epichlorohydrynę. Z pozostałości po destylacji wyodrębnia się przez ekstrakcję acetonem, eterem lub benzenem surowy produkt reakcji, który po przemyciu wodą do reakcji obojętnej wyodrębnia się z rozpuszczalnika przez jego odparowanie oraz następnie oczyszcza przez krystalizację z benzenu. Otrzymuje się eter dwuglicydowy α, α' -dwydroksydwnaftyłu o temperaturze mięknięcia 198—207°C [według metody „Pierścień-Kula”] z wydajnością około 60%.

Przykład 2.

Dla otrzymania polimerów o wyższym stopniu polikondensacji do reaktora wyposażonego w mieszadło, chłodnicę i wkrapacz daje się roztwór β, β' -dwydroksydwnaftyłu w 10%-wym ługu sodowym i ogrzewa do temperatury 45°C. Następ-

nie dodaje się epichlorohydrynę [1,2—1,6 moli na mol dwunaftolu] i ogrzewa mieszaninę do temperatury około 95°C przez 80 minut. Mieszanina rozdziela się na dwie warstwy. Warstwę wodną odsyfonowuje się z nad powierzchni produktu. Produkt przemywa się gorącą wodą, aż do reakcji obojętnej na lakmus. Żywicę wygrzewa się następnie na powietrzu w temperaturze 130°C. Otrzymuje się żywice o temperaturze mięknięcia według „Pierścień-Kula” od 92—154°C i wydajnością około 95%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania żywic epoksydowych o wysokiej odporności termicznej na bazie epichlorohydryny gliceryny i wielowodorotlenowych pochodnych naftalenu jako polifenoli, znamienny tym, że jako pochodne naftalenu stosuje się α, α' -dwydroksydwnaftył lub β, β' -dwydroksydwnaftył.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że dla otrzymania żywic niskocząsteczkowych stosuje się wysoki nadmiar epichlorohydryny gliceryny wynoszący 10—20 moli na grupę hydroksylową dwyhydroksydwnaftyłu.
3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że dla otrzymania żywic wysokocząsteczkowych stosuje się równoważne ilości epichlorohydryny i dwyhydroksydwnaftyłu.

