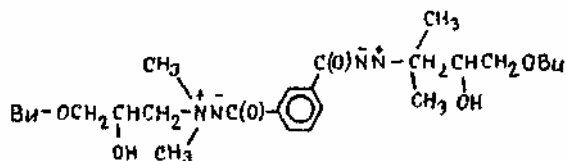
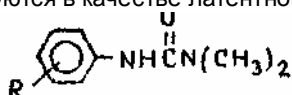


Изобретение относится к области органической химии, конкретно к бис-N,N-диметил-N-(2-гидрокси-3-бутоксипропил)амино-изо-фталимиду формулы I



который может найти применение в качестве латентного катализатора для отверждения эпоксидных композиций и получения высокопрочных клеев на их основе.

В литературе известен катализатор отверждения эпоксидных смол - VII-606/2 (2,4,6-трис(диметиламинометил)фенол), который используется в эпоксиангидридных и эпоксиаминных композициях [1]. При отверждении получают полимерный материал с хорошими физико-механическими свойствами. Недостатком этого катализатора является малое время жизни эпоксидных композиций (при 25°C - 7 часов). Известны эпоксиангидридные композиции, состоящие из эпоксидиановой смолы (ЭД-20) и изометилтетрагидрофталевого ангидрида (изо-МТГФА, № 1), эпоксиаминные композиции (ЭД-30 - м-фенилендиамин (МФДА, № 2), (ЭД-20 - 3,3-дихлор-4,4-диаминодифенилметан (Диамет "Х", № 3), в которых используются в качестве латентного катализатора несимметричные мочевины, формулы II:



где R = p-Cl, m-Cl, m-Cl и т.д.

имеющие время жизни при температуре 25°C от 1 до 3-х месяцев.

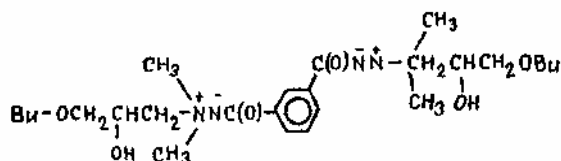
Основным недостатком композиции в присутствии катализатора ф. II являются:

- ограниченная совместимость катализатора ф. II с композицией, при стоянии выпадает осадок;
- низкая скорость желатинизации (120 мин при 120°C);
- низкие адгезионные характеристики эпоксидных композиций при повышенных температурах.

Несимметричные мочевины близки по механизму каталитического действия к заявляемому катализатору ф. I (при термораспаде образуется изоцианат и амин) и выбраны в качестве прототипа [1].

Задача изобретения - создание катализатора латентного действия для отверждения эпоксиангидридных (№ 1) и эпоксиаминных (№ 2, № 3) композиций с высокой скоростью желатинизации при нагреве и высокой теплостойкостью, с удовлетворительным временем жизни композиции при температуре хранения.

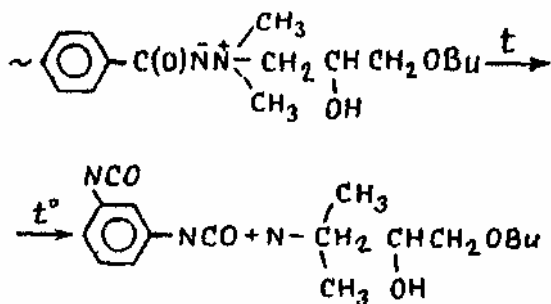
Техническая задача может быть решена получением и применением нового катализатора формулы I:



Данное соединение получают выдерживанием 1,1-диметилгидразина(1,1-ДМГ),ди-метилового эфира изо-фталевой кислоты и бутилглицидилового эфира (БГЭ) в изопропиловом спирте (ИПС) при t° = 20-25°C в течение 3 суток. Состав и строение соединения 1 подтверждено данными ЯМР-¹H спектроскопии. Достоинством заявляемого катализатора является его устойчивость при хранении в составе композиции (время жизни эпоксиангидридной композиции № 1 с катализатором 1~20-25 дней). Молекула соединения 1 нейтральна, не обладает токсичностью, не летуча, хорошо совмещается с ингредиентами эпоксидной композиции и не выпадает в осадок при хранении. Заявляемый катализатор с высоким выходом получают в одну стадию.

Применение катализатора ф. I в эпоксидных композициях по сравнению с аналогичными композициями в присутствии катализатора-прототипа (ф. II) увеличивает скорость желатинизации и теплостойкость при сохранении удовлетворительного времени жизни при 25°C.

Причину положительного эффекта мы усматриваем в том, что при температуре термораспада идет образование диизоцианата и третичного амина



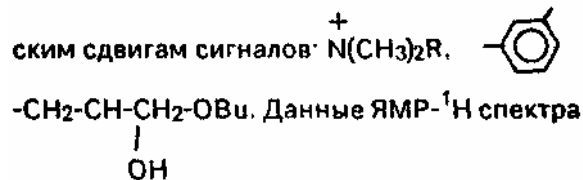
Образующийся третичный амин является катализатором полимеризации эпоксидной смолы, катализатор отверждения эпоксиангидридной и эпоксиаминных композиций. В присутствии изоцианата, третичного амина и эпоксидной смолы идет также образование бис-2-оксазолидона. Образующийся третичный амин мало

летуч.

Сопоставительный анализ заявляемого технического решения с прототипом показывает, что заявляемый катализатор I является "новым", отвечает критерию "новизны".

Методика получения катализатора ф. I.

Смесь 0,2М БГЭ (26 г), 1,1-ДМГ (0,2М. 12 г) и диметилового эфира изо-фталевой кислоты (0,1М, 12,4 г) в 50-100 мл сухого ИПС при перемешивании выдерживают 3-е суток при температуре 20-25°C. За ходом реакции следили по спектрам ЯМР-¹H. После завершения реакции растворитель упаривали на роторном испарителе. Получен вязкий продукт с выходом 95-98%. Соединение ф. I идентифицировали по химиче-



(растворитель- CDCl₃): $\delta_{N(CH_3)_2}^+ = 3,42$ м.д.; $\delta_{CH_2CHCH_2O} = 3,2-3,6$ м.д.; $\delta_{Ar} = 7,1-7,9$ м.д.; $\delta_{CH_2(Bu)} = 1,2-1,5$ м.д.; $\delta_{CH_3} = 0,84$ м.д.

Композиции № 1-3 готовили непосредственно перед применением простым механическим смешиванием компонентов в строгом соответствии с рецептурами (см. таблицу). Отверждение проводили по рецептам, общепринятым для отверждающихся смесей.

Адгезионные характеристики (прочность при равномерном отрыве, $\sigma_{ро}$ и сдвиге, $\tau_{сдв.}$) определяли по ГОСТу 14759-69, 14760-69. Адгезионные характеристики клеевых композиций приведены в таблице. Время желатинизации определяли по методике, описанной в [Методика определения времени желатинизации композиций эпоксидная смола ЭД-22 - изо-МТГФА. УкрНИИпласт-масс, Донецк, 1987] и приведены в таблице.

Из результатов, приведенных в таблице видно, что введение в состав эпоксиангидридных и эпоксиаминных композиций заявляемого катализатора (ф. I) приводит к значительному повышению теплостойкости ($\sigma_{ро}$, $\tau_{сдв}$ при 125°C) в 1,6-4,3 раза по сравнению с композициями, включающими катализатор-прототип. Кроме того, заявляемый катализатор ф. I ускоряет отверждение эпоксидных композиций по сравнению с прототипом ф. II в 1,5-10 раз. Сопоставительный анализ заявляемого технического решения с прототипом показывает, что заявляемый катализатор ф. I отвечает критерию "существенные отличия".

Таким образом, соединение ф. I является высокоэффективным катализатором латентного действия для отверждения эпоксидных композиций, существенно улучшающий адгезионные характеристики эпоксидных композиций.

Адгезионные характеристики клеевых композиций, полученных на основе эпоксиангидридных и эпоксиаминных композиций с добавками катализатора (ф. I) и прототипа (ф. II)

№ п/п	Состав композиции	Режим и время от- верждения	Время же- латиниза- ции	Прочность при равномерном отрыве			Прочность при сдвиге		
				$\sigma_{ро}$, МПа, при $t^{\circ}C$			$\tau_{сдв.}$, МПа, при $t^{\circ}C$		
				20	80	125	20	80	125
№ 1	ЭД-20 - 100 в. ч. изо-МТГФА - 76,6 в. ч. Катализатор а) Катализатор ф.1 - 1,0 в. ч. б) Прототип ф. П - 1,0 в. ч.	80°/10 ч + 120°/ 15 ч	при 120 °С						
				43,5	32,5	8,5	20,0	28,0	11,8
			12,5 мин 120 мин	51,4	32,4	2,0	12,0	13,0	6,6
№ 2	ЭД-20 - 100 в. ч. МФДА - 14,0 в. ч. Катализатор а) Катализатор ф.1 - 1,0 в. ч. б) Прототип ф. П - 1,0 в. ч.	50°/2 ч + 70°/ 8 ч	при 50 °С						
				38,0	34,6	21,3	15,5	4,1	25,5
			1 ч 20 мин 120 мин	43,6	23,0	13,2	15,2	22,0	10,0
№ 3	ЭД-20 - 100 в. ч. Диамет "х" - 33,2 в. ч. Катализатор а) Катализатор ф.1 - 1,0 в. ч. б) Прототип ф. П - 1,0 в. ч.	140°/10 ч	при 140 °С						
				52,2	52,6	34,8	29,6	26,0	21,0
			1 ч 15 мин 2 ч 15 мин	53,6	43,0	12,0	22,6	17,8	6,2