

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: **90107430.2**

51 Int. Cl.⁵: **D01F 11/14, D06M 15/55,**
C03C 25/02

22 Anmeldetag: **19.04.90**

30 Priorität: **21.04.89 DE 3913145**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.10.90 Patentblatt 90/43

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB IT

71 Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
D-6700 Ludwigshafen(DE)

72 Erfinder: **Kroker, Joerg, Dr.**
11 Jahnstrasse
D-6730 Neustadt(DE)
Erfinder: **Vargiu, Silvio**
Via Roma 104/55
I-Casatenovo (Como)(IT)

54 **Schlichte für Kohlenstoff-Fasern und Glasfasern.**

57 Die Erfindung betrifft eine Schlichte für Kohlenstoff-Fasern und Glasfasern aus einem Epoxidharz und einem Polyester, der einen hydrophilen und einen hydrophoben Molekülteil aufweist.

EP 0 393 665 A2

Schlichte für Kohlenstoff-Fasern und Glasfasern

Die Erfindung betrifft eine Schlichte für Kohlenstoff-Fasern und Glasfasern auf Basis einer wäßrigen Dispersion eines Epoxidharzes und eines Emulgators.

Insbesondere betrifft die Erfindung ein Schlichtemittel, welches die Verarbeitungseigenschaften - Faserstrangzusammenhalt, Bündelung, Spreizbarkeit, Fussel- und Flusenbildungsresistenz, Faserglätte und -weichheit, Abriebfestigkeit sowie leichte und zerstörungsfreie Abwickelbarkeit der gewöhnlich auf Spulen gelagerten Kohlenstoff- oder Glasfaser-Faserstränge - als auch die physikalischen Eigenschaften des die damit behandelten Fasern enthaltenden Verbundwerkstoffes verbessert.

Die Tatsache, daß Kohlenstoff-Fasern herausragende mechanische Eigenschaften, wie hohe Zugfestigkeit und hoher Elastizitätsmodul einerseits, und Leichtgewichtigkeit, hohe Wärmefestigkeit und chemische Widerstandsfähigkeit andererseits, in sich vereinigen, hat dazu geführt, daß diese Materialien vermehrt als Verstärkungselemente in Verbundwerkstoffen für die verschiedensten Anwendungen in Luft- und Raumfahrt, im Verkehrswesen oder bei Sportartikeln Verwendung finden. Insbesondere Carbon-Faser verstärkte Kunststoffe (CFK), deren Matrices Reaktionsharze wie Epoxidharze, Bismaleinimidharze, ungesättigte Polyesterharze oder Cyanatharze sind, werden für die genannten Zwecke bevorzugt eingesetzt.

Kohlenstoff-Fasern bestehen aus mehreren hundert bis hunderttausend Einzelfilamenten mit einem Durchmesser von 5 bis 20 μm , einer Zugfestigkeit von 1000 bis 7000 MPa und einem Elastizitätsmodul von 200 bis 700 GPa.

Üblicherweise werden Kohlenstoff-Fasern hergestellt, indem eine geeignete Polymerfaser aus Polyacrylnitril, Pech oder Rayon wechselnden kontrollierten Bedingungen von Temperatur und Atmosphäre ausgesetzt wird. Beispielsweise können Kohlenstoff-Fasern durch Stabilisierung von PAN-Fäden oder -Gewebe in oxidativer Atmosphäre bei 200 bis 300 °C und anschließender Carbonisierung in inerter Atmosphäre oberhalb 600 °C hergestellt werden. Derartige Verfahren sind Stand der Technik und beispielsweise beschrieben in H. Heißler, "Verstärkte Kunststoffe in der Luft- und Raumfahrt", Verlag W. Kohlhammer, Stuttgart, 1986.

Optimale Eigenschaften werden nur dann erhalten, wenn integrale Adhäsion zwischen Matrixmaterial und Verstärkungsfaser über einen weiten Bereich verschiedener Bedingungen von Temperatur und Feuchtigkeit gewährleistet ist.

Um dies zu erreichen, werden die Kohlenstoff-Fasern einer oxidativen Oberflächenbehandlung unterworfen und anschließend mit einem geeigneten Schlichtemittel versehen. Glasfasern hingegen werden nach dem Austritt aus der Spinnplatte durch Besprühen mit Wasser abgekühlt und danach durch Vorbeiführen an einer rotierenden Walze mit dem Schlichtemittel versehen, bevor die einzelnen Filamente zu sog. Rovings zusammengefaßt, zum Spinnkuchen aufgewickelt und dann in einem Ofen getrocknet werden.

Die Aufgabe der Schlichte ist vielgestaltig; einerseits soll sie die das Faserbündel konstituierenden sehr brüchigen Filamente - und damit das Faserbündel an sich - vor mechanischer Beschädigung bei der Handhabung und während des jeweiligen Verarbeitungsprozesses schützen und gute Handhabbarkeit und Verarbeitungseigenschaften auch nach längerer Lagerung der endlosen Faserstränge unter wechselnden Einflüssen von Temperatur und Feuchtigkeit auf eng gewickelten Spulen konservieren, andererseits soll die Schlichte für eine gleichmäßig gute Benetzung der Fasern durch das Matrixmaterial während des Verbundwerkstofffabrikationsprozesses sorgen. Ferner muß die Schlichte in ihrer Ganzheit mit dem jeweiligen Matrixmaterial chemisch kompatibel sein, um qualitativ hochwertige und dauerbelastbare Verbundwerkstoffe zu ermöglichen. Auch wenn der Verbund ständig wechselnden Bedingungen von Temperatur und Feuchtigkeit ausgesetzt wird, sollen keine Delaminationsprozesse, die die Folge von Unverträglichkeiten und Wasseraufnahme sind, auftreten.

Um einzelnen oder allen der genannten Anforderungen gerecht werden zu können, wurden eine Fülle der verschiedensten Schlichtemittel für Kohlenstoff-Fasern und Glasfasern vorgeschlagen.

Die sich abzeichnende bevorzugte Verwendung von Epoxidharzen als Basis vieler Schlichtemittel insbesondere für Kohlenstoff-Fasern ist wohl einerseits darauf zurückzuführen, daß im allgemeinen Epoxidharze als Matrices für die Herstellung von CFK eingesetzt werden, somit Schlichte/Matrix-Inkompatibilitäten kaum zu befürchten sind, andererseits auf die relativ hohe und damit unspezifische chemische Reaktivität des Oxiran-Ringes gegenüber einer Vielfalt von funktionellen Gruppen, wodurch auch andere als Epoxidharze als Matrix in CFK verwendet werden können.

Generell lassen sich Schlichtemittel für Kohlenstoff-Fasern in 2 Klassen gliedern, den Lösungs- und den Emulsionstyp. Bei dem Lösungstyp ist das Polymere, meist ein Harz, in einem niedrig siedenden organischen Lösungsmittel gelöst und wird aus verdünnter Lösung auf die Fasern appliziert. Bei der zweiten Klasse, dem Emulsionstyp, handelt es sich um durch Dispergierhilfsmittel, im folgenden als

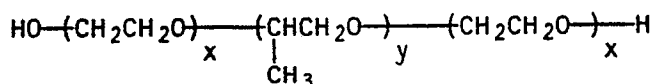
"Emulgatoren" bezeichnet, unterstützte, in Wasser dispergierte Harze. Sicherheitstechnische Aspekte der Toxizität und Entflammbarkeit sind der Grund, warum dem Emulsionstyp eindeutig der Vorzug zu geben ist.

Das Aufbringen der Schlichte vom Emulsionstyp auf die Kohlenstoff-Fasern geschieht derart, daß das Faserbündel durch die auf 1 bis 10 Gew.% Feststoffgehalt verdünnte, wäßrige Dispersion kontinuierlich hindurchgeführt und die Faser unmittelbar danach getrocknet und auf Spulen für Transport und Lagerung aufgewickelt oder direkt der weiteren Verarbeitung zugeführt wird; der Polymergehalt auf der so behandelten Faser beträgt dann etwa 0,5 bis 7 Gew.%.
5

Insbesondere stark verdünnte wäßrige Dispersionen hochviskoser, nicht selbstemulgierender Epoxidharze neigen zu geringer Emulsionsstabilität - große Teilchendurchmesser, chemisch wenig kompatible und/oder niedermolekulare Emulgatoren sind die Ursache.
10

Mit zunehmender Feinteiligkeit des Epoxidharzes steigt der Bedarf an Emulgator, also proportional der Oberflächenzunahme an dispergierten Teilchen. Für einen gleichmäßigen Schlichteauftrag auf die das Faser-Bündel konstituierenden Filamente ist eine möglichst feinteilige Dispersion Grundvoraussetzung, damit die Teilchen leicht in das Innere des Bündels eindringen können.

Nach DE-OS 3 436 211 soll als Emulgator ein Blockcopolymeres aus Polyethylenoxid und Polypropylenoxid der schematischen Formel
15



20

verwendet werden. Epoxidharzschichten auf Basis derartiger Emulgatoren weisen jedoch erhebliche Nachteile auf: Einerseits sind die Filmbildungseigenschaften dieser Dispersionen nur mäßig, andererseits zeigen Lamine, hergestellt aus Epoxidharz als Matrix und mit diesen Schlichtedispersionen behandelten Kohlenstoff-Fasern eine erhöhte Wasseraufnahme, die Delaminationserscheinungen bewirkt und damit zu geringer mechanischer Festigkeit dieser Verbunde unter heißfeucht Bedingungen führt. Dies ist wohl darauf zurückzuführen, daß dieser Emulgator zu 80 Gew.% terminierende hydrophile aliphatische Gruppen, nämlich Polyethylenoxid, und zu 20 Gew.% hydrophobe aliphatische Gruppen, nämlich Polypropylenoxid, aufweist; die getrocknete Schlichte erweist sich als extrem hygroskopisch. Hinzu kommt die nicht befriedigende chemische Kompatibilität dieser aliphatischen Emulgatoren mit der hydrophoben, überwiegend aromatischen Natur der Epoxidharze.
25
30

In DE-A 27 46 640 und EP-A 295 916 sind Schichten für Kohlenstoff-Fasern beschrieben, bestehend aus einer wäßrigen Dispersion einer Mischung von

- 35
- a) einem Epoxidharz,
 - b) einem Polyester aus einer ungesättigten Dicarbonsäure und einem oxyalkylierten Bisphenol und
 - c) einem als Emulgator wirkenden Oxyalkylenderivat eines Phenols.

Derartige Dispersionen zeigen keine ausreichende Lagerstabilität und haben bei starker Verdünnung zu geringe Filmbildungseigenschaften; außerdem sind sie nicht in der Lage, sehr feine Epoxidharzteilchen ausreichend und gleichmäßig zu emulgieren.
40

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Schlichtemittels für die Behandlung von Kohlenstoff-Fasern und Glasfasern, welches frei von organischen Lösungsmitteln und damit unbedenklich hinsichtlich Toxizität und Entflammbarkeit ist, welches die Handhabbarkeit und Verarbeitungseigenschaften der Faserstränge verbessert und auch längerfristig konserviert, welches eine sehr gute chemische Kompatibilität mit Epoxidharzmatrices über einen weiten Bereich von Temperatur- und Feuchtigkeitseinflüssen aufweist und damit letztendlich zu verbesserten mechanischen Eigenschaften der Verbundwerkstoffe, hergestellt aus einem Epoxidharz als Matrix und geschlichteten Kohlenstoff- oder Glas-Fasern, führt.
45

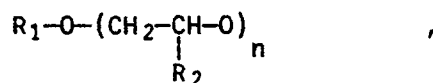
Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch eine Schlichte, enthaltend ein Epoxidharz und 5 bis 50 Gew.%, bezogen auf das Epoxidharz, eines Polyesters der allgemeinen Formel A₁-B-A₂-B-A₃-H, wobei die Symbole folgende Bedeutung haben:
50

- A₁ ist der Rest eines Monoalkohols,
- B ist der Rest einer Dicarbonsäure,
- A₂ ist der Rest eines Diols,
- A₃ ist der Rest eines Polyetherdiols,

und der Polyester ein Molekulargewicht zwischen 5000 und 50 000 aufweist.
55

Bevorzugt haben die Polyester ein Molekulargewicht zwischen 10.000 und 25.000.

A₁ hat die Struktur



- 5 worin R_1 einen aliphatischen, aromatischen oder araliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 C-Atomen, R_2 Wasserstoff oder Methyl und n eine ganze Zahl von 0 bis 30 bedeuten,
 B ist der Rest einer gesättigten oder ungesättigten, aliphatischen, cycloaliphatischen oder aromatischen Dicarbonsäure mit 2 bis 20 C-Atomen,
 10 A_2 ist der Rest eines sekundäre OH-Gruppen tragenden Diols mit 10 bis 60 C-Atomen,
 A_3 ist der Rest eines Polyetherdiols der Struktur $X_p-Y_q-Z_r$,
 mit $X = (\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})$



- $Z = (\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})$
 $p = 50 - 200$
 20 $q = 0 - 100$
 $r = 0 - 200$,
 wobei der Rest X das Kettenende bildet.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung liegt das Gewichtsverhältnis ($A_1 + B + A_2 + Z + Y$) : X zwischen 80:20 und 40:60.

25 Dem liegt die Erkenntnis zugrunde, daß für die Emulgatorwirkung des Polyesters ein optimales Verhältnis von hydrophoben zu hydrophilen Gruppen ausschlaggebend ist. Offenbar sind aber nur die am Kettenende befindlichen Polyethylenoxidgruppen X hydrophil, nicht jedoch Polypropylenoxidgruppen Y und mittelständige Polyethylenoxidgruppen Z.

30 Ganz allgemein gilt, daß solche Polyester gute Emulgatoren sind, die ein Molekulargewicht zwischen 5000 und 50 000 haben und aus einem hydrophoben Molekülteil M und einem hydrophilen Polyethylenoxid-Molekülteil X-H bestehen, wobei das Gewichtsverhältnis M:X zwischen 80:20 und 40:60, vorzugsweise zwischen 70:30 und 50:50 liegt. Ein Polyester mit einem M:X-Verhältnis von größer als 80:20 wirkt nicht mehr ausreichend emulgierend für das Epoxidharz; bei einem M:X-Verhältnis von kleiner als 40:60 erweist sich die Schlichte als zu hygroskopisch.

35 Zur Herstellung der als Emulgator eingesetzten Polyester wird vorzugsweise zunächst ein Äquivalent des Monoalkohols A_1-H mit etwa einem Äquivalent der Dicarbonsäure $H-B-H$ bzw. deren Anhydrid durch eine übliche Kondensationsreaktion zu dem Halbester A_1-B-H umgesetzt. In einem weiteren Schritt wird dieser Halbester mit etwa einem Äquivalent des Diols $H-A_2-H$ bzw. bevorzugt des entsprechenden Diepoxids kondensiert, bis die Säurezahl unter 1 mg KOH/g gesunken ist. Schließlich werden ein weiteres
 40 Äquivalent Dicarbonsäure $H-B-H$ bzw. das entsprechende Anhydrid sowie etwa 1 Äquivalent des Polyetherdiols $H-A_3-H$ zugefügt und solange kondensiert, bis die Säurezahl wieder unter 1 mg KOH/g gesunken ist.

Bevorzugter Monoalkohol A_1-H sind Oktylphenoxypolyethoxyethanol mit einem Molekulargewicht von etwa 640, sowie Nonylphenoxypolyethoxyethanol mit einem Molekulargewicht von etwa 615.

45 Bevorzugte Dicarbonsäuren $H-B-H$ sind Tetrahydrophthalsäure, Adipinsäure, Fumarsäure und Maleinsäure, geeignet sind aber beispielsweise auch Itaconsäure, Bernsteinsäure, ortho- und meta-Phthalsäure, Terephthalsäure, sowie gegebenenfalls deren Anhydride.

Die Dirole $H-A_2-H$ werden bevorzugt in Form der entsprechenden Diepoxide eingesetzt. Bevorzugte Diepoxide sind der Diglycidylether von Bisphenol A und F mit einem Epoxidäquivalentgewicht von etwa 100 bis 1000.

50 Als Dirole $H-A_3-H$ sind bevorzugt: ein Polyethylenoxid-Polypropylenoxid-Polyethylenoxid-Blockcopolymeres mit einem Molekulargewicht von etwa 14.000, sowie ein entsprechendes Blockcopolymeres mit dem Molekulargewicht von etwa 9.000; ferner Polyethylenoxid mit einem Molekulargewicht von etwa 4000.

Hauptbestandteil der erfindungsgemäßen Kohlenstoff-Faser- bzw. Glasfaser-Schlichte ist ein Epoxidharz. In Frage kommen dabei die üblichen Glycidylether von mono- oder polyfunktionellen, vorzugsweise
 55 aromatischen Alkoholen mit Epoxidäquivalentgewichten von 100 bis 1500 g/Äq. Bevorzugt sind Diglycidylether von Bisphenol A und F.

Zur Herstellung der Schlichte werden bevorzugt 100 Gew.-Teile Epoxidharz mit 5 bis 40, insbesondere 8 bis 30 Gew.-Teilen des Emulgators zusammengegeben, erwärmt und unter Rühren bis zur Bildung einer

klaren Schmelze homogenisiert. Danach wird unter intensivem Rühren portionsweise soviel Wasser zugesetzt, bis sich eine homogene Öl-in-Wasser-Emulsion bildet, die dann beliebig verdünnt werden kann. Die fertige Dispersion hat vorzugsweise eine Feststoff-Konzentration von 1 bis 10 Gew.%. Diese Schlichte zeichnet sich durch folgende Eigenschaften aus:

- 5 sehr feinteilige Dispersion mit hoher Lagerstabilität, guten Filmbildungseigenschaften, sowie ausgezeichneter Emulsionsstabilität auch der hochverdünnten Dispersion.

Zum Auftrag der erfindungsgemäßen Schlichte auf die Kohlenstoff-Fasern werden diese durch die Schlichte-Dispersion gezogen und anschließend in einem Trockenschacht mit 150 °C heißer Luft getrocknet. Auf der Faser sollen sich dann 0,3 bis 10 Gew.%, vorzugsweise 0,5 bis 2 Gew.% der Schlichte befinden.

- 10 Das Aufbringen der Schlichte auf Glasfasern wurde bereits eingangs definiert.

Die in den Beispielen genannten Teile und Prozente beziehen sich auf das Gewicht.

Die Beispiele I bis IX beschreiben die Herstellung von Polyestern, wobei nach Beispiel I-V erfindungsgemäße Emulgatoren hergestellt werden.

- Die Beispiele X bis XXIII beschreiben die Herstellung von Epoxidharzdispersionen. Dabei wurden in X bis XIV und XVI bis XXI erfindungsgemäße Emulgatoren nach den Beispielen I bis V eingesetzt. Die Beispiele XV und XX bis XXV sind nicht erfindungsgemäß; hier wurden Emulgatoren nach den Beispielen VI bis IX bzw. die bekannten, nicht erfindungsgemäßen Emulgatoren Pluronic L 31 und Pluronic F 108 der BASF Corp. eingesetzt.

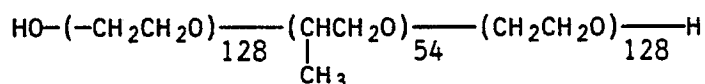
20

A. Herstellung der Emulgatoren

Beispiel I

25

- In einem 6 l Dreihalskolben ausgerüstet mit Flügelrührer, Innenthermometer, Rückflußkühler und Schutzgasanschluß (N₂) werden 1290 Teile Oktylphenoxypolyethoxyethanol mit einem Molekulargewicht von ca. 640 g/mol (Triton X100 von Rohm & Haas) unter Rühren bei 100 °C mit 300 Teilen Tetrahydrophthalsäureanhydrid versetzt. Nachdem die Temperatur auf 160 °C gesteigert worden ist, wird bei dieser Temperatur solange gerührt, bis die Reaktionsmischung eine Säurezahl von 70 mg KOH/g aufweist. Dann werden 760 Teile eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 190 g/Äq (Epikote 828 von Shell) zugesetzt. Nach nochmaliger Steigerung der Temperatur auf 180 °C läßt man das Reaktionsgemisch weitere 2 bis 4 h bei dieser Temperatur rühren, bis die Säurezahl < 1 mg KOH/g und das Epoxidäquivalentgewicht ca. 1200 g/Äq ist. Man läßt bis auf 140 °C abkühlen und setzt 28 000 Teile eines Polyethylenoxid-Polypropylenoxid-Blockcopolymeren der ungefähren Formel



40

- mit einem dampfdruckosmometrisch bestimmten Molekulargewicht von 13600 g/mol (Pluronic F108 der BASF Corp.) zu. Nach erneuter Steigerung der Temperatur auf 150 °C werden 300 Teile Tetrahydrophthalsäureanhydrid zugegeben, die Temperatur abermals auf 180 °C gesteigert und das Reaktionsgemisch unter Rühren bei dieser Temperatur belassen, bis die Säurezahl < 1 mg KOH/g beträgt.

45

Beispiel II

- Es wird wie in Beispiel I verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Oktylphenoxypolyethoxyethanols nun 1239 Teile Nonylphenoxypolyethoxyethanol mit einem Molekulargewicht von ca. 615 g/mol (Ethylan BCP von Lankro Chemicals Ltd.) eingesetzt.

Beispiel III

Es wird wie in Beispiel I verfahren, jedoch werden anstelle des dort bei beiden Säurekomponentezugaben in der Reaktionssequenz verwendeten Tetrahydrophthalsäureanhydrids nun zu Anfang 193 Teile

Maleinsäureanhydrid bei 100° C und bei der zweiten Zugabe dann 288 Teile Adipinsäure bei 150° C eingesetzt.

5 Beispiel IV

Es wird wie in Beispiel I verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von ca. 190 g/Äq nun 1800 Teile eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von ca. 475 g/Äq (Epikote 1001 von Shell) eingesetzt.

10

Beispiel V

Es wird wie in Beispiel I verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Polyethylenoxid-Polypropylenoxid-Blockcopolymeren nun 16600 Teile einer analog strukturierten Verbindung mit einem dampfdruckosmotrisch bestimmten Molekulargewicht von 9700 g/mol (Pluronic F68 der BASF Corp.) eingesetzt.

20 Beispiel VI (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel I verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Polyethylenoxid-Polypropylenoxid-Blockcopolymeren nun 2200 Teile einer analog strukturierten Verbindung mit einem dampfdruckosmotrisch bestimmten Molekulargewicht von 1070 g/mol (Pluronic L31 der BASF Corp.) eingesetzt.

25

Beispiel VII (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel I verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Polyethylenoxid-Polypropylenoxid-Blockcopolymeren nun 12000 Teile eines Polyethylenoxids mit einem dampfdruckosmotrisch bestimmten Molekulargewicht von 6200 g/mol (Pluriol E6000 der BASF AG) eingesetzt.

35 Beispiel VIII (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel I verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Polyethylenoxid-Polypropylenoxid-Blockcopolymeren nun 800 Teile eines Polyethylenoxids mit einem dampfdruckosmotrisch bestimmten Molekulargewicht von 410 g/mol (Pluriol E400 der BASF AG) eingesetzt.

40

Beispiel IX (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel I verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Polyethylenoxid-Polypropylenoxid-Blockcopolymeren nun 400 Teile eines Polyethylenoxids mit einem dampfdruckosmotrisch bestimmten Molekulargewicht von 210 g/mol (Pluriol E200 der BASF AG) eingesetzt.

45

B. Herstellung der Epoxidharzdispersionen

50

Beispiel X

170 Teile eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 190 g/Äq (Epikote 828 von Shell), 368 Teile eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 475 g/Äq (Epikote 1001 von Shell) und 95 Teile Emulgator wie in Beispiel I beschrieben werden zusammengegeben und durch Erhitzen auf 70° C und Rühren zu einer klaren Schmelze homogenisiert. Die Heizquelle wird entfernt und man läßt auf 60° C abkühlen. Bei dieser Temperatur werden nach Entfernen

der Heizquelle 325 Teile entionisiertes Wasser innerhalb ca. 30 min langsam zugegeben, wobei das Harzschmelze/Wasser-System intensiv mittels einer mit 1500 U/min drehenden Dissolverscheibe homogenisiert wird. Diese nun zugegebene Menge Wasser entspricht in etwa demjenigen Harz/Wasser-Verhältnis, bei dem die Wasser-in-Öl in eine Öl-in-Wasser-Emulsion übergeht. An diesem sogenannten Phaseninversionspunkt beträgt die Temperatur der Dispersion nun noch 45 °C. Anschließend wird die Agitation durch die Dissolverscheibe auf 200 U/min reduziert und weitere 620 Teile entionisiertes Wasser zum Verdünnen der Dispersion zugegeben.

10

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	390 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 °C :	25 200 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	-3 °C

15

20

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	40 Gew. %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 2,3 µm 50 % < 1,5 µm 10 % < 1,2 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	98,8 %
*Tyndall Effekt :	sehr stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, hochglänzend
*erforderliche Minimaltemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	7 °C

25

30

35

Beispiel XI

40

Es wird wie in Beispiel X verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators 95 Teile des nach Beispiel II hergestellten Emulgators eingesetzt.

45

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	388 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 °C :	24 000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	0 °C

50

55

5

10

15

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	40,1 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 2,4 µm 50 % < 1,3 µm 10 % < 0,6 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	98,5 %
*Tyndall Effekt :	sehr stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, hochglänzend
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	8 ° C

20

Beispiel XII

25

Es wird wie in Beispiel X verfahren, wobei sich jedoch die zu dispergierende Harzschmelzezubereitung zusammensetzt aus 100 Teilen eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 190 g/Äq (Epikote 828 von Shell), 170 Teile eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 475 g/Äq (Epikote 1001 von Shell) und 265 Teile eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 860 g/Äq (Epikote 1004 von Shell) und 95 Teilen des nach Beispiel I hergestellten Emulgators.

30

35

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	585 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	190000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	1 ° C

40

45

50

55

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	40,2 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 3,9 µm 50 % < 1,6 µm 10 % < 0,7 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	99,2 %
*Tyndall Effekt :	stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, hochglänzend
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	8 - 10 ° C

Beispiel XIII

Es wird wie in Beispiel XII verfahren, wobei jedoch der Anteil an Emulgator in der Harzschmelzezubereitung 160 Teile beträgt. Entsprechend wird die Menge an zum Verdünnen der Dispersion auf ca. 40 % Feststoffgehalt notwendigem Wasser erhöht.

5

10

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht :	525 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	247000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	1 ° C

15

20

25

30

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	39,8 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 4,8 µm 50 % < 3,1 µm 10 % < 1,2 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	96,5 %
*Tyndall Effekt :	schwach
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	leicht trüb
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	15-17 ° C

35

Beispiel XIV

Es wird wie in Beispiel X verfahren, wobei sich die zu dispergierende Harzschmelzezubereitung zusammensetzt aus 72 Teilen eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 190 g/Äq (Epikote 828 von Shell), 72 Teilen eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 475 g/Äq (Epikote 1001 von Shell), 388 Teilen eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 870 g/Äq (Epikote 1004 von Shell) und 182 Teile des in Beispiel I beschriebenen Emulgators. Die Anfangstemperatur der Harzschmelzezubereitung zu Beginn der Dispergierung beträgt 75 ° C.

50

55

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	735 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	785000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	1 ° C

5

10

15

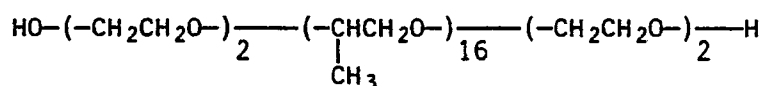
Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	40,4 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 1,8 µm 50 % < 1,2 µm 10 % < 0,6 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	98,2 %
*Tyndall Effekt :	sehr stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, hochglänzend
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	13-15 ° C

20

Beispiel XV (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel X verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 95 Teile eines Polyethylenoxid-Polypropylenoxid-Blockcopolymeren der ungefähren Formel

25



30

mit einem dampfdruckosmotrisch bestimmten Molekulargewicht von 1070 g/mol (Pluronic L31 der BASF Corp.) eingesetzt. Nachdem die zur Phaseninversion der Wasser-in-Öl-Emulsion in eine Öl-in-Wasser-Emulsion erforderliche Menge Wasser in die Harzschmelzezubereitung eindispersiert worden ist, führt die Zugabe von weiterem Wasser zum Einstellen der gewünschten Endkonzentration zum irreversiblen Zusammenbrechen der Dispersion (Emulsionsspaltung), das Polymere setzt sich in Form eines Schleimes ab.

35

40

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	380 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	26 100 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	6 ° C

45

50

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	-
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	-
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	-
*Tyndall Effekt :	-
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	-
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	-

55

Beispiel XVI

Es wird wie in Beispiel X verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 95 Teile des noch Beispiel III hergestellten Emulgators eingesetzt. Die erhaltene Dispersion ist leicht gelblich.

5

10

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	390 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	25 000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	-3 ° C

15

20

25

30

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 2,4 µm 50 % < 1,2 µm 10 % < 0,6 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	98,8 %
*Tyndall Effekt :	sehr stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, hochglänzend
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	7-8 ° C

35 Beispiel XVII

Es wird wie in Beispiel X verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 95 Teile des nach Beispiel IV hergestellten Emulgators eingesetzt.

40

45

50

55

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht :	390 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	29 000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	0 ° C

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	40,3 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 3,3 µm 50 % < 1,6 µm 10 % < 0,7 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	93 %
*Tyndall Effekt :	sehr stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, hochglänzend
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	9 ° C

Beispiel XVIII

Es wird wie in Beispiel X verfahren, wobei sich die zu dispergierende Harzschmelzezubereitung zusammensetzt aus 72 Teilen eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 190 g/Äq (Epikote 828 von Shell), 72 Teilen eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 475 g/Äq (Epikote 1001 von Shell), 388 Teilen eines Diglycidylethers von Bisphenol A mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 870 g/Äq (Epikote 1004 von Shell) und 200 Teilen des in Beispiel IV beschriebenen Emulgators. Die Anfangstemperatur der Harzschmelzezubereitung zu Beginn der Dispergierung beträgt 85 ° C.

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	748 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	800000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	2 ° C

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	40,6 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 3,7 µm 50 % < 1,8 µm 10 % < 0,8 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	97.5 %
*Tyndall Effekt :	stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, glänzend
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	14-16 ° C

Beispiel XIX

5

Es wird wie in Beispiel XII verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 160 Teile des nach Beispiel V hergestellten Emulgators eingesetzt.

10

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht :	572 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	18 300 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	-1 ° C

15

20

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	38,1 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 1,6 µm 50 % < 1,3 µm 10 % < 0,8 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	98,5 %
*Tyndall Effekt :	sehr stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, hochglänzend
*erforderliche Mindesttemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	8 ° C

30

35

Beispiel XX (Vergleich)

40

Es wird wie in Beispiel XII verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 160 Teile des nach Beispiel VI hergestellten Emulgators eingesetzt. Nachdem die zur Phaseninversion der Wasser-in-Öl in eine Öl-in-Wasser-Emulsion erforderliche Menge Wasser in die Harzschmelzezubereitung eindispersiert worden ist, führt die Zugabe von weiterem Wasser zum Einstellen der gewünschten Endkonzentration zum Zusammenbrechen der Dispersion. Innerhalb von 24 h setzen sich ca. 30 % des dispergierten Polymeren in Form eines Schleimes ab.

45

50

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht :	589 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	14 300 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	-3 ° C

55

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:

*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	< 10 %
*Tyndall Effekt :	-
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	-
*erforderliche Minimaltemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	-

Beispiel XXI (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel X verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 95 Teile (~ 15 %) des nach Beispiel VII hergestellten Emulgators eingesetzt.

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:

*Epoxidäquivalentgewicht :	382 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	30 400 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	-1 ° C

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:

*Feststoffgehalt :	34,9 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 3,2 µm 50 % < 2,0 µm 10 % < 1,0 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	90 %
*Tyndall Effekt :	stark
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	klar, glänzend
*erforderliche Minimaltemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	8-10 ° C

Beispiel XXII (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel XIV verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 182 Teile (~ 25,5 %) des nach Beispiel VII hergestellten Emulgators eingesetzt.

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht :	750 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	650000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	-1 ° C

Eigenschaften der erhaltenen wäßrigen Dispersion:	
*Feststoffgehalt :	40,2 %
*Teilchengrößenverteilung (Laser Licht Streuung) :	90 % < 3,1 µm 50 % < 1,7 µm 10 % < 0,6 µm
*gravimetrische Stabilität der mit entionisiertem Wasser auf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h :	87 %
*Tyndall Effekt :	sehr stark klar
*Erscheinung eines 15 µm dicken Filmes nach Trocknung :	
*erforderliche Minimaltemperatur der Dispersion zur Filmbildung :	11-13 ° C

Beispiel XXIII (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel XIV verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 58 Teile (~ 10 %) eines Polyethylenoxid-Propylenoxid-Blockcopolymer mit einem dampfdruckosmotrisch bestimmten Molekulargewicht von 10060 g/mol (Pluronic F108 der BASF Corp.) eingesetzt. Das in der Nähe des Phaseninversionspunktes erhaltene Dispersionskonzentrat läßt sich durch weitere Wasserzugabe nicht verdünnen. Es bilden sich zwei Phasen.

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht :	690 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 ° C :	890000 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	+10 ° C

Beispiel XXIV (Vergleich)

Es wird wie in Beispiel X verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 95 Teile des nach Beispiel VIII hergestellten Emulgators eingesetzt. Das in der Nähe des Phaseninversionspunktes erhaltene Dispersionskonzentrat läßt sich durch weitere Wasserzugabe nicht verdünnen. Es erfolgt Phasenseparation.

5

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	397 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 °C :	45400 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	-5 °C

10

Auch bei Verwendung von 235 Teilen des Emulgators nach Beispiel VIII wird keine Dispersion erhalten.

Beispiel XXV (Vergleich)

15

Es wird wie in Beispiel X verfahren, jedoch werden anstelle des dort verwendeten Emulgators nun 95 Teile des nach Beispiel IX hergestellten Emulgators eingesetzt. Das in der Nähe des Phaseninversionspunktes erhaltene Dispersionskonzentrat läßt sich durch weitere Wasserzugabe nicht verdünnen. Es erfolgt Phasenseparation.

20

Eigenschaften der Harzschmelzezubereitung vor dem Dispergieren:	
*Epoxidäquivalentgewicht (potentiometrisch) :	393 g/Äq
*Brookfield Viskosität bei 60 °C :	39100 mPas
*Glasübergangstemperatur (DSC) :	-2 °C

25

Tabelle 1

30

Teile eingesetzter Ausgangsmaterialien bei der Synthese der Emulgatoren wie in den Beispielen I bis IX beschrieben									
Einsatzstoffe	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX
35 Triton X100	1290	-	1290	1290	1290	1290	1290	1290	1290
Ethylan BCP	-	1239	-	-	-	-	-	-	-
Tetrahydrophthalsäureanhydrid	600	600	-	600	600	600	600	600	600
Maleinsäureanhydrid	-	-	193	-	-	-	-	-	-
40 Adipinsäure	-	-	288	-	-	-	-	-	-
Epikote 828	760	760	760	-	760	760	760	760	760
Epikote 1001	-	-	-	1800	-	-	-	-	-
Pluronic F108	28000	28000	28000	28000	-	-	-	-	-
Pluronic F68	-	-	-	-	16600	-	-	-	-
45 Pluronic L31	-	-	-	-	-	2200	-	-	-
Pluriol E6000	-	-	-	-	-	-	12000	-	-
Pluriol E400	-	-	-	-	-	-	-	-	800
Pluriol E200	-	-	-	-	-	-	-	400	-
Die Emulgatoren der Beispiele VI bis IX sind nicht erfindungsgemäß.									

50

55

890128

O.Z. 0050/40757

BASF Aktiengesellschaft

Tabelle 2
Physikalische Daten der Emulgatoren gemäß den Beispielen I bis IX sowie einiger Vergleichssubstanzen

Emulgator nach Beispiel 1	Molekulargewicht [g/mol] *	Schmelzpunkt [°C]	Viskosität [mPas] **	hydrophile Gruppen	
				hydrophobe Gruppen [Gew. %] ***	hydrophile Gruppen
I	17500	53-55	11800	36/64	
II	15500	52-54	11100	36/64	
III	12700	56-57		35/65	
IV	22700	54-56	18300	34/66	
V	11500	47-49	4720	34/66	
VI	1970	-	2460	4/96	
VII	6040	57-58	5960	82/18	
VIII	1380	-	1300	13/87	
IX	1540	-	2130	23/77	
Pluronic L31	1070	-	32	17/83	
Pluronic F108	13600	56-58	10300	80/20	

* dampfdruckosmetrisch in Chloroform

** bei 60°C nach Brookfield

*** Verhältnis terminierender hydrophiler aliphatischer Gruppen (Polyethylenoxid) zu hydrophoben aliphatischen bzw. alkyl-aryl-Gruppen (berechnet)

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

890128

O.Z. 0050/40757

BASF Aktiengesellschaft

Tabelle 3
Physikalische Daten der erhaltenen wäßrigen Dispersionen

Harzzubereitung	Dispersionen									
	X	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI	XVII		
Epikote 828	170	170	100	100	72	170	170	170		
Epikote 1001	368	368	170	170	72	368	368	368		
Epikote 1004	-	-	265	265	388	-	-	-		
I	95	-	95	160	182	-	-	-		
II	-	95	-	-	-	-	-	-		
III	-	-	-	-	-	-	95	-		
IV	-	-	-	-	-	-	-	95		
V	-	-	-	-	-	-	-	-		
VI	-	-	-	-	-	-	-	-		
VII	-	-	-	-	-	-	-	-		
VIII	-	-	-	-	-	-	-	-		
IX	-	-	-	-	-	-	-	-		
Pluronic L31	-	-	-	-	-	95	-	-		
Pluronic F108	-	-	-	-	-	-	-	-		
Epoxidäquivalentgewicht	390	388	525	585	735	380	390	390		
[g/Äq]										
Glasübergangstemperatur	-3	0	+1	+1	+1	+6	-3	0		
[°C]										
Viskosität [mPas] *	25200	24000	247000	190000	785000	26100	29000	(25000)		
Stabilität [%] **	98,8	98,5	96,5	99,2	98,2	keine	93	98,8		
Teilchengröße [µm] ***	1,5	1,3	3,1	1,6	1,2	Dispergierung möglich	1,6	1,2		

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Ansprüche

55

1. Schlichte für Kohlenstoff-Fasern und Glasfasern auf Basis einer wäßrigen Dispersion, enthaltend ein Epoxidharz und 5 bis 50 Gew.%, bezogen auf das Epoxidharz, eines Emulgators, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator ein Polyester der allgemeinen Formel

890128
O.Z. 0050/40757

BASF Aktiengesellschaft

Tabelle 3 - Forts.

Harzzubereitung	Dispersionen									
	XVIII	XIX	XX	XXI ¹⁾	XXII ¹⁾	XXIII	XXIII	XXIII	XXIII	XXIII
Epikote 828	72	100	100	170	72	72	170	170	170	170
Epikote 1001	72	170	170	368	72	72	368	368	368	368
Epikote 1004	388	265	265	-	388	388	-	-	-	-
I	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
II	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
III	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
IV	200	-	-	-	-	-	-	-	-	-
V	-	160	-	-	-	-	-	-	-	-
VI	-	-	160	-	-	-	-	-	-	-
VII	-	-	-	95	182	-	-	-	-	-
VIII	-	-	-	-	-	95	-	-	-	-
IX	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Pluronic L31	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Pluronic F108	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Epoxidäquivalentgewicht	748	572	589	382	750	690	397	397	397	393
[g/Äq]										
Glasübergangstemperatur	+2	-1	-3	-1	-1	+10	-5	-5	-5	-2
[°C]										
Viskosität [mPas] *	800000	183000	143000	30400	650000	890000	45400	45400	45400	39100
Stabilität [%] **	97,5	98,5	<10	90	87	Dispersion	Dispersion	Dispersion	Dispersion	Dispersion
Teilchengröße [µm] ***	1,8	1,3	sehr grob	2,0	1,7	koaguliert	koaguliert	koaguliert	koaguliert	koaguliert

* bei 60°C nach Brookfield

** gravimetrische Stabilität darauf 3 % FG verdünnten Dispersion nach 24 h

*** mittlere Teilchengröße (50 % der Teilchen kleiner als)

1) Emulgator erweist sich als zu hygroskopisch, was zu erhöhter Wasseraufnahme im Laminat führt

A₁-B-A₂-B-A₃-H (1)

ist, wobei die Symbole folgende Bedeutung haben:

A₁ ist der Rest eines Monoalkohols,

B ist der Rest einer Dicarbonsäure,

5 A₂ ist der Rest eines Diols,

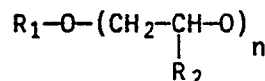
A₃ ist der Rest eines Polyetherdiols,

und der Polyester ein Molekulargewicht zwischen 5000 und 50 000 aufweist.

2. Schlichte nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Symbole folgende Bedeutung haben:

A₁ hat die Struktur

10



15

worin R₁ einen aliphatischen, aromatischen oder araliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 C-Atomen, R₂ Wasserstoff oder Methyl und n eine ganze Zahl von 0 bis 30 bedeuten,

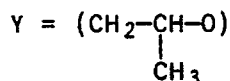
B ist der Rest einer gesättigten oder ungesättigten, aliphatischen, cycloaliphatischen oder aromatischen Dicarbonsäure mit 2 bis 20 C-Atomen,

20 A₂ ist der Rest eines sekundäre OH-Gruppen tragenden Diols mit 10 bis 60 C-Atomen,

A₃ ist der Rest eines Polyetherdiols der Struktur X_p-Y_q-Z_r

mit X = (CH₂-CH₂-O)

25



Z = (CH₂-CH₂-O)

30

p = 50 - 200

g = 0 - 100

r = 0 - 200.

wobei der Rest X das Kettenende bildet.

35

3. Schlichte nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis (A₁ + B + A₂ + Y + Z) : X zwischen 80:20 und 40:60 liegt.

40

4. Schlichte für Kohlenstoff-Fasern auf Basis einer wäßrigen Dispersion, enthaltend ein Epoxidharz und 5 bis 50 Gew.%, bezogen auf das Epoxidharz, eines Polyesters mit einem Molekulargewicht zwischen 5000 und 50 000 der allgemeinen Formel M-X-H, worin M ein hydrophober Molekülteil und X-H ein hydrophiler Polyethylenoxid-Molekülteil ist, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis M:X zwischen 80:20 und 40:60 liegt.

45

5. Schlichte nach Anspruch 1 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Epoxidharz ein Polyglycidylether eines aromatischen Polyalkohols mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 100 bis 1500 g/Äq. ist.

6. Kohlenstoff-Fasern, die mit 0,3 bis 10 Gew.% des Epoxidharzes und des Emulgators nach Anspruch 1 oder 4 geschlichtet sind.

50

7. Glasfasern, die mit 0,3 bis 10 Gew.% des Epoxidharzes und des Emulgators nach Anspruch 1 oder 4 geschlichtet sind.

55

60