



УКРАЇНА

(19) UA (11) 29784 (13) U  
(51) МПК (2006)  
C08G 59/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ОТВЕРДІННЯ ЕПОКСИДНОЇ КОМПОЗИЦІЇ

1

2

(21) u200711102

(22) 08.10.2007

(24) 25.01.2008

(72) БУКЕТОВ АНДРІЙ ВІКТОРОВИЧ, UA,  
СТУХЛЯК ПЕТРО ДАНИЛОВИЧ, UA, ДОБРОТВОР  
ІГОР ГРИГОРОВИЧ, UA, КАЛЬБА ЄВГЕН  
МИКОЛАЙОВИЧ, UA

(73) ТЕРНОПІЛЬСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ  
ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ІВАНА ПУЛЮЯ,  
UA

(56)

(57) Спосіб отвердіння епоксидної композиції, що полягає у створенні механічної суміші з епоксидної діанової смоли і отверджувача, який відрізняється тим, що до епоксидної діанової смоли додатково вводять пластифікатор і полідисперсний наповнювач, який попередньо змочують епоксидною діановою смолою, термообробляють при температурі 303-313 К протягом 30-40 хв. і опромінують ультрафіолетовими променями з довжиною хвиль 254 нм протягом 5-12 хв., а потім вводять отверджувач.

Корисна модель відноситься до області отримання композитних матеріалів і покриттів на їх основі для збільшення ресурсу роботи деталей машин та механізмів технологічного устаткування в машинобудуванні, радіотехнічній, хімічній і харчовій промисловості.

Відома корозійностійка композиція та спосіб її отримання [пат. №97020588, опубл. в "Промислова власність України", 1997, №5 "Корозійностійка композиція та спосіб її одержання"], що містить стирол, полістирол, перекис бензолу, диметиланілін та етилсилікат при способі формування захисного покриття, що ґрунтується на полімеризації стиролу в масі полістиролу, перекису бензолу і диметиланіліну, яка відбувається наступним чином: вихідну кількість стиролу і полістиролу ділять на дві частини у співвідношенні (45-55):(55-45), потім розчиняють першу і другу частини полістиролу відповідно у першій і другій частинах стиролу в окремих ємкостях, після чого при неперервному перемішуванні у першу частину суміші вводять диметиланілін і етилсилікат, далі отримані композиції зливають в ємкість і перемішують разом.

Недоліком відомого покриття та способу його отримання є трудомісткість формування покриття на деталях складного профілю та значні показники залишкових напружень, що зумовлюють низькі фізико-механічні властивості матеріалу у процесі експлуатації.

Найбільш близькою за технічною суттю до результату, який досягається і способу, що заявляється, є спосіб отвердіння епоксидної композиції [пат. №51962A, опубл. в "Промислова власність України", 2002, №12 "Спосіб отвердіння епоксидної композиції"], що полягає у створенні механічної суміші з епоксидної діанової смоли і отверджувача.

Недоліком такого способу формування покриттів є низькі фізико-механічні властивості матеріалу і високі показники залишкових напружень у ньому.

В основу корисної моделі поставлено задачу підвищення руйнівного напруження при згинанні епоксидних композитів і зниження показників залишкових напружень у них шляхом виконання способу отвердіння епоксидної композиції, що полягає у створенні механічної суміші з епоксидної діанової смоли і отверджувача, причому до епоксидної діанової смоли додатково вводять пластифікатор і полідисперсний наповнювач, який попередньо змочують епоксидною діановою смолою, термообробляють при температурі 303-313К протягом часу 30-40хв. і опромінують ультрафіолетовими променями з довжиною хвиль 254нм протягом часу 5-12хв., а потім вводять отверджувач.

Композицію формують і наносять на поверхню за такою технологією. Дозування компонентів, гідродинамічне змішування пластифікатора та епоксидної діанової смоли з підігрівом їх на

UA (19)  
29784 (11)  
U (13)

водяній ванні, змочування епоксидною смолою полідисперсного наповнювача і термообробка його при температурі  $T=303-343\text{K}$  протягом часу  $\tau=30-40\text{хв.}$ , охолодження наповнювача до кімнатної температури, опромінення ультрафіолетовими променями з довжиною хвиль  $254\text{нм}$  модифікованих епоксидною смолою полідисперсних часток наповнювача протягом часу  $5-12\text{хв.}$ , введення наповнювача у композицію, перемішування композиції, введення отверджувача, перемішування композиції. Отриману композицію протягом  $60-80\text{хв.}$  наносять на попередньо обезжирену поверхню методом пневматичного розпилення.

Як зв'язувач для захисного покриття вибрано низькомолекулярну епоксидно-діанову смолу марки ЕД-20 (ГОСТ 10687-76), яка у скловидному стані характеризується високими фізико-механічними властивостями та адгезійною міцністю до чорних металів і сплавів. Для зшивання епоксидного зв'язувача використовували отверджувач поліетиленполіамін (ПЕПА) (ТУ 6-02-594-73). Отверджувач у зв'язувач вводили при стехіометричному співвідношенні компонентів.

Формування компаунду на основі епоксидної діанової смоли ЕД-20 та пластифікатора дозволяє поліпшити реологічні властивості епоксидних композицій та знизити залишкові напруження у процесі експлуатації покриття.

Введення у пластифікований епоксидний діановий олігомер полідисперсного наповнювача забезпечує поліпшення когезійних і адгезійних властивостей матеріалу, а також зменшення залишкових напружень, що, у свою чергу, збільшує довговічність композита.

Попереднє змочування полідисперсного наповнювача епоксидною діановою смолою забезпечує утворення фізичних зв'язків між макромолекулами олігомера і активними центрами на поверхні дисперсних часток вже на початковому етапі формування композиції. Наступна термообробка модифікованого полідисперсного наповнювача забезпечує утворення жорстких зовнішніх поверхневих шарів навколо дисперсних часток, що на наступних етапах формування композиції поліпшує міжфазну взаємодію і сприяє поліпшенню антиседиментаційних та когезійних властивостей матеріалу.

Термообробка модифікованого полідисперсного наповнювача при температурі  $T=303-313\text{K}$  протягом часу  $\tau=30-40\text{хв.}$  забезпечує утворення фізичних і хімічних зв'язків між макромолекулами зв'язувача і активними центрами на поверхні дисперсних часток, що зумовлює поліпшення фізико-механічних властивостей композитів. Термообробка модифікованого полідисперсного наповнювача при температурі, яка вища оптимальних режимів та з тривалістю, що більша за час  $\tau=30-40\text{хв.}$ , зумовлює зменшення міжшарової взаємодії, що погіршує фізико-механічні властивості композита. Термообробка модифікованого полідисперсного наповнювача при температурно-часових режимах,

які нижчі від оптимальних значень, зменшує міжфазну фізичну і хімічну взаємодію, що погіршує когезійну міцність матеріалу.

Опромінення ультрафіолетовими променями з довжиною хвиль  $254\text{нм}$  модифікованого епоксидною смолою і термообробленого полідисперсного наповнювача забезпечує збільшення кількості фізичних зв'язків на межі поділу фаз "епоксидний олігомер - полідисперсний наповнювач". В результаті такого опромінення у зовнішніх поверхневих шарах епоксидного олігомера навколо дисперсних часток утворюються вільні активні радикали, які маючи високу рухливість активніше взаємодіють з центрами на поверхні твердої фази. Внаслідок цього підвищуються когезійні характеристики епоксиднокомпозитних систем.

Опромінення модифікованого епоксидною смолою і термообробленого полідисперсного наповнювача ультрафіолетовими променями протягом проміжку часу, що менший за час  $\tau=5\text{хв.}$ , не забезпечує утворення у зовнішніх поверхневих шарах кількості вільних радикалів, необхідних для поліпшення міжфазної взаємодії. Опромінення модифікованого епоксидною смолою і термообробленого полідисперсного наповнювача ультрафіолетовими променями протягом проміжку часу, що більший за час  $\tau=12\text{хв.}$ , не є доцільним, оскільки максимальна кількість вільних радикалів у зовнішніх поверхневих шарах епоксидного олігомера утворюється при опроміненні модифікованого наповнювача протягом часу  $\tau=5-12\text{хв.}$

Таким чином, порівняно з відомими технічними рішеннями заявлений об'єкт та спосіб його отвердіння має суттєві відмінності, а отримання позитивного ефекту зумовлено усією сукупністю властивостей компонентів.

В таблиці 1 наведено приклади конкретного виконання способу отвердіння епоксидної композиції: технічні рішення згідно з заявкою, контрольні приклади способу отвердіння прототипу, а також їхні порівняльні властивості при різних температурно-часових режимах отвердіння.

Спосіб отвердіння епоксидної композиції

№	Етапи способу отвердіння епоксидної композиції	Режими формування згідно з винаходом			Контрольні приклади					
		I	II	III	I	II	III	IV	V	VI
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	Змочування епоксидної діанової смоли отверджувача	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	Змочування епоксидної діанової смоли пластифікатора	+	+	+	+	+	+	+	+	+
3	Змочування епоксидною діановою смолою полідисперсного наповнювача	+	+	+	+	+	+	+	+	+
4	Температура термообробки модифікованого	303	308	313	293	298	303	313	303	313

	полідисперсного наповнювача, К																
5	Тривалість термообробки модифікованого полідисперсного наповнювача, хв.	30	35	40	15	20	35	35	40	30	30	40	50	60	-	-	-
6	Тривалість ультрафіолетового опромінення модифікованого полідисперсного наповнювача, хв.	5	9	12	1	3	12	5	5	12	9	9	15	20	-	-	-
7	Змішування епоксидної діанової смоли, пластифікатора, модифікованого, термообробленого і опроміненого ультрафіолетом полідисперсного наповнювача та отверджувача	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-
Характеристики епоксидного композита																	
1	Руйнівне напруження при згинанні, МПа	75,2	74,5	79,0	68,4	69,4	75,9	75,4	73,5	74,3	76,0	70,5	61,0	58,2	34,5	30,1	38,4
2	Залишкові напруження, МПа		3,1	3,1	3,6	3,9	3,7	3,5	3,5	3,3	3,6	3,7	3,5	3,8	6,2	6,1	5,8

Примітка: + етап технологічного процесу отвердіння епоксидної композиції проводили; - етап технологічного процесу отвердіння епоксидної композиції не проводили

Для визначення залишкових напружень епоксикомпозитних покриттів використовували консольний метод. Залишкові напруження в покритті визначали залежно від природи та вмісту наповнювачів. Покриття формували на сталій основі і стверджували при описаних вище температурно-часових режимах. Після витримки захисного покриття при температурі  $T=295K$  протягом часу  $\tau=24$  год знімали показники залишкових напружень.

Руйнівне напруження композитів при згинанні визначали згідно з ГОСТ 4648-71.