



УКРАЇНА

(19) UA (11) 36400 (13) U
(51) МПК (2006)
C09D 163/00МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОТВЕРДІННЯ ЕПОКСИДНОЇ КОМПОЗИЦІЇ

1

2

(21) u200806269

(22) 12.05.2008

(24) 27.10.2008

(46) 27.10.2008, Бюл.№ 20, 2008 р.

(72) ДОБРОТВОР ІГОР ГРИГОРОВИЧ, UA, БУКЕТОВ АНДРІЙ ВІКТОРОВИЧ, UA, БУКЕТОВА НАТАЛІЯ МИКОЛАЇВНА, UA

(73) ТЕРНОПІЛЬСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ЕКОНОМІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, UA

(57) Спосіб отвердіння епоксидної композиції, що полягає у створенні механічної суміші з епоксидної

діанової смоли і отверджувача, який відрізняється тим, що епоксидну діанову смолу обробляють постійним магнітним полем, після чого до неї додатково вводять оброблений височастотним магнітним полем пластифікатор і термообробляють при температурі 323-343 К протягом часу 1,8-2,0 год., потім вводять оброблений ультразвуком отверджувач і термообробляють композицію при температурі 393-413 К протягом часу 1,8-2,0 год.

Корисна модель належить до області отримання композитних покриттів 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 ємностях, після чого при неперервному перемішуванні у першу частину суміші вводять диметиланілін і етилсилікат, далі отримані композиції зливають в ємність і перемішують. Відомий спосіб одержання покриття та способу його отримання є трудоемність 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. №51962 А, опубл. в "Промислова власність України", 2002, №12 "Спосіб отвердіння епоксид-

ної композиції"], що полягає у створенні механічної суміші з епоксидної діанової смоли і отверджувача.

Недоліком вказаного способу формування покриттів є низькі значення антикорозійних властивостей матеріалу.

В основу корисної моделі поставлено задачу поліпшення корозійної тривкості епоксидних композицій шляхом виконання способу отвердіння епоксидної композиції, що полягає у створенні механічної суміші з епоксидної діанової смоли і отверджувача, причому епоксидну діанову смолу обробляють постійним магнітним полем, після чого до неї додатково вводять оброблений височастотним магнітним полем пластифікатор і термообробляють при температурі 323-343К протягом часу 1,8-2,0год., потім вводять оброблений ультразвуком отверджувач і термообробляють композицію при температурі 393-413К протягом часу 1,8-2,0год.

Композицію формують і наносять на поверхню за такою технологією.

Дозування компонентів, оброблення постійним магнітним полем епоксидної діанової смоли, оброблення височастотним магнітним полем пластифікатора, гідродинамічне змішування пластифікатора та епоксидної діанової смоли з підігрівом їх на водяній ванні, термообробка композиції при температурі $T=323-343K$ протягом часу $\tau=1,8-2,0$ год., охолодження композиції до кімнатної температури, оброблення ультразвуком отверджувача, введення отверджувача, перемішування композиції. Отриману композицію протягом 60-80хв.

UA (19) 36400 (13) U

наносять на попередньо обезжирену поверхню методом пневматичного розпилення. Термообробка композиції при температурі $T=393-413\text{K}$ протягом часу $\tau=1,8-2,0$ год.

Як зв'язуюче для захисного покриття вибрано низькомолекулярну епоксидно-діанову смола марки ЕД-20 (ГОСТ 10687-76), яка у скловидному стані характеризується високими фізико-механічними властивостями та адгезійною міцністю до чорних металів і сплавів. З метою поліпшення реологічних і когезійних властивостей епоксидного зв'язуючого до діанового олігомера додатково вводили пластифікатор у вигляді аліфатичної смоли. Крім того, формування компаунду на основі епоксидної діанової смоли ЕД-20 та пластифікатора дозволяє знизити залишкові напруження у процесі експлуатації покриття.

Для зшивання епоксидного зв'язуючого використовували отверджувач поліетиленполіамін (ПЕПА) (ТУ 6-02-594-73). Отверджувач у зв'язуюче вводили при стехіометричному співвідношенні компонентів.

Оброблення епоксидної діанової смоли постійним магнітним полем забезпечує активацію макромолекул олігомера, що сприяє кращому зшиванню епоксидної матриці. Оброблення пластифікатора високочастотним магнітним полем забезпечує утворення полярних активних радикалів, що забезпечує інтенсивну полімеризацію зв'язуючого і формування матеріалу з високим вмістом гель-фракції. Це суттєво підвищує фізико-механічні і антикорозійні характеристики захисних покриттів. Наступна термообробка суміші пластифікатора і епоксидної діанової смоли поліпшує міжфазову взаємодію і сприяє поліпшенню анти-

сидиментаційних (у випадку наповнення композиції дисперсними частками наповнювача) та когезійних властивостей матеріалу. Оброблення ультразвуком сприяє активації макромолекул поліетиленполіаміна до інтенсивнішої рекомбінації макромолекул і активних радикалів при зшиванні зв'язуючого.

Термообробка композиції при температурі $T=393-413\text{K}$ протягом часу $\tau=1,8-2,0$ год. забезпечує утворення фізичних і хімічних зв'язків між макромолекулами зв'язуючого і активними центрами на поверхні основи, що зумовлює поліпшення фізико-механічних властивостей композитів. Термообробка композиції при температурі, яка вища оптимальних режимів та з тривалістю, що більша за час $\tau=1,8-2,0$ год, зумовлює зменшення міжфазової взаємодії, що погіршує антикорозійні властивості композита. Термообробка композиції при температурно-часових режимах, які нижчі від оптимальних значень, зменшує міжфазову фізичну і хімічну взаємодію, що погіршує експлуатаційні характеристики матеріалу.

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 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.

Таблиця

Спосіб отвердіння епоксидної композиції

| № | Етапи способу отвердіння епоксидної композиції | Режими формування згідно з винаходом | | | Контрольні приклади | | | | | | | | | | Прототип | | |
|---|--|--------------------------------------|----|-----|---------------------|----|-----|----|----|----|-----|------|----|----|----------|----|-----|
| | | I | II | III | I | II | III | IV | V | VI | VII | VIII | IX | X | I | II | III |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
| 1 | Оброблення епоксидної діанової смоли постійним магнітним полем | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | - | - |
| 2 | Змішування епоксидної діанової смоли і отверджувача | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | + | + |
| 3 | Оброблення пластифікатора високочастотним магнітним полем | + | + | + | | | | | | | | | | | - | - | - |
| 4 | Змішування епоксидної діанової смоли і пластифікатора | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | - | - |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
|--------------------------------------|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 5 | Температура термообробки смоли і пластифікатора, К | 323 | 333 | 343 | 303 | 313 | 323 | 343 | 333 | 333 | 323 | 343 | 353 | 363 | - | - | - |
| 6 | Тривалість термообробки смоли і пластифікатора, год. | 1,8 | 1,9 | 2,0 | 1,5 | 1,7 | 2,0 | 1,8 | 1,8 | 2,0 | 1,9 | 1,9 | 2,3 | 2,5 | - | - | - |
| 7 | Оброблення отверджувача ультразвуком | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | - | - |
| 8 | Змішування епоксидної діанової смоли, пластифікатора та отверджувача | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | - | - |
| 9 | Температура термообробки композиції, К | 393 | 403 | 413 | 373 | 383 | 393 | 403 | 413+ | 413 | 393 | 413 | 423 | 433 | 393 | 403 | 413 |
| 10 | Тривалість термообробки композиції, год. | 1,8 | 1,9 | 2,0 | 1,5 | 1,7 | 2,0 | 1,8 | 1,8 | 2,0 | 1,9 | 1,9 | 2,3 | 2,5 | 1,8 | 1,9 | 2,0 |
| Характеристики епоксидного композита | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1 | Сорбція води покриттям у природних умовах, % | 0,005 | 0,003 | 0,004 | 0,019 | 0,017 | 0,006 | 0,007 | 0,005 | 0,008 | 0,007 | 0,010 | 0,013 | 0,015 | 0,034 | 0,036 | 0,048 |
| | Сорбція композитом 25%-ного розчину H ₂ SO ₄ , % | 8,1 | 7,9 | 8,0 | 9,4 | 9,6 | 8,4 | 8,7 | 8,5 | 8,8 | 8,9 | 8,3 | 9,3 | 9,6 | 16,3 | 16,9 | 16,2 |

Примітка:

- + етап технологічного процесу отвердіння епоксидної композиції проводили;
- етап технологічного процесу отвердіння епоксидної композиції не проводили.

Корозійну тривкість захисних покриттів визначали шляхом занурення зразків у розчин сірчаної кислоти, а також після витримки зразків в природних умовах. Тривалість витримки зразків з розміром 60×10×10мм в природних умовах становила 250діб, а у розчині сірчаної кислоти - 720год при температурі T=293±2K. Зразки з масою 1,0-1,2г перед дослідженнями і після витримки в агресивному середовищі зважували на аналітичних вагах марки ВЛР-200 з точністю до ±0,001г.

При збільшенні маси зразків розрахунок проникності агресивних середовищ проводили за формулою:

$$\chi = \frac{b-a}{a} \cdot 100,$$

а при зменшенні маси зразків розрахунок проникності агресивних середовищ проводили за формулою:

$$\chi = \frac{a-b}{a} \cdot 100,$$

де:

χ - корозійна тривкість, %;

a - маса зразків до випробовувань, г;

b - маса зразків після випробування, г.