

(19)



URZĄD  
PATENTOWY  
RZECZYPOSPOLITEJ  
POLSKIEJ

(10)

**PL 245474 B1**

(12)

## Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **442657**

(22) Data zgłoszenia: **2022.10.27**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2023.03.27 BUP 13/2023**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2024.08.05 WUP 32/2024**

(51) MKP:

**C09J 163/10** (2006.01)

**C09J 11/04** (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**POLITECHNIKA LUBELSKA, Lublin, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

**IZABELA MITURSKA-BARAŃSKA, Lublin, PL**

**ELŻBIETA DOLUK, Wierzbówka, PL**

**ANNA RUDAWSKA, Lublin, PL**

(74) Pełnomocnik:

**rzecz. pat. Paulina Pater, Lublin, PL**

(54) Tytuł:

**Kompozycja klejowa i sposób jej wytwarzania**

**PL 245474 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest kompozycja klejowa i sposób wytwarzania kompozycji klejowej.

Dotychczas znane są z książki pt. „Chemia i technologia żywic epoksydowych”, P. Czub i inni, WNT, Warszawa 2002, s. 253–269, kompozycje klejowe zawierające jako składniki żywice epoksydowe i utwardzacze oraz substancje modyfikujące w postaci różnych napęniaczy, w tym napęniaczy metalicznych, w ilościach od 25 do 50%, a nawet do 95%, które korzystnie wpływają na niektóre właściwości utwardzonego tworzywa epoksydowego.

Z publikacji pt. „Wpływ napęniacza metalicznego na proces sieciowania kompozytów epoksydowych oraz kształtowanie ich właściwości tribologicznych”, Z. Pawelec, J. Molenda, M. Wolszczak, Tribologia 2, 2011, 101–113, znane są kompozyty chemoutwardzalne, w których udział proszkowych napęniaczy metalicznych w postaci miedzi, brązu, mosiądzu i żelaza wynosił 70% m/m, a osnową polimerową kompozytów była żywica epoksydowa Epidian 5 oraz jako komponenty zastosowano również organiczne włókna poliamidowe w postaci pulpy oraz dodatek poprawiający właściwości tribologiczne – grafit.

Znane i stosowane są z publikacji pt. „Wpływ parametrów geometrycznych napęniaczy metalicznych na właściwości wytrzymałościowe kompozytów na osnowie żywicy chemoutwardzalnej”, M. Wolszczak, Z. Pawelec, J. Molenda, M. Wrona, Problemy Eksploatacji 4, 2008, 239–249, kompozyty metalopolimerowe przygotowane z żywicy epoksydowej oraz napęniaczy metalicznych o zróżnicowanych parametrach geometrycznych.

W publikacji pt. „Wpływ nanonapęniacza na wybrane właściwości kompozytów z recyklatem poliestrowo-szklanym”, M. Jastrzębska, Inżynieria i Aparatura Chemiczna, 51, 3, 2012, s. 63–64 przedstawiono natomiast kompozyty polimerowe z dodatkiem nanonapęniacza w postaci nanobentu w ilości 2%, gdzie mieszanie składników przeprowadzono w mieszalniku typu rama, z prędkością ok. 2000 obr/min.

Z opisu patentowego nr PL216081 B1 znany jest sposób otrzymywania kompozycji epoksydowej, prowadzony w temperaturze od 85°C do 95°C, do której wprowadza się modyfikowany glinokrzemian w ilości od 0,1 do 10% masowych i homogenizuje się go z żywicą poprzez kilkustopniowe mieszanie.

Z opisu patentowego PL228182 B1 znana jest kompozycja klejowa żywicy epoksydowej otrzymywanej z bisfenolu A i epichlorohydryny o średniej masie cząsteczkowej  $\leq 700$  oraz utwardzacza aminowego, zawierającego gramorównoważnik aktywnych atomów wodorowych 38 g/eq, oraz napęniacza w postaci cząsteczek metalicznych w ilości 2 części wagowych. Znany jest także sposób wytwarzania tej kompozycji polegający na wprowadzeniu napęniacza w postaci cząsteczek metalicznych w ilości 2 części wagowych na 100 części wagowych żywicy epoksydowej, a następnie po wymieszaniu wprowadzeniu utwardzacza aminowego, zawierającego gramorównoważnik aktywnych atomów wodorowych 38 g/eq, w ilości 15 części wagowych, po czym miesza się kompozycję w czasie od 1 do 3 minut, korzystnie 2 minuty, z prędkością 460 obr/min.

Znany jest z publikacji pt.: „Prace badawczo-rozwojowe nad polskimi nanobentonitami do napęniania polimerów”, M. Heneczowski i inni, Teka Komisji Budowy i Eksploatacji Maszyn. Elektrotechnika Budowlana-OL PAN, 2008, s. 33–36, dodatek modyfikowanego bentonitu do kompozytów poliamidu 6 z włóknem szklanym oraz do żywic poliestrowych w ilości 1,5 oraz 3%.

Z publikacji pt. „Kompozyty żywic poliuretanowych z dodatkiem Nanobentów”, M. Oleksy i inni, Polimery, 55, nr 3, 2010, s. 194–200 znany jest dodatek nanonapęniacza do żywicy poliuretanowej w ilości 1–3% wagowo w celu poprawy wytrzymałości utwardzonych kompozytów w porównaniu z właściwościami żywicy wyjściowej.

Znane jest z publikacji pt. „Nanocomposites based on montmorillonite and unsaturated polyester”, X. Kornmann i inni, Polymer Engineering and Science 38, nr 8, 1998, s. 1351–1358 zastosowanie montmorylonitu aktywowanego jonami sodu do wzmocnienia nienasyconej żywicy poliestrowej w ilości 1,5% wagowo w celu otrzymania wzrostu twardości próbek w porównaniu do czystej żywicy.

W publikacji pt. „Effect of metallic fillers on the hardness of polystyrene composites: An experimental investigation”, S.A. Abdulkareem i inni, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2019, 640, 012058, opisano zastosowanie cząsteczek aluminium i wypełnienia żelazowego jako napęniaczy w kompozytach polimerowych.

Znane jest z publikacji pt. „Role of different metallic fillers in non-asbestos organic NAO friction composites for controlling sensitivity of coefficient of friction to load and speed”, Tribology International, 2010, 43(5–6), 965–974, zastosowanie napęniaczy metalicznych w postaci włókna stalowego, włókna mosiężnego i proszku miedzi w nieazbestowych organicznych kompozytach ciernych.

Celem wynalazku jest opracowanie kompozycji klejowej do wykonywania połączeń klejowych stopów aluminium.

Istotą kompozycji klejowej zawierającej modyfikowaną za pomocą styrenu żywicę epoksydową o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g i utwardzacz aminowy w postaci trietylenotetraaminy o liczbie aminowej co najmniej 1100 mg KOH/g, według wynalazku, jest to, że składa się z modyfikowanej za pomocą styrenu żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g w ilości 89,3% wagowo składu kompozycji, utwardzacza aminowego w postaci trietylenotetraaminy o liczbie aminowej co najmniej 1100 mg KOH/g w ilości 8,9% wagowo składu kompozycji oraz napelnacza metalicznego w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1 w ilości 1,8% wagowo składu kompozycji.

Istotą sposobu wytwarzania kompozycji klejowej, według wynalazku, jest to, że do pojemnika z ciekłą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g w ilości 89,3% wagowo składu kompozycji wprowadza się napelnacz metaliczny w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1 w ilości 1,8% wagowo składu kompozycji.

Następnie ciekłą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicę epoksydową i napelnacz metaliczny w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1 miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego kotwicowego w czasie 3 minut z prędkością obrotową 730 obr/min w temperaturze 21°C i przy wilgotności powietrza 26%. Następnie po wymieszaniu wprowadza się utwardzacz aminowy w postaci trietylenotetraaminy o liczbie aminowej co najmniej 1100 mg KOH/g w ilości 8,9% wagowo składu kompozycji, po czym miesza się kompozycję za pomocą mieszadła mechanicznego kotwicowego w czasie od 1 do 3 minut z prędkością obrotową 460 obr/min w temperaturze 21°C i przy wilgotności powietrza 26%.

Korzystnie jest, gdy miesza się kompozycję za pomocą mieszadła mechanicznego kotwicowego w czasie 2 minut.

Korzystnym skutkiem wynalazku jest to, że wytworzona sposobem według wynalazku kompozycja klejowa charakteryzuje się zwiększoną wytrzymałością mechaniczną kleju epoksydowego w stanie utwardzonym w stosunku do znanych kompozycji klejowych niezawierających oraz zawierających napelnacze metaliczne. Zastosowanie cząsteczek stopu aluminium w kompozycji klejowej przyczynia się do zwiększenia sił wiązań adhezyjnych pomiędzy kompozycją klejową, a łączonymi elementami wykonanymi ze stopów aluminium oraz wpływa na poprawność ustalenia połączeń klejowych, czego efektem jest uzyskanie połączeń klejowych o założonej poprawności wymiarowo-kształtowej.

Sposób wytwarzania kompozycji klejowej polegał na tym, że do pojemnika z ciekłą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicy epoksydowej Epidian 53 o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g w ilości 100 g wprowadzono napelnacz metaliczny w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1/EN AW-2024 o wielkości cząsteczek od 0,2 do 0,3 mm w ilości 2 g. Następnie ciekłą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicę epoksydową i napelnacz metaliczny w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1/EN AW-2024 mieszało się za pomocą mieszadła mechanicznego kotwicowego w czasie 3 minut z prędkością obrotową 730 obr/min w temperaturze 21°C i przy wilgotności powietrza 26%. Po wymieszaniu wprowadzono utwardzacz aminowy w postaci trietylenotetraaminy Z-1 o liczbie aminowej co najmniej 1100 mg KOH/g w ilości 10 g, po czym mieszało się kompozycję za pomocą mieszadła mechanicznego kotwicowego w czasie 2 minut z prędkością obrotową 460 obr/min w temperaturze 21°C i przy wilgotności powietrza 26%.

Wytworzona kompozycja składa się z modyfikowanej za pomocą styrenu żywicy epoksydowej Epidian 53 o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g w ilości 100 g, utwardzacza aminowego w postaci trietylenotetraaminy Z-1 o liczbie aminowej co najmniej 1100 mg KOH/g w ilości 10 g oraz napelnacza metalicznego w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1/EN AW-2024 o wielkości cząsteczek od 0,2 do 0,3 mm w ilości 2 g.

Wytworzoną kompozycję klejową poddano badaniom wytrzymałości na ściskanie. Określono zgodnie z normą ISO 604, że wytrzymałość na ściskanie wytworzonej kompozycji wynosi 83 MPa, a odkształcenie ściskające wynosi 7,1%.

## Zastrzeżenia patentowe

1. Kompozycja klejowa zawierająca modyfikowaną za pomocą styrenu żywicę epoksydową o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g i utwardzacz aminowy w postaci trietylenotetraaminy o liczbie aminowej co najmniej 1100 mg KOH/g **znamienna tym**, że składa się z modyfikowanej za pomocą styrenu żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g w ilości 89,3% wagowo składu kompozycji, utwardzacza aminowego w postaci trietylenotetraaminy o liczbie

aminowej co najmniej 1100 mg KOH/g w ilości 8,9% wagowo składu kompozycji oraz napęlniacza metalicznego w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1 w ilości 1,8% wagowo składu kompozycji.

2. Sposób wytwarzania kompozycji klejowej określonej w zastrz. 1 **znamienny tym**, że do pojemnika z ciekłą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g w ilości 89,3% wagowo składu kompozycji wprowadza się napęlniacz metaliczny w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1 w ilości 1,8% wagowo składu kompozycji, po czym ciekłą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicy epoksydową i napęlniacz metaliczny w postaci cząsteczek stopu aluminium AlCu4Mg1 miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego kotwicowego w czasie 3 minut z prędkością obrotową 730 obr/min w temperaturze 21°C i przy wilgotności powietrza 26%, a następnie po wymieszaniu wprowadza się utwardzacz aminowy w postaci trietylenotetraaminy o liczbie aminowej co najmniej 1100 mg KOH/g w ilości 8,9% wagowo składu kompozycji, po czym miesza się kompozycję za pomocą mieszadła mechanicznego kotwicowego w czasie od 1 do 3 minut z prędkością obrotową 460 obr/min w temperaturze 21°C i przy wilgotności powietrza 26%.
3. Sposób, według zastrz. 2, **znamienny tym**, że miesza się kompozycję za pomocą mieszadła mechanicznego kotwicowego w czasie 2 minut.