



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

242 123

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 01 10 84  
(21) (PV 7441-84)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 08 G 59/50

(40) Zveřejněno 22 08 85  
(45) Vydáno 01 02 88

(75)  
Autor vynálezu

WIESNER IVO ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Tvrdidlo

Tvrdidlo se týká oboru epoxidových pryskyřic a tvrdidel. Je řešen technický problém flexibilizace epoxidových pryskyřic pomocí vytvrzování směsným tvrdidlem na bázi polyaminů a aminoamidových pryskyřic z oxidovaného parafinu. Tvrdidlo může být využito ve stavebnictví, strojírenství apod.

Vynález se týká směsného tvrdidla na bázi polyaminů a aminoamidových pryskyřic z oxidovaného parafinu.

Vytvrzování epoxidových pryskyřic běžnými typy polyaminů vede k hmotám tvrdým, ale málo houževnatým a křehkým. Pro praktické aplikace je nezbytné snížit křehkost a zvýšit houževnatost, což se uskutečňuje regulací hustoty sítě vytvrzené hmoty a flexibilizací vhodně volených segmentů polymerní sítě. Pro tyto cíle slouží reaktivní modifikátory (flexibilizátory) s dlouhým můstkovým nebo terminálním řetězcem, jako jsou např. polymerní mastné kyseliny, nízkomolekulární polyesterové karboxylové pryskyřice, nízkomolekulární kapalné kaučuky s terminálními karboxylovými nebo aminovými skupinami, nízkomolekulární aminopolyuretány a další. Většinou se jedná o látky poměrně drahé, někdy i obtížně zpracovatelné, popřípadě přinášející relativně nízký efekt a podobně. Poměrně slibné výsledky bylo možno očekávat od polyamidových pryskyřic na bázi oxidovaného parafinu. Oxidovaný parafin je v podstatě směsí mono- a dikarboxylových kyselin s relativně dlouhým alifatickým řetězcem, tvořeným obvykle 30 až 40 metylenovými skupinami, terminovaným krátkým větvením. V roli tvrdidel tyto aminoamidové pryskyřice dosud nebyly použity. Příčinou je mimo jiné i jejich voskovitě tuhá konzistence a poměrně vysoký bod měknutí, což znemožňuje aplikaci při pokojové teplotě.

Nyní jsme našli, že výše uvedené nedostatky známého stavu techniky lze řešit tvrdidlem zejména pro epoxidové pryskyřice na bázi polyaminů podle vynálezu, sestávajícím se ze 40 až 80 hmot. % polyaminu nebo směsi polyaminů o střední molekulové hmotnosti 60 až 300 a aminovém čísle 900 až 1 870 mg KOH/g a z 20 až 60 hmot. % aminosmidové pryskyřice na bázi polyaminů a oxidovaného parafinu, mající střední molekulovou hmotnost 500 až 1 500 a aminovém čísle 100 až 500 mg KOH/g.

Tvrdidlo podle vynálezu se připravuje smísením složek a homogenizací při zvýšené teplotě, obvykle při 80 až 100 °C. Při pokojové teplotě má tvrdidlo konzistenci viskózní kapaliny až řídké vazeliny, bez obtíží mísitelné ve všech poměrech se známými typy kapalných epoxidových pryskyřic. Vytvrzené hmoty mají sníženou smáčivost vodou, jsou pružnější a houževnatější než obdehné hmoty získané vytvrzením samotnými polyaminy.

Jako polyaminů se pro tvrdidlo podle vynálezu používá zejména alifatických polyenpolyaminů, jejich technických směsí nebo destilačních zbytků, alifatických alfa-omega diaminů a cyklických polyaminů. Nejčastěji jsou to etylendiamin, propylendiamin, diethylentriamin, dipropylentriamin, triethylentetramin, tripropylentetramin, tetraethylpentamin, tetrapropylpentamin, jejich technické směsi nebo zbytky po jejich izolaci destilací, dále 1,4-butandiamin, trimethylhexamethylendiamin, triacetondiamin, izoforondiamin, metandiamin, 1,3- nebo 1,4-cyklohexandiamin, xylylendiamin a další.

#### Příklad 1

561 g oxidovaného parafinu (1 mol) se nechá při 180 až 210 °C reagovat s 259 g (1 molem) tetraethylpentaminu (čistota 79,9 % dle aminového čísla za oddestilování kondenzační vody. Získá se voskově tuhá aminosmidová pryskyřice o střední

molekulové hmotnosti 802, bodu měknutí 52 °C, čísla kyselosti 3,4 mg KOH/g a aminovém čísle 275,3 mg KOH/g. 50 g této pryskyřice se při 80 až 90 °C roztaví a mísí s 50 g dietyltriaminu (čistota 98,9 %, podle aminového čísla). Po homogenizaci a zohladnutí se získá tvrdidlo konzistence řídké vazeliny, dobře mísitelné s epoxidovou pryskyřicí i při pokojové teplotě, mající aminové číslo 954 mg KOH/g a ekvivalentní hmotnost 110.

100 g nízkomolekulární epoxidové pryskyřice o střední molekulové hmotnosti 392 se mísí s 56,1 g získaného tvrdidla a nechá se vytvrdit. Vytvrzená hmota má pevnost v tahu 34,6 MPa, tažnost 9,2 % a rázovou houževnatost 22,6 kJ/m<sup>2</sup>. Vytvrzuje-li se táž pryskyřice samotným dietyltriaminem, získá se hmota s pevností v tahu 44,1<sub>2</sub> MPa, tažností 2,3 % a rázovou houževnatostí pouze 7,6 kJ/m.

#### Příklad 2

1 235 g oxidovaného parafinu (2 moly) se nechá reagovat s 260 g (1 mol) tetrapropylenpentaminu (čistota 94,2 %, podle aminového čísla). Získá se voskově tuhá aminoamidová pryskyřice mající aminové číslo 112,6 mg KOH/g, číslo kyselosti 5,2 mg KOH/g, bod měknutí 62,1 °C a střední molekulovou hmotnost 1 459. 20 g připravené aminoamidové pryskyřice se mísí s 80 g etylendiaminu a při 80 až 90 °C homogenizuje. Získá se viskózní kapalné tvrdidlo mající aminové číslo 1 510 mg KOH/g a ekvivalentní hmotnost 109, 3.

100 g nízkomolekulární epoxidové pryskyřice o střední molekulové hmotnosti 392, se mísí s 55,7 g připraveného tvrdidla a směs se nechá vytvrdit. Získaná hmota má pevnost v tahu 32,1 MPa, tažnost 12,5 % a rázovou houževnatost 28,9 kJ/m<sup>2</sup>. Táž epoxidová pryskyřice vytvrzená pouze etylendiaminem má pevnost v tahu 35,6 MPa, tažnost 3,8 % a rázovou houževnatost 11,1 kJ/m<sup>2</sup>.

#### Příklad 3

425 g oxidovaného parafinu (1 mol) se mísí se 103 g (1 mol) dietyltriaminu a nechá se zreagovat na aminoamidovou pryskyřici. Získaný produkt má střední molekulovou hmotnost 510?

aminové číslo 220,6 mg KOH/g, číslo kyselosti 2,8 mg KOH/g a bod měknutí 48 °C. 60 g této aminoamidové pryskyřice se mísí se 40 g trimethylhexametylendiaminu. Získané tvrdidlo má konzistenci velmi řídké vazeliny a je dobře mísitelné s epoxidem i při pokojové teplotě. Má aminové číslo 419 mg KOH/g a ekvivalentní hmotnost 118.

100 g nízkomolekulární epoxidové pryskyřice o střední molekulové hmotnosti 392, se mísí s 60,2 g tvrdidla a směs se nechá vytvrdit. Vytvrzená hmota má pevnost v tahu 41,9 MPa, tažnost 9,8 % a rázovou houževnatost 35,6 kJ/m<sup>2</sup>. Stejná epoxidová pryskyřice vytvrzená pouze trimethylhexametylendiaminem má pevnost v tahu 44,5 MPa, tažnost 5,6 % a rázovou houževnatost 15,3 kJ/m<sup>2</sup>.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Tvrdidlo zejména pro epoxidové pryskyřice na bázi polyaminů, vyznačené tím, že sestává hmotnostně ze 40 až 80 % polyaminu nebo směsí polyaminů o střední molekulové hmotnosti 60 až 300 a aminovém čísle 900 až 1 870 mg KOH/g, a z 20 až 60 % aminoamidové pryskyřice na bázi polyaminu a oxidovaného parafinu, mající střední molekulovou hmotnost 500 až 1 500, a aminovém čísle 100 až 500 mg KOH/g.