

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10)

PL 245476 B1

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **442659**

(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:

ANNA RUDAWSKA, Lublin, PL

IZABELA MITURSKA-BARAŃSKA, Lublin, PL

ELŻBIETA DOLUK, Wierzbówka, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Paulina Pater, Lublin, PL

(54) Tytuł:

Kompozycja klejowa i sposób jej wytwarzania

PL 245476 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 napęlniaczy, w tym napęlniaczy metalicznych, w ilościach od 25 do 50%, a nawet do 95%, które korzystnie wpływają na niektóre właściwości utwardzonego tworzywa epoksydowego.

Z publikacji pt. „Wpływ napęlniacza 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 napęlniaczy 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 napęlniaczy 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 napęlniaczy metalicznych o zróżnicowanych parametrach geometrycznych.

W publikacji pt. „Wpływ nanonapęlniacza 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 nanonapęlniacza 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 składająca się z żywicy epoksydowej otrzymanej z bisfenolu A i epichlorohydryny o średniej masie cząsteczkowej ≤ 700 oraz utwardzacza aminowego, zawierającego gramorównoważnik aktywnych atomów wodorowych 38 g/eq, oraz napęlniacz w postaci cząsteczek metalicznych w ilości 2 części wagowych.

Znany jest z publikacji pt.: „Prace badawczo-rozwojowe nad polskimi nanobentonitami do napęlniania 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 nanonapęlniacza 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. Kommann 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 napęlniaczy 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 napęlniaczy 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 elementów stalowych.

Istotą kompozycji klejowej zawierającej modyfikowaną za pomocą styrenu żywicę epoksydową o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g i utwardzacza 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 napelniacza metalicznego w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2 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 napelniacz metaliczny w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2 w ilości 1,8% wagowo składu kompozycji. Następnie ciekłą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicy epoksydowej i napelniacz metaliczny w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2 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 utwardzacza 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 zawierających napelniacze metaliczne. Zastosowanie cząsteczek stali nierdzewnej w kompozycji klejowej przyczynia się do zwiększenia sił wiązań adhezyjnych pomiędzy kompozycją klejową, a łączonymi stalowymi elementami 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 napelniacz metaliczny w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2, oznaczenie według normy PN-EN 100088, o wielkości cząsteczek od 0,1 do 0,3 mm w ilości 2 g. Następnie ciekłą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicy epoksydowej i napelniacz metaliczny w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2 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 utwardzacza 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 napelniacza metalicznego w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2 o wielkości cząsteczek od 0,1 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 82,3 MPa, a odkształcenie ściskające wynosi 7,3%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Kompozycja klejowa zawierająca modyfikowaną za pomocą styrenu żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g i utwardzacza 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 napętniacza metalicznego w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2 w ilości 1,8% wagowo składu kompozycji.

2. Sposób wytwarzania kompozycji klejowej określonej w zastrz. 1, **znamienny tym**, że do pojemnika z cieklą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej 0,41 mol/100 g w ilości 89,3% wagowo składu kompozycji wprowadza się napętniacz metaliczny w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2 w ilości 1,8% wagowo składu kompozycji, po czym cieklą modyfikowaną za pomocą styrenu żywicę epoksydową i napętniacz metaliczny w postaci cząsteczek nierdzewnej chromowo-niklowo-molibdenowej stali austenitycznej X5CrNiMo17-12-2 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.