SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**

ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(11), (21) Číslo dokumentu:

456-2001

(22) Dátum podania prihlášky: **25. 9. 1999**

(31) Číslo prioritnej prihlášky: **198 45 607.7**

(32) Dátum podania prioritnej prihlášky: **6. 10. 1998**

(33) Krajina alebo regionálna organizácia priority: **DE**

(40) Dátum zverejnenia prihlášky: **8. 10. 2001**
Vestník ÚPV SR č.: **10/2001**

(62) Číslo pôvodnej prihlášky v prípade vylúčenej prihlášky:

(86) Číslo podania medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **PCT/EP99/07143**

(87) Číslo zverejnenia medzinárodnej prihlášky podľa PCT. **WO00/20483**

(13) Druh dokumentu **A3**

(51) Int. Cl.[7] :

C08G 59/00

(71) Prihlasovateľ: **HENKEL TEROSON GMBH, Heidelberg, DE;**

(72) Pôvodca: **Schenkel Hubert, Sandhausen, DE;**

(74) Zástupca: **Majlingová Marta, Ing., Bratislava, SK;**

(54) Názov: **Kompozície epoxidovej živice, spôsob vytvrdzovania zložiek kompozície, ich použitie a spôsob lepenia kovových a/alebo kompozitných materiálov**

(57) Anotácia:
Opisujú sa kondenzačné produkty dianhydridov karboxylových kyselín, diamínov alebo polyamínov, najmä polyoxyalkylénamínov a polyfenolov alebo aminofenolov. Tieto kompozície obsahujú bežné kaučukové modifikované epoxidové živice, ako aj kvapalné a/alebo tuhé polyepoxidy, ako aj bežné tvrdivá a urýchľovače a prípadne plnivá a reologické pomocné prostriedky. Kompozície sú vhodné ako húževnaté, húževnaté odolné proti odlúpnutiu a odolné proti odlúpnutiu lepidlá vo výrobe automobilov a elektronike. Najmä pri veľmi nízkych teplotách majú tieto lepidlá veľmi dobré vlastnosti rázuvzdornosti a odolnosti proti odlúpnutiu.

SK 456-2001 A3

PV 456-2001 PCT
19.05.01

Kompozície epoxidovej živice, spôsob vytvrdzovania zložiek kompozície, ich použitie a spôsob lepenia kovových a/alebo kompozitových materiálov

Oblasť techniky

Predložený vynález sa týka zmesí zo špeciálnych kopolymérov s minimálne jedným fenolom zakončeným polyamidom prípadne polyimidom s teplotou sklenného prechodu minimálne – 30 °C a nižšou, zmesí týchto zložiek s epoxidovými živicami a/alebo aduktmi epoxidových živíc na kopolyméri s nižšou teplotou sklenného prechodu a/alebo na polyamide alebo polyimide ako aj termicky aktivovateľných latentných tvrdív živicových zložiek, ako aj prípadne urýchľovačov, plnív, tixotropných pomocných prostriedkov a ďalších bežných prísad. Vynález sa ďalej týka spôsobu výroby týchto kompozícií ako aj ich využitia ako reaktívne lepidlo.

Doterajší stav techniky

Reaktívne tavné lepidlá na báze epoxidu sú známe. Vo výrobe strojov, vozidiel alebo prístrojov, najmä pri výrobe lietadiel, koľajových vozidiel alebo automobilov sú vo zvyšujúcej sa miere pomocou lepidiel spojované súčiastky z rôznych kovových zložiek a/alebo kompozitov. Na štrukturálne zlepenia s vysokými nárokmi na pevnosť sú v širokom rozsahu používané epoxidové lepidlá, najmä ako jednozložkové lepidlá vytvrdzujúce sa za tepla, ktoré sú často formulované ako reaktívne tavné lepidlá. Reaktívne tavné lepidlá sú pritom lepidlá, ktoré sú pri izbovej teplote tuhé a mäknú, až keď dosiahnu teplotu približne 80 až 90 °C, a správajú sa ako termoplastický materiál. Až pri vyšších teplotách približne od 100 °C sa aktivujú latentné tvrdivá prítomné v týchto lepidlách, takže sa uskutoční ireverzibilné vytvrdnutie na duroplast. Na spájanie stavebných častí, napríklad v automobilovom priemysle, sa lepidlo najskôr nanesie teplé na minimálne jeden povrch substrátu, ktorý sa potom spojí so spojovaným dielcom. Po ochladení potom lepidlo stuhne a týmto fyzikálnym tvrdnutím zaistí dostatočnú pevnosť na manipuláciu, t.j. predbežné spojenie. Takto navzájom spojené diely sa ďalej

upravujú v rôznych oplachovacích, fosfátovacích a lakovacích kúpeľoch. Až následne sa lepidlo vytvrdí v peci pri vyšších teplotách.

Konvenčné lepidlá a tavné lepidlá na báze epoxidových živíc sú vo vytvrdnutom stave tvrdé a krehké. Pomocou nich získané zlepenia majú spravidla veľmi vysokú pevnosť v ťahu a strihu. Pri namáhaní vyštepovaním, nárazmi alebo nárazmi a vyštepovaním, najmä pri nízkych teplotách sa ale odlupujú, takže pri týchto typoch namáhania lepeného spoja ľahko nastáva strata spojenia. Bolo preto množstvo návrhov modifikovať epoxidové živice takým spôsobom flexibilnými prísadami, aby sa ich krehkosť zreteľne znížila. Bežný spôsob spočíva v použití špeciálnych kaučukových aduktov na epoxidovej živici, ktoré sú usadené ako heterodisperzná fáza v matrici epoxidovej živice, takže epoxidy budú húževnatejšie. Tieto kompozície epoxidovej živice sa označujú aj ako „Toughened". Bežné, známe modifikovanie epoxidových živíc predtým uvedeného typu spočíva v reakcii polybutadién-ko-akrylnitrilkopolyméru s karboxylovými koncovými skupinami s epoxidovou živicou. Tento kaučukovo-epoxidový adukt sa potom disperguje v jednej alebo viacerých rôznych epoxidových živiciach. Pritom musí byť reakcia epoxidovej živice s butadién-akrylnitrilovým kaučukom s koncovými karboxylovými skupinami vedená tak, aby neviedla k predčasnému vytvrdnutiu aduktu. Aj keď takto modifikované kompozície epoxidovej živice sú vo vzťahu k odolnosti proti nárazom oproti nemodifikovaným epoxidovým živiciam zreteľne lepšie, je ich správanie pri namáhaní vyštepovaním prípadne nárazmi a vyštepovaním stále nedostatočné.

Z EP-A-0 343 676 sú známe kompozície tavných lepidiel, ktoré sa skladajú zo zmesi viacerých epoxidových živíc, fenolickej živice ako aj polyuretán-epoxidového aduktu. Obsiahnutý polyuretán-epoxidový adukt sa skladá z reakčného produktu viacerých polyalkylénglykolmono- a kopolymérov s primárnymi a sekundárnymi OH-skupinami, diizokyanatanu a minimálne jednej epoxidovej živice. Je uvedené, že tieto kompozície tavných lepidiel majú oproti rôznym, komerčným jednozložkovým kompozíciám tavných lepidiel lepšiu odolnosť v strihu, odolnosť proti vyštepovaniu a rázuvzdornosť, o vlastnostiach lepidla vytvrdnutých zlepených spojov pri nízkych teplotách nie sú uvedené žiadne údaje.

US-A-5 290 857 opisuje kompozíciu epoxidových lepidiel obsahujúcu epoxidovú živicu ako aj práškový polymér jadro/obal a tvrdivo epoxidovej živice

aktivovateľné teplom. Práškový polymér jadro/obal je zložený z jadra obsahujúceho akrylátový alebo metakrylátový polymér s teplotou sklenného prechodu -30 °C alebo nižšou a obalu obsahujúceho akrylátový alebo metakrylátový polymér, ktorý obsahuje zosieťovateľné monomérne jednotky a ktorých teplota sklenného prechodu je vyššia alebo rovná 70 °C, pričom hmotnostný pomer jadra k obalu je v rozsahu od 10:1 do 1:4. Je uvedené, že tieto kompozície majú vynikajúce vlastnosti lepidla ako odolnosť proti nárazom, odolnosť v ťahu a strihu a odolnosť proti T-vyštepovaniu a okrem toho majú dobrú parciálnu želatinačnú schopnosť. Údaje o vlastnostiach spojov zlepených týmito lepidlami pri nízkych teplotách nie sú uvedené.

Analogickým spôsobom opisuje US-A-5 686 509 kompozíciu so zosilnenou adhéziou pre epoxidové živice, ktorá sa skladá z práškových častíc kopolyméru, ktoré sú iónovo zosieťované mono- alebo divalentnými kovovými katiónmi. Pritom sa skladá oblasť jadra polyméru jadro/obal z diénmonoméru a prípadne zosieťovateľných monomérnych jednotiek, ktorý má teplotu sklenného prechodu nižšiu alebo rovnú ako -30 °C. Kopolymér obalu má teplotu sklenného prechodu minimálne 70 °C a je zložený z akrylátových alebo metakrylátových monomérnych jednotiek a radikálovo polymerizovateľných nenasýtených jednotiek karboxylových kyselín. Zloženie lepidla má pritom byť na 100 jednotiek epoxidovej živice od 15 do 60 hmotnostných dielov práškového kopolyméru so zosilnenou adhéziou a od 3 do 30 hmotnostných dielov vytvrdzovacej reagencie aktivovateľnej teplom. Tieto kompozície sú odporúčané na použitie ako štruktúrne lepidlá pre automobilové diely. Údaje o vlastnostiach týchto lepených spojov pri nízkych teplotách nie sú uvedené.

Z EP-A-0 308 664 sú známe kompozície epoxidovej živice, ktoré obsahujú epoxidový adukt kopolyméru s karboxylovými skupinami na báze butadién-akrylnitrilu alebo podobných butadiénových kopolymérov ako aj reakčný produkt elastomérneho prepolyméru s koncovými izokyanatanovými skupinami rozpustného alebo dispergovateľného v epoxidových živiciach s polyfenolom alebo amino-fenolom ako aj následnej reakcie tohto aduktu s epoxidovou živicou. Ďalej môžu tieto kompozície obsahovať jednu alebo viaceré epoxidové živice. Ďalej sú navrhované na vytvrdnutie týchto kompozícií aminofunkčné tvrdivá, polyamino-

amidy, polyfenoly, polykarboxylové kyseliny a ich anhydridy alebo katalytické tvrdivá a prípadne urýchľovače. Je uvedené, že tieto kompozície sú vhodné ako lepidlá, ktoré podľa konkrétneho zloženia môžu mať vysokú pevnosť, vysokú teplotu sklenného prechodu, vysokú odolnosť proti vyštepovaniu, vysokú húževnatosť alebo vysokú odolnosť proti vzniku trhlín.

Analogickým spôsobom opisuje EP-A-0 353 190 kompozície epoxidovej živice obsahujúce adukt epoxidovej živice a karboxylovaného butadién-akrylnitrilového kopolyméru ako aj reakčného produktu polyalkylénglykolu zakončeného hydroxylovou, merkaptánovou alebo amínovou skupinou s fenolkarboxylovou kyselinou s následnou reakciou fenolickej skupiny s epoxidovou živicou. Z EP-A-0 353 190 je možné zistiť, že tieto kompozície sú vhodné na výrobu lepidiel, lepiacich filmov, záplat, tesniacich hmôt, lakov alebo matricových živíc.

Podľa náuky EP-A-0 354 498 prípadne EP-A-0 591 307 je možné vyrobiť kompozície tavných lepidiel zo živicovej zložky, minimálne jedného termicky aktivovateľného latentného tvrdiva živicových zložiek ako aj prípadne urýchľovača, plnív, tixotropných pomocných prostriedkov a ďalších bežných prísad, pričom živicová zložka sa získa reakciou jednej epoxidovej živice tuhej pri izbovej teplote a jednej epoxidovej živice kvapalnej pri izbovej teplote s jedným alebo viacerými lineárnymi alebo rozvetvenými polyoxypropylénmi s koncovými amínovými skupinami. Pritom majú byť epoxidové živice použité v takom množstve, vztiahnuté na polyoxypropylén s koncovými amínovými skupinami, aby bol zaručený prebytok epoxidových skupín vzhľadom na aminoskupiny. Tieto kompozície lepidiel majú už vysokú odolnosť proti odštiepeniu pri pokuse vyštepovania pod uhlom, ktorá zostáva zachovaná aj pri nízkych teplotách.

Úlohou predloženého vynálezu je vylepšiť reaktívne lepidlá v úvode uvedeného typu tým smerom, aby mali dostatočnú flexibilitu, zvýšenú odolnosť proti vyštepovaniu nie len pri izbovej teplote ale najmä aj pri nízkych teplotách nižších ako 0 °C. Najmä odolnosť proti vyštepovaniu má mať pri nízkych teplotách a rázovom zaťažení pokiaľ možno vysokú hodnotu, aby lepené časti zodpovedali moderným požiadavkám bezpečnosti konštrukcie automobilov aj v prípade nehody (Crash-správanie). Pritom majú byť tieto zlepšenia dosiahnuté bez obmedzenia odolnosti proti vyštiepeniu pre vysokej teplote ako aj pevnosti v ťahu a strihu.

Reaktívne lepidlá musia mať okrem toho bezprostredne po aplikácii a pred definitívnym vytvrdnutím dostatočnú odolnosť proti vymytiu. K tomu musia byť kompozície lepidla formulované ako tavné lepidlo, ako vysokoviskózne lepidlo spracovávané za tepla. Inou možnosťou je formulácia ako lepidlo, ktorú je možné nechať gélovatieť termickou predreakciou v takzvaných „hrubých peciach" alebo indukčným ohrevom spojovaných dielov.

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu sú kompozície, ktoré obsahujú:

A) kopolymér s teplotou sklenného prechodu minimálne -30 °C a nižšou a so skupinami reaktívnymi s epoxidmi, ako aj

B) reakčný produkt diamínu alebo polyamínu s anhydridom karboxylovej kyseliny a polyfenolom alebo aminofenolom, ako aj

C) minimálne jednu epoxidovú živicu.

Pritom zložky A), B) a C) môžu byť vždy aj zmesi zlúčenín uvedeného typu. Výhodné je nechať reagovať v oddelených reakciách zložky A) a B) s veľkým stechiometrickým prebytkom epoxidovej živice a následne zmiešať prípadne s ďalšími epoxidovými živicami, termicky aktivovateľnými tvrdivami a/alebo ďalšími prísadami.

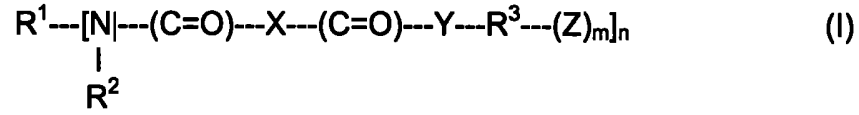
Príklady pre kopolyméry štruktúrnej zložky A) sú 1,3-diénpolyméry s karboxylovými skupinami a ďalšími polárnymi etylenicky nenasýtenými komonomérmi. Ako dién je možné pritom použiť butadién, izoprén alebo chloroprén, výhodný je butadién. Príkladmi pre polárne, etylenicky nenasýtené komonoméry sú kyselina akrylová. kyselina metakrylová, nižšie alkylestery kyseliny akrylovej alebo metakrylovej, napríklad ich metyl- alebo etylestery, amidy kyseliny akrylovej alebo metakrylovej, kyselina fumarová, kyselina itakonová, kyselina maleínová alebo ich nižšie alkylestery alebo poloestery, alebo anhydrid kyseliny maleínovej alebo itakonovej, vinylestery ako napríklad vinylacetát alebo najmä akrylnitril alebo metakrylnitril. Obzvlášť výhodné kopolyméry A) sú butadiénakrylnitrilové kopolyméry zakončené karboxylovou skupinou (CTBN), ktoré sú ponúkané v kvapalnej forme pod obchodným názvom Hycar od firmy B.F.Goodrich. Tieto majú molekulovú

hmotnosť od 2000 do 5000 a obsah akrylnitrilu od 10 do 30 %. Konkrétne príklady sú Hycar CTBN 1300 X 8, 1300 X 13 alebo 1300 X 15.

Ďalej je možné ako štruktúrnu zložku A) použiť aj polyméry jadro /obal známe z US-A-5 290 857 prípadne z US-A-5 686 509. Pritom by mali mať monoméry jadra teplotu sklenného prechodu nižšiu alebo rovnú –30 °C, tieto monoméry je možné zvoliť zo skupiny predtým uvedených diénových monomérov alebo vhodných akrylátových alebo metakrylátových monomérov, prípadne môže polymér jadra obsahovať malé množstvo zosieťovateľných komonomérnych jednotiek. Obal sa pritom skladá z kopolymérov, ktoré majú teplotu sklenného prechodu minimálne 60 °C. Obal je výhodnejšie zložený z nižších alkylakrylátových alebo metakrylátových monomérnych jednotiek (metyl- prípadne etylester) ako aj polárnych monomérov ako (met)akrylnitril, (met)akrylamid, styrén alebo radikálovo polymerizovateľných nenasýtených karboxylových kyselín alebo anhydridov karboxylových kyselín.

Obzvlášť výhodné sú ale pre štruktúrnu zložku A) adukty epoxidových živíc a predtým uvedených kvapalných CTBN-kaučukov.

Zložku B) je možné znázorniť nasledujúcim vzorcom I



$$R^1\text{---}[N(R^2)\text{---}(C{=}O)\text{---}X\text{---}(C{=}O)\text{---}Y\text{---}R^3\text{---}(Z)_m]_n \qquad (I)$$

kde znamenajú:

m = 1 alebo 2,

n = 2 alebo 3,

R^1 aminoskupinou zakončený zvyšok polyalkylénglykolu po odstránení funkčných skupín,

R^2 = H, C_1- až C_6-alkyl, -aryl alebo –(C=O)-, pričom pre R^2 = -(C=O)- tvoria obidve karbonylové skupiny, dusík a X päťčlenný cyklický imidový kruh,

X = C_2 až C_6-alkyl alebo zvyšok aromatického anhydridu alebo dianhydridu karboxylovej kyseliny po odstránení cyklických anhydridových skupín,

Y = -O-, -S- alebo -NR^4-, pričom R^4 = H alebo C_1- až C_4-alkyl alebo fenyl,

R^3 = karbocyklicky-aromatický alebo aralifatický m+1-mocný zvyšok so skupinami Z viazanými priamo na aromatický kruh a Z = O, H alebo –NHR^4.

Pritom je zložka B) reakčný produkt jedného diamínu alebo polyamínu a jedného anhydridu kyseliny karboxylovej, pričom stechiometrický pomer je zvolený tak, aby bol anhydrid karboxylovej kyseliny výhodnejšie v dvojnásobnom prebytku k amínovým skupinám, následne sa nechajú zreagovať zvyšné anhydridové skupiny karboxylových kyselín alebo skupiny karboxylových kyselín s polyfenolom alebo aminofenolom v stechiometrickom nadbytku takým spôsobom, aby mal kondenzačný produkt fenolové alebo amínové koncové skupiny. Tento kondenzačný produkt sa spravidla primieša priamo do kompozície podľa vynálezu, možné je ale aj ho nechať zreagovať s veľkým stechiometrickým prebytkom epoxidovej živice, takže vznikne kondenzačný produkt s koncovými epoxidovými skupinami.

Na kondenzáciu je v princípe možné použiť množstvo diamínov alebo polyamínov, výhodné sú ale polyalkylénglykoly s koncovými amínovými skupinami, najmä dvoj- alebo trojfunkčné amínovými skupinami zakončené polypropylénglykoly, polyetylénglykoly alebo kopolyméry propylénglykolu a etylénglykolu. Tieto sú známe aj pod názvom „Jeffamin“ (obchodný názov firmy Huntsman). Ďalej zvlášť vhodné sú amínovými skupinami zakončené polyoxytetrametylénglykoly, nazývané aj poly-THF. Okrem toho sú ako štruktúrne zložky vhodné amínovými skupinami zakončené polybutadiény. Amínovými skupinami zakončené polyalkylénglykoly majú molekulovú hmotnosť od 400 do 5000.

Príkladom pre vhodné anhydridy karboxylových kyselín sú anhydridy kyseliny maleínovej, kyseliny jantárovej, kyseliny glutárovej, kyseliny adipovej, kyseliny pimelovej, kyseliny korkovej, kyseliny azelaovej alebo kyseliny sebacínovej alebo najmä anhydridy alebo dianhydridy aromatických karboxylových kyselín alebo ich hydrogenačné produkty ako anhydrid kyseliny ftalovej, anhydrid kyseliny benzéntrikarboxylovej, dianhydrid kyseliny tetrahydroftalovej, dianhydrid kyseliny melofanovej, dianhydrid kyseliny pyromelitovej, dianhydrid kyseliny 1,8:4,5-naftalén- prípadne 2,3:6,7-naftalén-tetrakarboxylovej, dianhydrid perylénu, dianhydrid kyseliny bifenyltetrakarboxylovej, dianhydrid kyseliny difenylétertetrakarboxylovej, dianhydrid kyseliny difenylmetántetrakarboxylovej, dianhydrid kyseliny 2,2-difenylpropántetrakarboxylovej alebo dianhydrid kyseliny benzofenontetrakarboxylovej ako aj ich zmesi.

Okrem predtým uvedených anhydridov karboxylových kyselín je možné ako anhydridovú zložku na výrobu kondenzačného produktu B) použiť aj maleinizované oleje a tuky. Maleinizované oleje a tuky ako aj nižšie molekulárne polyény sa vyrobia známym spôsobom en-reakciou alebo reakciou voľných radikálov anhydridu kyseliny maleínovej s nenasýtenými zlúčeninami.

Polyfenoly alebo aminofenoly použité na kondenzačný produkt B) sú buď aromatické di- alebo trihydroxyzlúčeniny, ktoré sú odvodené od karbocyklicko-aromatického zvyšku s jedným alebo viacerými jadrami, alebo to sú zodpovedajúce amino-hydroxyzlúčeniny. Pritom môžu byť aromatické kruhy buď kondenzované alebo navzájom spojené pomocou mostíkových členov alebo kovalentnou väzbou.

Príkladom prvých uvedených zlúčenín sú hydrochinón, rezorcín, pyrokatechín, izoméry dihydroxynaftalénu (čisté izoméry alebo zmes viacerých izomérov), izoméry dihydroxyantracénu ako aj zodpovedajúce amino-hydroxy-zlúčeniny. Polyfenoly alebo aminofenoly, ktoré sú odvodené od karbocyklicky-aromatických zlúčenín, ktorých aromatické jadrá sú spojené pomocou mostíkových členov je možné znázorniť všeobecným vzorcom II:

Z---AR---B---AR---Z (II)

v ktorom Z má hore definovaný význam,
AR znamená jednojadrový aromatický zvyšok, ktorý môže byť prípadne substituovaný alkylovým alebo alkenylovým zvyškom.
B znamená člen mostíka, tento je možné vybrať zo skupiny pozostávajúcej z kovalentnej väzby, $-CR^5R^6-$, -O-, -S-, SO_2-, -CO-, -COO-, $-CONR^7-$ a SiR^8R^9. Pritom znamenajú R^5, R^6 a R^7 navzájom nezávisle vodík, $-CF_3$ alebo C_1-C_6-alkyl alebo R^5 a R^6 tvoria spoločným uhlíkovým atómom cykloalifatický zvyšok s 5 až 7 uhlíkovými atómami v kruhu, R^8 a R^9 znamenajú C_1-C_6-alkyl. Pritom môžu obidve zoskupenia B a Z vzorca II byť navzájom nezávisle usporiadané v polohe *orto-*, *meta-* alebo *para-*. Obzvlášť výhodné zlúčeniny vzorca II sú 4,4'-dihydroxy-difenyl alebo bisfenoly A a/alebo F.

Ako epoxidové živice pre zložku C) prípadne pre tvorbu epoxidového aduktu prípadne na zmiešanie zložiek A) a B) je vhodné množstvo polyepoxidov, ktoré

majú minimálne dve 1,2-epoxidové skupiny v molekule. Epoxidový ekvivalent týchto polyepoxidov sa môže meniť v rozsahu od 150 do 4000. Polyepoxidy môžu byť principiálne nasýtené, nenasýtené, cyklické alebo acyklické, alifatické, alicyklické, aromatické alebo heterocyklické polyepoxidové zlúčeniny. Príklady vhodných polyepoxidov zahŕňajú polyglycidylétery, ktoré sú vyrobené reakciou epichlórhydrínu alebo epibrómhydrínu s polyfenolom v prítomnosti alkálií. K tomuto účelu vhodné polyfenoly sú napríklad rezorcín, pyrokatechín, hydrochinón, bisfenol A (*bis*-(4-hydroxyfenyl)-2,2-propán, bisfenol F (*bis*-(4-hydroxyfenyl)-metán, (*bis*-(4-hydroxyfenyl)-1,1-izobután, 4,4'-dihydroxybenzofenón, *bis*(4-hydroxyfenyl)-1,1-etán, 1,5-hydroxynaftalén.

Ďalšie principiálne vhodné polyepoxidy sú polyglycidyléter od polyalkoholov alebo diamínov. Tieto polyglycidylétery sú odvodené od polyalkoholov ako je etylénglykol, dietylénglykol, trietylénglykol, 1,2-propylénglykol, 1,4-butylénglykol, trietylénglykol, 1,5-pentándiol, 1,6-hexándiol alebo trimetylolpropán.

Ďalšie polyepoxidy sú polyglycidylester od polykarboxylových kyselín, napríklad z reakcie glycidolu alebo epichlórhydrínu s alifatickými alebo aromatickými polykarboxylovými kyselinami ako je kyselina šťaveľová, kyselina jantárová, kyselina glutárová, kyselina tereftalová alebo kyselina dimérmastná.

Ďalšie epoxidy sú odvodené od epoxidačných produktov olefinicky nenasýtených cykloalifatických zlúčenín alebo od prírodných olejov a tukov.

Mimoriadne výhodné sú epoxidové živice, ktoré sú odvodené od reakcie bisfenolu A alebo bisfenolu F a epichlórhydrínu. Pritom sa spravidla použijú zmesi kvapalných a tuhých epoxidových živíc, pričom kvapalné epoxidové živice sú výhodnejšie na báze bisfenolu A a majú dostatočne nízku molekulovú hmotnosť. Najmä na tvorbu aduktu zložky A) a B) sa používajú epoxidové živice kvapalné pri izbovej teplote, ktoré majú spravidla epoxidovú ekvivalentnú hmotnosť od 150 do približne 220, obzvlášť výhodnejší je rozsah epoxidovej ekvivalentnej hmotnosti od 182 do 192.

Tvrdosť reaktívneho lepidla v ochladenom stave, t.j. najmä po nanesení na spojovaný substrát, ale pred vytvrdnutím, závisí od stupňa kondenzácie a tým od molekulovej hmotnosti najmä zložky B) ako aj od pomeru tuhej epoxidovej živice ku kvapalnej epoxidovej živici. Čím vyšší je stupeň kondenzácie (a tým molekulová

hmotnosť) kondenzačného produktu B) a čím vyšší je podiel tuhej epoxidovej živice v kompozícii, tým tvrdšie je ochladené, semikryštalické lepidlo.

Ako termicky aktivovateľné alebo latentné tvrdivo pre epoxidový spojovací systém zložený zo zložiek A), B) a C) je možné použiť guanidíny, substituované guanidíny, substituované močoviny, melamínové živice, deriváty guanamínu, cyklické terciárne amíny, aromatické amíny a/alebo ich zmesi. Pritom môžu byť tvrdivá použité vo vytvrdzovacej reakcii v stechiometrickom množstve, pôsobiť môžu ale aj katalyticky. Príkladom substituovaných guanidínov sú metylguanidín, dimetylguanidín, trimetylguanidín, tetrametylguanidín, metylizobiguanidín, dimetylizobiguanidín, tetrametylizobiguanidín, hexametylizobiguanidín, hepametylizobiguanidín a obzvlášť kyanuguanidín (dikyandiamid). Ako zástupcovia vhodných derivátov guanidínu sú uvedené alkylované benzoguanaminové živice, benzoguanaminové živice alebo metoxymetyletoxymetylbenzoguanamín. Pre jednozložkové tavné lepidla vytvrdzované teplom sú samozrejme kritériom výberu nízka rozpustnosť týchto látok pri izbovej teplote v systéme živíc, takže tu sú výhodné tuhé, jemne zomleté tvrdivá, vhodný je najmä dikyandiamid. Týmto je zaručená dobrá stabilita kompozície pri skladovaní.

Dodatočne alebo namiesto uvedených tvrdív je možné použiť katalyticky účinné substituované močoviny. Tieto sú najmä *p*-chlórfenyl-*N,N*-dimetylmočovina (Monuron), 3-fenyl-1,1-dimetylmočovina (Fenuron) alebo 3,4-dichlórfenyl-*N,N*-dimetylmočovina (Diuron). Principiálne je možné použiť aj katalyticky účinné terciárne akryl- alebo alkyl-amíny, ako napríklad benzyldimetylamín, *tris*(dimetylamino)-fenol, piperidín alebo deriváty piperidínu, tieto majú ale často príliš vysokú rozpustnosť v systéme lepidla, takže sa tu nedosiahne použiteľná stabilita jednozložkového systému pri skladovaní. Ďalej je možné ako katalyticky pôsobiace urýchľovače použiť rôzne, výhodnejšie tuhé deriváty imidazolu. Zástupcovia sú 2-etyl-2-metylimidazol, *N*-butylimidazol, benzimidazol ako aj *N*-C_1 až C_{12}-alkylimidazoly alebo *N*-arylimidazoly.

Lepidlá podľa vynálezu obsahujú ďalej spravidla samo o sebe známe plnivá ako napríklad rôzne pomleté alebo vyzrážané kriedy, sadze, uhličitany vápenato-horečnaté, baryt ako aj najmä kremičitanové plnivá typu kremičitanu hlinito-horečnato-vápenatého, napríklad wollastonit, chlorit.

Ďalej môžu kompozície lepidla podľa vynálezu obsahovať bežné ďalšie pomocné látky a prísady ako napríklad zmäkčovadlá, reaktívne zrieďovadlá, reologické pomocné prostriedky, zmáčadlá, prostriedky na ochranu proti starnutiu, stabilizátory a/alebo farebné pigmenty.

Lepidlá podľa vynálezu je na jednej strane možné formulovať ako jednozložkové lepidlá, pričom tieto je možné formulovať aj ako vysoko viskózne za tepla aplikovateľné lepidlá, ako aj termicky vytvrditeľné tavné lepidlá. Ďalej je možné tieto lepidlá formulovať aj ako jednozložkové predželatínované lepidlá, v poslednom uvedenom prípade obsahujú kompozície buď jemné termoplastické prášky ako napríklad polymetakrylát, polyvinylbutyral alebo iné termoplastické (ko)polyméry alebo je vytvrdzovací systém tak tienený, že prebieha dvojstupňový proces vytvrdzovania, pričom želatínovací krok spôsobí iba čiastočné vytvrdnutie lepidla a konečné vytvrdnutie sa uskutoční pri výrobe automobilu napríklad v lakovacej peci, výhodnejšie v KTL-peciach.

Kompozície lepidla podľa vynálezu je možné formulovať aj ako dvojzložkové epoxidové lepidlá, u ktorých sa obidve reakčné zložky navzájom zmiešajú až krátko pred aplikáciou, pričom vytvrdnutie sa môže uskutočniť potom pri izbovej teplote alebo mierne zvýšenej teplote. Ako druhú reakčnú zložku je tu možné použiť známe reakčné zložky dvojzložkových epoxidových lepidiel, napríklad diamíny alebo polyamíny, aminoskupinou zakončené polyalkylénglykoly (napríklad Jeffamin, amino-poly-THF) alebo polyaminoamidy. Ďalší reaktívni partneri môžu byť prepolyméry s merkaptánovými skupinami ako napríklad kvapalné tiokol-polyméry. Principiálne je možné epoxidové kompozície podľa vynálezu vytvrdiť aj anhydridmi karboxylových kyselín ako druhou reakčnou zložkou v dvojzložkovej formulácii lepidla.

Okrem v úvode uvedených aplikácií je možné kompozície lepidla podľa vynálezu použiť aj ako zalievacie hmoty v elektropriemysle alebo elektronickom priemysle, ako die-attach-lepidlo v elektronike na lepenie súčiastok na dosky plošných spojov. Ďalšie možnosti aplikácie kompozícií podľa vynálezu sú matricové materiály pre kompozity ako napríklad kompozity spevnené vláknami.

Mimoriadne výhodná oblasť aplikácií lepidiel podľa vynálezu sú ale štrukturálne zlepenia vo výrobe automobilov.

Podľa profilu požiadaviek na lepidlo vzhľadom na jeho vlastnosti spracovania, flexibilitu, rázuvzdornosť, odolnosť proti nárazom a odštiepeniu alebo pevnosť v ťahu sa môžu meniť kvantitatívne pomery jednotlivých zložiek v relatívne širokých medziach. Typickými rozsahmi pre podstatné zložky sú:

- zložka A): od 5 do 25 % hmotn., výhodnejšie od 10 do 20 % hmotn.
- zložka B): od 5 do 30 % hmotn., výhodnejšie od 5 do 20 % hmotn.
- zložka C): od 10 do 45 % hmotn., výhodnejšie od 15 do 30 % hmotn., pričom sa táto zložka skladá z jednej alebo viacerých kvapalných a/alebo pevných epoxidových živíc, pričom prípadne môže obsahovať aj nižšie molekulárne epoxidy ako reaktívne zrieďovadlá,
- plnivá: od 10 do 40 % hmotn.,
- vytvrdzovacie zložky (pre termicky vytvrdzované jednozložkové systémy): od 1 do 10 % hmotn., výhodnejšie od 3 do 8 % hmotn.,
- urýchľovače: od 0,01 do 3 % hmotn., výhodnejšie od 0,1 do 0,8 % hmotn.,
- reologické pomocné prostriedky (tixotropné prostriedky): od 0,5 do 5 % hmotn.

Ako už bolo v úvode spomínané, požiadavky na moderné štruktúrne lepidlá vo výrobe vozidiel sa neustále ďalej zvyšujú, pretože stále viac súčastí aj nosnej povahy sa spája lepením. Ako bolo už uvedené v článku od G. Kötting a S.Singh, „Požiadavky na lepidlá pre štruktúrne spojovanie vo výrobe karosérií“, Adhesion 1988, zošit 9, strana 19 až 26, musia lepidlá spĺňať na strane jednej praktické aspekty výroby, k tomuto patria automatizovateľné spracovanie v krátkych dobách taktu, priľnavosť na naolejovaných plechoch, priľnavosť na rôznych druhoch plechov ako aj kompatibilita s procesnými podmienkami lakovacej linky (odolnosť voči oplachovacím a fosfátovacím kúpeľom, vytvrditeľnosť počas vypaľovania základného náteru KTL, odolnosť voči následným operáciám lakovania a sušenia). Okrem toho musia moderné štruktúrne lepidlá aj vo vytvrdnutom stave spĺňať zvyšujúce sa vlastnosti pevnosti a tvarovateľnosti. K tomu patrí vysoká odolnosť voči korózii alebo tuhosť v ohybe štruktúrnych dielcov ako aj deformovateľnosť lepeného spoja mechanickým zaťažením. Pokiaľ možno vysoká tvarovateľnosť konštrukčných častí zaručuje značnú bezpečnostnú výhodu pri nárazovom zaťažení (crash-správanie) pri nehode. Toto správanie je možné najlepšie zistiť stanovením rázovej energie pre vytvrdnutý lepený spoj, pričom želateľné prípadne požadované

sú aj pri vysokých teplotách až do +90 °C ako aj najmä pri nízkych teplotách až do – 40 °C dostatočne vysoké hodnoty rázovej energie. Pritom sa má dodatočne dosiahnuť pokiaľ možno vysoká pevnosť v ťahu a strihu. Obidve pevnosti musia byť dosiahnuté na množstve substrátov, najmä na naolejovaných plechoch, ako napríklad karosárskom oceľovom plechu, na oceľovom plechu pozinkovanom rôznymi metódami, na plechoch z rôznych hliníkových zliatin alebo aj na horčíkových zliatinách ako aj na oceľových plechoch povrstvených v procese coil-coating organickými povlakmi typu „Bonazinc" alebo „Granocoat". Ako bude ukázané na nasledujúcich príkladoch, kompozície lepidla podľa vynálezu spĺňajú tieto požiadavky prekvapivo vo veľmi vysokej miere.

Nasledujúce príklady majú bližšie ozrejmiť vynález. Pri kompozíciách znamenajú všetky údaje o množstve hmotnostné diely, ak nie je uvedené inak.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Všeobecná výroba zložky A)

V dusíkovej atmosfére a za miešania sa nechá pri 140 °C počas 3 hodín reagovať karboxylovou skupinou zakončený poly(butadién-ko-akrylnitril) (Hycar CTBN 1300 X 13) s približne 10 molárnym nadbytkom kvapalnej DGEBA-epoxidovej živice až po stálosť reakcie.

Všeobecná výroba kondenzačného produktu B)

1 mol anhydridu karboxylovej kyseliny prípadne anhydridu dikarboxylovej kyseliny sa nechá 3 až 4 hodiny reagovať v ohrevnej reakčnej nádobe s miešadlom v dusíkovej atmosfére pri 120 °C až 160 °C s 0,4 až 0,7 mol aminoskupinou zakončeného polyalkylénglykolu, pričom polyamín sa ako prvotný zohreje najskôr na teplotu 130 °C. Takto vzniknutý adukt reaguje s približne 1,1 až 1,5 mol polyfenolu až po stálosť reakcie. Priebeh reakcie sa sleduje pomocou gélovej permeačnej chromatografie (GPC). Tento fenolom zakončený polymér sa potom zmieša s epoxidovou živicou, výhodnejšie s diglycidyléterom bisfenolu A (DGBEA).

Všeobecná výroba lepidla

V miesiacom stroji sa zmiešajú pri izbovej teplote alebo prípadne pri 80 °C zložky A), B) ako aj kvapalná epoxidová živica a pevná epoxidová živica za prídavku plnív, tvrdív, urýchľovačov a reologických pomocných prostriedkov až do homogenity a následne a prípadne ešte v teplom stave naplní do skladovacích zásobníkov.

Príklady 1 až 6

Podľa všeobecnej výroby kondenzačného produktu B) sa vyrobili z Jeffaminu-D-2000 (polyoxylpropyléndiamín, molekulová hmotnosť 2000), dianhydridu kyseliny pyromelitovej a rezorcínu kondenzačné produkty B) uvedené v tabuľke 1.

Tabuľka 1

Príklad	1	2	3	4	5	6
D-2000	219,0	229,5	222,0	235,5	237,5	200,0
PMSA	48,0	42,0	48,0	41,4	36,9	31,3
rezorcín	33,0	28,5	30,0	31,2	25,5	18,7

D-2000 = Jeffamine D-2000

PMSA = dianhydrid kyseliny pyromelitovej

Zložka A) bola vyrobená podľa hore uvedeného spôsobu z Hycar CTBN 1300 X 13 a kvapalnej DGEBA-živice. Výsledkom bola kompozícia s 40 % butylkaučuku a epoxyekvivalentnou hmotnosťou 900, viskozitou pri 80 °C 200 Pa.s.

Príklady 7 až 12

Zo zložiek B) podľa príkladov 1 až 6, zložky A) ako aj kvapalnej DGEBA-živice (epoxyekvivalentná hmotnosť 186), plnív, dikyandiamidu ako tvrdiva ako aj urýchľovačov a hydrofóbnej kyseliny kremičitej ako tixotropného prostriedku boli vyrobené kompozície lepidla podľa vynálezu. Kompozície sú zhrnuté v tabuľke 2.

Tabuľka 2: Lepidlá podľa vynálezu

Príklad	7	8	9	10	11	12
zložka B) z príkladu 1	13,5					
zložka B) z príkladu 2		13,5				
zložka B) z príkladu 3			13,5			
zložka B) z príkladu 4				13,5		
zložka B) z príkladu 5					13,5	
zložka B) z príkladu 6						13,5
zložka A)	17,0	17,0	17,0	17,0	17,0	17,0
DGEBA-živica kvapalná	28,0	28,0	28,0	28,0	28,0	28,0
wollastonit	33,7	33,7	33,7	33,7	33,7	33,7
dikyandiamid	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Fenuron	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
kyselina kremičitá, hydrofóbna	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0

wollastonit = plnivo

kyselina kremičitá: Cabosil TS 720

V tabuľke 3 sú porovnané lepiaco-technické vlastnosti príkladov podľa vynálezu a lepiaco-technické vlastnosti lepidiel podľa stavu techniky. U lepidla porovnávacieho príkladu 1 sa jednalo o Terokal 5051 firmy Henkel Teroson, toto lepidlo bolo vyrobené na základe náuky EP-A-0 354 498. U lepidla porovnávacieho príkladu 2 sa jedná o Betamate 1044/3 firmy Gurit Essex. Predpokladá sa, že toto lepidlo bolo vyrobené na základe náuky EP-A-0 308 664.

Tabuľka 3: Lepiaco –technické vlastnosti

Príklad	7	8	9	10	11	12	Porov. príklad 1	Porov. príklad 2
Impact –40 °C [J]	8,7	11,7	9,4	13,1	6,7	0,7	0,5	3,3
Impact –20 °C [J]	12,7	14,7	13,4	16,2	10,5	1,9	0,4	2,6
Impact 0 °C [J]	13,2	13,6	15,0	16,8	12,1	3,9	0,9	4,4
Impact izbová teplota [J]	15,5	14,7	16,1	16,0	12,9	5,0	2,1	5,2
PŤS –40°C [MPa]	34,1 scf	31,1 scf	25,2 scf	30,9 cf	28,4 cf	37,8; 80%cf	19,8 cf	20,2 cf
PŤS izbová teplota [MPa]	25,7 cf	22,7 cf	21,6 cf	22,5 cf	18,7 cf	16,4; 80%cf	21,8 cf	21,6 cf
PŤS +90 °C [MPa]	14,8 cf	11,9 cf	11,4 cf	12,0 cf	11,0 cf	12,4 cf	10,9 cf	11,1 cf
500 h TSK	20,3 cf	17,0 cf	17,0 cf	18,9 cf	17,0 cf	neuved.	19,3 cf	18,8 cf
1000 h TSK	19,1 cf	17,9 cf	14,5 cf	18,2 cf	16,6 cf	neuved.	17,5 cf	16,7 cf

Impact: test nárazu a odštiepenia podľa ISO 11343 pri 2 m/s

PŤS: pevnosť v ťahu a strihu podľa DIN 53283

TSK: test v soľnej komore podľa DIN 50021

cf: kohézny zlom 100%, ak nie je uvedené inak

scf: kohézny zlom s čiastočným zvyškom filmu na substráte

Ako je zrejmé z týchto výsledkov pokusov, je energia nárazu a odštiepenia podľa ISO 11343 u lepidiel podľa vynálezu mnohonásobne vyššia ako u lepidiel podľa stavu techniky. Najmä pri veľmi nízkych teplotách je energia nárazu a odštiepenia lepidiel podľa vynálezu zreteľnej lepšia ako u lepidiel podľa stavu techniky bez toho, aby týmto bola negatívne ovplyvnená pevnosť v ťahu a strihu alebo správanie starnutím pri teste v soľnej komore.

PV 456-2001
18.05.01

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Kompozície pripravené reakciou anhydridu karboxylovej kyseliny alebo dianhydridu karboxylovej kyseliny s diamínom alebo polyamínom a polyfenolom alebo aminofenolom, v y z n a č u j ú c e s a t ý m, že stechiometrický pomer je zvolený tak, aby bol anhydrid karboxylovej kyseliny výhodnejšie v dvojnásobnom nadbytku k amínovým skupinám a zvyšné anhydridové skupiny karboxylových kyselín alebo skupiny karboxylových kyselín následne zreagovali s polyfenolom alebo aminofenolom v stechiometrickom nadbytku takým spôsobom, aby mal kondenzačný produkt fenolové alebo amínové koncové skupiny.

2. Kompozície, v y z n a č u j ú c e s a t ý m, že obsahujú:
A) kopolymér s teplotou sklenného prechodu minimálne -30 °C alebo nižšou a so skupinami reaktívnymi voči epoxidom,
B) reakčný produkt vyrobený reakciou anhydridu karboxylovej kyseliny alebo dianhydridu karboxylovej kyseliny s diamínom alebo polyamínom a s polyfenolom alebo aminofenolom podľa nároku 1,
C) minimálne jednu epoxidovú živicu.

3. Kompozície podľa nároku 2, v y z n a č u j ú c e s a t ý m, že zložka A) je kopolymér na báze butadiénu.

4. Kompozície podľa nároku 2 alebo 3, v y z n a č u j ú c e s a t ý m, že zložka A) je karboxylovou skupinou zakončený kopolymér na báze butadién-akrylnitrilu, butadién-esteru kyseliny (met)akrylovej, kopolymér butadién-akrylnitril-styrén alebo kopolymér butadién-(met)akrylát-styrén.

5. Kompozícia podľa nároku 2, v y z n a č u j ú c a s a t ý m, že zložka A) je polymér jadro-obal, ktorého polymér jadra je diénový polymér alebo (met)akrylátový polymér s teplotou sklenného prechodu -30 °C alebo nižšou a prípadne môže byť zosieťovaný s od 0,01 do 5 % hmotn. diolefinického komonoméru a ktorého polymér obalu má teplotu sklenného prechodu 60 °C alebo vyššiu a je zložený z

monomérov zo skupiny alkyl(met)akrylát, (met)akrylnitril, (metyl)-styrén a olefinicky nenasýtené karboxylové kyseliny alebo anhydridy karboxylových kyselín alebo ich zmesi.

6. Kompozície podľa minimálne jedného z predchádzajúcich nárokov, v y - z n a č u j ú c e s a t ý m, že ako zložka A) je použitý adukt epoxidovej živice a kopolyméru podľa nároku 2 až 5.

7. Kompozícia podľa minimálne jedného z predchádzajúcich nárokov, v y - z n a č u j ú c a s a t ý m, že zložka B) je pripravená kondenzačnou reakciou z
a) anhydridu karboxylovej kyseliny zvoleného zo skupiny anhydrid kyseliny maleínovej, anhydrid kyseliny jantárovej, anhydrid kyseliny glutárovej, anhydrid kyseliny adipovej, anhydrid kyseliny pimelovej, anhydrid kyseliny korkovej, anhydrid kyseliny azelaovej alebo anhydrid kyseliny sebacínovej alebo anhydrid kyseliny ftalovej, anhydrid kyseliny benzéntrikarboxylovej, dianhydrid kyseliny melofanovej, dianhydrid kyseliny pyromelitovej, dianhydrid kyseliny 1,8:4,5-naftalén- prípadne 2,3:6,7-naftalén-tetrakarboxylovej, peryléndianhydrid, dianhydrid kyseliny bifenyltetrakarboxylovej, dianhydrid kyseliny difenylétertetrakarboxylovej, dianhydrid kyseliny difenylmetántetrakarboxylovej, dianhydrid kyseliny 2,2-difenylpropán-tetrakarboxylovej, dianhydrid kyseliny benzofenontetrakarboxylovej alebo ich zmesí
a
b) polyamínu zvoleného zo skupiny polyetylénglykolamín, polypropylénglykolamín, polyoxytetrametylénamín alebo polybutadién-di- alebo triamín, a
c) polyfenolu alebo aminofenolu.

8. Kompozícia podľa nároku 2 až 7, v y z n a č u j ú c a s a t ý m, že zložka B) podľa nároku 7 je rozpustená v kvapalnom polyepoxide.

9. Kompozícia podľa nároku 1 až 5, v y z n a č u j ú c a s a t ý m, že zložka B) podľa nároku 7 reaguje so stechiometrickým nadbytkom polyepoxidu.

10. Kompozícia podľa minimálne jedného z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú c a s a t ý m, že dodatočne k zložkám A), B) a C) obsahuje:
A) latentné tvrdivo zo skupiny dikyandiamid, guanamíny, guanidíny, aminoguanidíny, tuhé aromatické diamíny a/alebo urýchľovač tvrdnutia, ako aj
B) prípadne zmäkčovadlo, reakčné zrieďovadlo, reologické pomocné prostriedky, plnivá, zmáčadlá a/alebo prostriedky na ochranu proti starnutiu a/alebo stabilizátory.

11. Spôsob vytvrdzovania zložiek A), B), C), D) a prípadne E) podľa nároku 10), v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že sa kompozícia zohrieva na teplotu od 80 °C do 210 °C, výhodnejšie od 120 °C do 180 °C.

12. Použitie kompozície podľa nároku 10 ako vysoko pevného, rázuvzdorného štruktúrneho lepidla vo výrobe automobilov, lietadiel alebo koľajových vozidiel.

13. Použitie kompozícií podľa nároku 10 na výrobu kompozitov, ako zalievacie hmoty v elektropriemysle a elektronickom priemysle ako aj ako die-attach-lepidlá pri výrobe plošných spojov v elektronickom priemysle.

14. Spôsob lepenia kovových a/alebo kompozitových materiálov, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že zahrnuje nasledovné podstatné kroky postupu:
- nanesenie kompozície lepidla podľa nároku 10 na minimálne jeden povrch spojovaného substrátu prípadne po predchádzajúcom čistení a/alebo úprave povrchu,
- spojenie dielcov,
- prípadne predželírovanie kompozície lepidla,
- vytvrdnutie zlepeného spoja zohriatím dielcov na teplotu v rozsahu od 80 °C do 210 °C, výhodnejšie od 120 °C do 180 °C.