

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 109 051

PATENTU TYMCZASOWEGO

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 18.10. 78 (P. 210357)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl.² C08L 63/00
C08K 3/34

Zgłoszenie ogłoszono: 27.08.79

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1981

Twórcy wynalazku: Wojciech Siemaszko, Henryk Staniak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Przemysłowej,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania kompozycji epoksydowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania epoksydowych kompozycji z żywic epoksydowych i małowcząsteczkowych poliaminoamidów zawierających napełniacz.

Znanych jest wiele sposobów otrzymywania kompozycji z żywic epoksydowych i małowcząsteczkowych poliaminoamidów jako utwardzaczy. W zależności od przeznaczenia kompozycji stosuje się różne typy małowcząsteczkowych utwardzaczy poliaminoamidowych otrzymywanych z dimeryzowanych kwasów tłuszczowych i polialkilopoliamin. Takie poliaminoamidy różnią się ciężarem cząsteczkowym, wynikającą stąd lepkością i liczbą aminową.

Jako surowiec do produkcji poliaminoamidów stosuje się dimeryzowane kwasy tłuszczowe o różnej zawartości kwasów jednokarboksylowych. Do kompozycji żywic epoksydowych z poliaminoamidami dodaje się w zależności od przeznaczenia kompozycji rozpuszczalniki i napełniacze. Napełniacze wprowadza się do kompozycji klejowych oraz do kompozycji służących do pokrywania betonu, uszczelniania betonu i płyt budowlanych jak również wszelkiego rodzaju napraw. Jako napełniacze stosuje się głównie mączkę kwarcową, mączkę skaleniową, mączkę porcelanową, pył azbestowy i pył aluminiowy.

W zależności od typu napełniacza i jego rozdrobnienia otrzymuje się kompozycje o różnych właściwościach fizykochemicznych i różnej odporności chemicznej.

Kompozycje epoksydowo-poliamidowe odznaczają się dobrymi właściwościami mechanicznymi, dobrą adhezją do betonu, metali, szkła i ceramiki ale ich odporność chemiczna jest umiarkowana.

Mineralne napełniacze proszkowe naogół pogarszają właściwości mechaniczne, a odporność chemiczna zależy od typu napełniacza, a szczególnie od jego składu chemicznego.

Najczęściej stosowane napełniacze mączka kwarcowa, mączka skaleniowa, obniżają odporność kompozycji na alkalia. Nasiąkliwość takich kompozycji w 10% NaOH wynosi po 7 dniach – 35%. Mączka porcelanowa posiada duży ciężar nasypowy zwiększając ciężar kompozycji. Duży wpływ na właściwości kompozycji ma struktura napełniaczy. Napełniacze mineralne o strukturze mało rozwiniętej jak na przykład mączka kwarcowa

znacznie pogarsza własności mechaniczne kompozycji. Własności mechaniczne kompozycji i ich odporność chemiczna jest również wynikiem zwilżalności napełniaczy przez składniki żywiczne kompozycji, o czym w dużym stopniu decyduje charakter chemiczny napełniaczy, stopień rozwinięcia powierzchni jak również aktywacja tej powierzchni. Okazało się, że napełniaczem wykazującym doskonałą zwilżalność przez żywice epoksydowe i utwardzacze poliaminoamidowe jest aktywowana gliną bentonitową typu montmorylonitu służąca jako katalizator w procesie dimeryzacji kwasów tłuszczowych. Kompozycje epoksydowe zawierające taki napełniacz odznaczają się dobrymi własnościami mechanicznymi i dobrą odpornością na wodę i alkalia.

Okazało się, że szczególnie dobre własności kompozycji można uzyskać otrzymując poliaminoamid przez kondensację mieszaniny dimeryzowanych kwasów tłuszczowych i jednokarboksylowych kwasów tłuszczowych z polialkilenopoliaminami zawierające aktywowaną glinę bentonitową najlepiej wprowadzoną przed procesem dimeryzacji.

Szczególnie korzystny okazał się stosunek dimerów do monomerów kwasowych użytych w procesie syntezy utwardzacza poliaminoamidowego od 25 : 75 do 50 : 50, zaś zawartość aktywowanej gliny bentonitowej w mieszaninie dimerów i monomerów 20–70%.

Pod wpływem warunków procesu dimeryzacji – temperatury i ciśnienia w glince katalitycznej zachodzą zmiany polepszające własności układu: żywica epoksydowa, utwardzacz poliaminoamidowy i napełniacz glino-

P r z y k ł a d I. Do reaktora wprowadzono 100g osadu pofiltracyjnego z procesu dimeryzacji kwasów tłuszczowych i 200g trójetanoloaminy.

Skład osadu pofiltracyjnego był następujący:

dimery kwasów tłuszczowych	26%
monomery kwasów tłuszczowych	40%
glinka glinokrzemianowa aktywowana	34%

Zawiesinę ogrzewano przez 1 h w temperaturze 145°C, a następnie podniesiono temperaturę do 190°C i ogrzewano przez 5 h odbierając w sposób ciągły wydzielającą się wodę. Po zakończeniu procesu kondensacji oddestylowano nadmiar aminy pod zmniejszonym ciśnieniem 20 mmHg. Kompozycję epoksydową sporządzono w temperaturze pokojowej przez wymieszanie otrzymanego poliaminoamidu z ciekłą żywicą epoksydową Epidian 5 o liczbie epoksydowej 0,5 w stosunku 2 : 1. Całkowite utwardzenie kompozycji następowało po 7 dniach. Produkt charakteryzuje się liczbą aminową 160 oraz zawartością wolnej aminy 5,2%.

Nasiąkliwość kompozycji w 10% NaOH wynosi po 14 dniach 0,91% zaś po 30 dniach 1,04%. Nasiąkliwość w wodzie po 14 dniach wynosi 0,90% po 30 dniach 0,97%.

Wytrzymałość na zginanie kompozycji wynosi 750 kG/cm².

P r z y k ł a d II. Do reaktora wprowadzono 100 g osadu pofiltracyjnego z procesu dimeryzacji kwasów tłuszczowych, 130 g trójetanoloaminy i 0,5 g ksylenu. Skład osadu pofiltracyjnego

dimery kwasów tłuszczowych	20%
monomery kwasów tłuszczowych	30%
glinka glinokrzemianowa aktywowana	50%

Produkt ma liczbę aminową 170 i zawartość wolnej aminy 6%.

Kompozycję sporządzono jak w przykładzie I.

Czas żelowania kompozycji wynosi 4,5 godziny, czas całkowitego utwardzania 7 dni. Wytrzymałość na zginanie kompozycji wynosi 840 kG/cm² a nasiąkliwość w 10% NaOH wynosi po 14 dniach 1%, po 30 dniach 1,2%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kompozycji z żywic epoksydowych i utwardzaczy poliaminoamidowych, z n a - m i e n n y t y m, że jako utwardzacze poliaminoamidowe stosuje się produkty kondensacji dimeryzowanych kwasów tłuszczowych i jednokarboksylowych kwasów tłuszczowych z polialkilenopoliaminami zawierające aktywowaną glinę bentonitową, szczególnie glinę wprowadzoną w procesie dimeryzacji.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako utwardzacz stosuje się produkt reakcji dimerów do monomerów kwasów użytych w stosunku od 25 : 75 do 50 : 50 zaś zawartość aktywowanej gliny bentonitowej w mieszaninie dimerów i monomerów wynosi 20–70%.