



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

270 387

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 08 L 63/00

(21) PV 7724-88.P  
(22) Přihlášeno 24 11 88

(40) Zveřejněno 14 11 89  
(45) Vydáno 17 05 91

(75) Autor vynálezu

BALCAR MIROSLAV ing. CSc., SEZEMICE,  
FENCL MILOSLAV ing., PARDUBICE,  
KOREČEK ZDENĚK, NEMOŠICE,  
KAŠKA JIŘÍ ing. CSc.,  
ŠÍMA MILAN ing., PARDUBICE,  
KOHOUT JOSEF ing.,  
VOGEL TOMÁŠ ing., ÚSTÍ NAD LABEM,  
MACHOVEC JIŘÍ ing., BYSTRANY

(54)

Způsob přípravy epoxidových lisovacích  
kompozic

(57) Řešení umožňuje řízení tekutosti lisovacích hmot již v průběhu jejich přípravy, čímž odpadá obtížně reprodukovatelná úprava tekutosti zráním. Jeho podstatou je impregnace práškových složek kompozice uvedených do vířivého pohybu kapalnými nebo roztavenými pojivovými složkami, mezi něž patří jednak samotná epoxidová pryskyřice, jednak její adukt s nejvýše 8,7 % hmot. tvrdidla typu aromatických primárních diaminů a jednak adukt tohoto tvrdidla s pryskyřicí ve hmot. poměru 1 až 9 : 1. Impregnace uvedenými komponentami probíhá v jejich specifikované kombinaci i pořadí. Výsledný meziprodukt se pak podrobí homogenizaci v tavnině a po ochlazení se drtí, mele nebo granuluje.

Vynález se týká způsobu přípravy epoxidových lisovacích kompozic na bázi nízkomolekulárních epoxidových pryskyřic, tvrdidel, plniv a dalších aditiv.

Příprava epoxidových lisovacích kompozic je popsána v řadě patentů a autorských osvědčení. Způsob vycházející z kapalných složek pojivového systému, jejich hnětení s práškovými plnivy a aditivy, chlazení a dezintegrování vyžaduje zvláštní pozornost při dávkování surovin do hnětacího zařízení vzhledem k nalepování surovin na ústí dávkovacího přívodu, eventuálně na šnek vytlačovacího stroje (např. jap. pat. č. 78 023336, čs. autorské osvědčení č. 219439 a č. 251735). Způsob přípravy vycházející ze smísení jemně mletých pevných komponent nezaručuje dostatečnou homogenitu směsi, což se obecně projevuje zhoršením vlastností výlisků připravených z těchto kompozic. V případě dalšího zpracování pevné směsi za zvýšené teploty na hnětacím zařízení se získá hmota s tekutostí, která je již předem dána složením pevných aduktů (patent NSR č. 2 230 653). Jiný způsob přípravy lisovacích hmot vychází z impregnace pevných plniv a aditiv složkami pojivového systému nebo jejich adukty (čs. autorské osvědčení č. 251736 a č. 258071) a homogenizace takto získané předsměsi kontinuálním nebo diskontinuálním způsobem na některém typu dispergačního zařízení, např. na kalandru, hnětiči a rameny různého tvaru, vytlačovacím šnekovým stroji apod., s následným ochlazením hmoty a jejím rozemletím. Všechny z uvedených způsobů produkují lisovací kompozice o tekutostech, které je často třeba, vzhledem k odlišným zpracovatelským podmínkám upravovat dalším zráním na požadované zpracovatelské (lisotechnické) vlastnosti. Zráním (pregelací) se rozumí temperace kompozice (případně již předsměsi) při teplotách kolem 20 až 60 °C po dobu nezbytnou k získání potřebné konverze a tím i požadované viskozity pro zpracování. Proces zrání je velmi obtížně reprodukovatelný, neboť vedle jiných faktorů je ovlivňován i velikostí částic a tloušťkou vrstvy kompozitního materiálu, ve které dochází k temperaci.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje vynález, jehož předmětem je způsob přípravy epoxidových lisovacích kompozic na bázi epoxidových pryskyřic dianového typu o mol hmotnosti 340 až 650, tvrdidel typu aromatických primárních diaminů nebo jejich směsí s anilinformaldehydovými pryskyřicemi, plniv a práškových aditiv. Podstatou vynálezu spočívá v tom, že práškové složky, zahrnující plniva, aditiva a tvrdidlo a/nebo jeho adukt s epoxidovou pryskyřicí ve hmot. poměru 1 až 9 : 1, se nejprve uvedou do vířivého pohybu, v němž se udržují při teplotách do 35 °C. Při tom se impregnují kapalnou nebo roztavenou epoxidovou pryskyřicí a/nebo jejím aduktem s nejvýše 8,7 % hmot., vztaženou na obsah pryskyřice, tvrdidla v takovém poměru práškových a kapalných složek, aby vznikl premix obsahující 60 až 82 % hmot. plniv a aditiv a 18 až 40 % hmot. pojivového systému sestávajícího z pryskyřice a tvrdidla. Tento premix se pak zhomogenizuje v tavenině při teplotách do 90 °C a po ochlazení na teplotu pod 20 °C se zpracuje na velikost částic do 10 mm drcením, mletím nebo granulací. Výše uvedený premix lze připravit také tak, že se nejprve impregnují prášková aditiva a plniva ve vířivém pohybu kapalnou nebo roztavenou epoxidovou pryskyřicí a/nebo jejím aduktem s tvrdidlem a/nebo jeho aduktem s epoxidovou pryskyřicí buď ve vířivém pohybu nebo v tavenině při teplotách do 90 °C. V tomto postupu uváděná pryskyřičná složka, zahrnující epoxidovou pryskyřici a/nebo její adukt s tvrdidlem, a tvrdící složka, zahrnující tvrdidlo a/nebo jeho adukt s epoxidovou pryskyřicí, se mohou navzájem zčásti nebo zcela zaměnit.

Předností postupu podle popsaného vynálezu je především možnost nastavení vyšší nebo nižší tekutosti hmoty již ve fázi její přípravy, a to podle požadavků zpracovatelské technologie, přičemž odpadá obtížně reprodukovatelná úprava tekutosti zráním (pregelací). Tekutost kompozic, ovlivněnou stupněm konverze pojivového systému, lze řídit jednak volbou složení aduktů v uváděném rozmezí a jednak úplnou nebo částečnou záměnou použitých komponent pojivového systému buď v pevném práškovém stavu nebo v kapalném stavu jako impregnační komponenty. Tímto způsobem lze dosáhnout potřebné konverze reakční směsi bez následující pregelace a současně i výborné homogenity finálního materiálu. Další výhodou předloženého postupu je variabilita volené technologie, umožňující přizpůsobení výrobní technologie danému strojně-technologickému zařízení a jeho uspořádání.

Důležitými články výrobní linky jsou homogenizační zařízení. Pro přípravu předsměsi je vhodné vysokovýkonné vaničkové rychlomíchací zařízení s pluhovými míchadly doplněné rychlootáčivou nožovou hlavou. Zařízení musí být opatřeno regulovatelným dávkovacím zařízením, které umožňuje rovnoměrné vmíchávání kapalin a tavenin do práškových komponent. Zařízení pro přípravu předsměsi je pomocí šnekového dopravníku a regulovatelného dávkovače spřaženo s jednošnekovým nebo dvoušnekovým extruderem, nejlépe v segmentovém provedení, s možností regulace otáček šnekových hřídel a regulace teplotního režimu v extruderu.

#### Příklad 1

V rychlomíchacím zařízení se zhomogenizuje směs práškových surovin, obsahující 174 hmot. díly mletého vápence, 52 hmot. díly práškového oxidu křemičitého zn. Komsil, 2 hmot. díly stearátu zinečnatého, 1 hmot. díl nevodivých sazí a 16,25 hmot. dílů jemně mletého aduktu tvrdidla, připraveného z 9,75 hmot. dílů 4,4'-diaminodifenylmethanu obsahujícího 15 % hmot. pryskyřičných produktů kondenzace anilinu s formaldehydem a ze 6,5 hmot. dílů dianové epoxidové pryskyřice o mol. hmotnosti 350 při teplotě 150 °C. Takto získaná směs práškových komponent se v rychlomíchacím zařízení udržuje ve vířivém pohybu a přitom se impregnuje 48,03 hmot. díly 110 °C teplé taveniny aduktu pryskyřice, připraveného ze 45,15 hmot. dílů dianové epoxidové pryskyřice o mol. hmotnosti 350 a 2,88 hmot. dílů 4,4'-diaminodifenylmethanu obsahujícího 15 % hmot. pryskyřičných produktů kondenzace anilinu s formaldehydem při teplotě 140 °C. Vzniklá sypká hmota se pak homogenizuje v kontinuálním hnětiči systému „BUSS“ za teplotních podmínek zaručujících teplotu kompozice ve výtláčné hubici v rozmezí 65 až 70 °C. Kompozice vycházející z hnětiče se ochladí na teplotu pod 20 °C a rozemele na velikost zrna 5 mm.

Získaná kompozice se zpracovává přetlačováním při teplotě 155 °C a přetlačováním tlaku 12 až 20 MPa.

#### Příklad 2

Do mísiče s pluhovým míchadlem se vnese 166,9 hmot. dílů mleté břidlice, 15,5 hmot. dílů práškového oxidu křemičitého zn. „Siloxid“ nebo „Komsil“ a 1 hmot. díl stearátu zinečnatého. Směs se homogenizuje ve vzosu a přitom se impregnuje nejprve 22,77 hmot. díly roztaveného, 110 °C teplého aduktu pryskyřice, připraveného z 21,07 hmot. dílů epoxidové pryskyřice dianového typu o mol. hmotnosti 350 a 1,7 hmot. dílů 4,4'-diaminodifenylmethanu s obsahem 15 % hmot. anilinformaldehydových pryskyřic a potom za stejných podmínek 12,1 hmot. díly roztaveného a 120 °C teplého aduktu tvrdidla, získaného ze 6,05 hmot. dílů 4,4'-diaminodifenylmethanu s obsahem 15 % hmot. anilinformaldehydových pryskyřic a 6,05 hmot. dílů dianové epoxidové pryskyřice o mol. hmotnosti 350. Do získané směsi udržované ve vířivém pohybu při teplotě do 30 °C se přidá 22,77 hmot. dílů jemně rozemletého aduktu pryskyřice, připraveného ze 21,07 hmot. dílů výše specifikované epoxidové pryskyřice a 1,7 hmot. dílů rovněž výše specifikovaného aminového tvrdidla. Vzniklá směs se zhomogenizuje ve vzosu a dávkuje se společně s 12,1 hmot. díly jemně rozemletého aduktu tvrdidla, připraveného ze 6,05 hmot. dílů uvedeného tvrdidla a 6,05 hmot. dílů epoxidové pryskyřice, do kontinuálního dvoušnekového extruderu, kde se složky zhomogenizují při teplotě max. 75 °C. Zhomogenizovaná kompozice se ochladí na teplotu 15 °C a rozemele na velikost částic do 4 mm.

Získaný produkt se zpracovává přímým lisováním při teplotě 150 °C a lisovacím tlaku 5 až 30 MPa.

#### Příklad 3

V rychlomíchacím zařízení se zhomogenizuje směs práškových surovin o složení 84,4 hmot. dílů mletého vápence, 25,4 hmot. dílů práškového oxidu křemičitého, 0,5 hmot. dílů Versálové modři A, 1,0 hmot. díl stearátu zinečnatého a 5,50 hmot. dílů aduktu tvrdidla, připraveného při teplotě 150 °C ze 3,30 hmot. dílů 4,4'-diaminodifenylmethanu s obsahem 15 % hmot. pryskyřičných pro-

duktů kondenzace anilinu s formaldehydem a 2,20 hmot. dílů dianové epoxidové pryskyřice o mol. hmotnosti 350. Směs těchto práškových komponent, udržovaná rychlomíchacím zařízením ve vířivém pohybu, se impregnuje nejprve 100 až 120 °C teplou taveninou 1,85 hmot. dílu 4,4'-diaminodifenylmethanu a pak stejně teplou taveninou 24,5 hmot. dílů aduktu pryskyřice, připraveného ze 23,03 dílů epoxidové pryskyřice o mol. hmotnosti 350 a 1,47 hmot. dílu 4,4'-diaminodifenylmethanu s obsahem 15 % hmot. pryskyřičných produktů kondenzace anilinu s formaldehydem a 2,20 hmot. dílů dianové epoxidové pryskyřice o mol. hmotnosti 350. Směs těchto práškových komponent, udržovaná rychlomíchacím zařízením ve vířivém pohybu, se impregnuje nejprve 100 až 120 °C teplou taveninou 1,85 hmot. dílu 4,4'-diaminodifenylmethanu a pak stejně teplou taveninou 24,5 hmot. dílů aduktu pryskyřice, připraveného ze 23,03 hmot. dílů epoxidové pryskyřice o mol. hmotnosti 350 a 1,47 hmot. dílu 4,4'-diaminodifenylmethanu s obsahem 15 % hmot. pryskyřičných produktů kondenzace anilinu s formaldehydem. Získaná předsměs se pak podrobí homogenizaci v kontinuálním dvoušnekovém hnětiči za teplotních podmínek zaručující teplotu zhomogenizované kompozice na výstupu z vytláčovací hubice v rozmezí 60 až 70 °C. Vytláčená kompozice se ochladí na teplotu 10 až 15 °C a rozemele se na velikost zrna do 5 mm.

Získaná kompozice je vhodná pro zpracování přetlačováním při teplotě 155 °C a přetlačovacím tlaku 10 až 20 MPa.

## P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

1.

Způsob přípravy epoxidových lisovacích kompozic na bázi epoxidových pryskyřic dianového typu o mol. hmotnosti 340 až 650, tvrdidel typu aromatických primárních diaminů nebo jejich směsí s anilinoformaldehydovými pryskyřicemi, plniv a práškových aditiv, vyznačující se tím, že práškové složky, zahrnující plniva, aditiva a tvrdidlo a/nebo jeho adukt s epoxidovou pryskyřicí ve hmot. poměru 1 až 9 : 1, se nejprve uvedou do vířivého pohybu, v němž se udržují při teplotách do 35 °C a přitom se impregnují kapalnou nebo roztavenou epoxidovou pryskyřicí a/nebo jejím aduktem s nejvýše 8,7 % hmot., vztáženého na obsah pryskyřice, tvrdidla v takovém poměru práškových a kapalných složek, aby vznikl premix obsahující 60 až 82 % hmot. plniv a aditiv a 18 až 40 % hmot. pojivového systému sestávajícího z pryskyřice a tvrdidla, načež se tento premix zhomogenizuje v tavenině při teplotách do 90 °C a po ochlazení na teplotu pod 20 °C se zpracuje na velikost částic do 10 mm drcením, mletím nebo granulací.

2.

Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že premix se připraví nejprve impregnací práškových aditiv a plniv ve vířivém pohybu kapalnou nebo roztavenou epoxidovou pryskyřicí a/nebo jejím aduktem s tvrdidlem a potom homogenizací vzniklé práškové směsi ve vířivém pohybu s tvrdidlem a/nebo jeho aduktem s epoxidovou pryskyřicí.

3.

Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že aditiva a plniva impregnovaná epoxidovou pryskyřicí a/nebo jejím aduktem s tvrdidlem se zhomogenizují s tvrdidlem a/nebo jeho aduktem s epoxidovou pryskyřicí v tavenině při teplotách do 90 °C.

4.

Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že pryskyřičná složka, zahrnující epoxidovou pryskyřicí a/nebo její adukt s tvrdidlem, a tvrdící složka, zahrnující tvrdidlo a/nebo jeho adukt s epoxidovou pryskyřicí, se navzájem zčásti nebo zcela zamění.