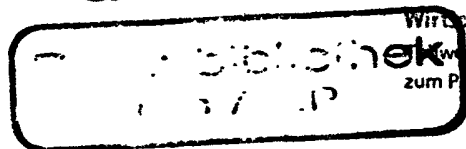




DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 136 495



Wirtschaftspatent

teilweise aufgehoben gemäß § 6 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
 zum Patentgesetz

Int. Cl.³

(11) 136 495 (45) 25.02.81 3(51) C 03 C 27/10
 C 09 J 3/16
(21) WP C 03 C / 205 292 (22) 10.05.78
(44)¹ 11.07.79

(71) siehe (72)

(72) Winkler, Bodo, Dipl.-Chem., DD

(73) siehe (72)

(74) Dipl.-Chem. Bodo Winkler, VEB ASOL-Chemie Berlin,
1130 Berlin, Herzbergstraße 28

(54) Verfahren zum Herstellen eines Epoxidharzklebstoffes
für Glas/Glas-Flachverbindungen

¹⁾ Ausgabetag der Patentschrift für das gemäß § 5 Absatz 1 ÄndG zum PatG erteilte Patent

Anwendungsgebiet der Erfindung

Das Anwendungsgebiet der Erfindung ist die Herstellung von Epoxidharzklebstoffen für die Anfertigung von Glas/Glas-Flachverbindungen für Schmuckglasgestaltungen, insbesondere Glasgestaltungen, die aus Trägerglas und Kristallglas oder Antikglas bestehen und an oder in Bauwerken angebracht werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Der Einsatz von Epoxidharzklebstoffen zum Verbinden von Glas mit Glas ist bereits bekannt. Allerdings genügen die bisher hierfür verwendeten Epoxidharzklebstoffe den diesbezüglichen Forderungen anspruchsvoller Schmuckglasgestaltungen, z.B. Glasgestaltungen

mit Kristallglas oder mundgeblasenem Antikglas, nur unvollkommen, vor allem in den Anwendungsfällen, bei denen die hergestellten Klebverbindungen ständig den Witterungseinflüssen ausgesetzt sind. Die wesentlichsten Ursachen für dieses Versagen sind die mangelhafte Wasserbeständigkeit, die ungenügende Lichtechtheit sowie die Neigung der für die Herstellung der Klebverbindungen verwendeten Epoxidharze zum Verspröden. Vor allem führt die durch Alterung bedingte Zunahme der Sprödigkeit der Epoxidharze zu einer vorzeitigen Zerstörung der Klebverbindungen, da ihre Flexibilität zu gering ist, um die durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten, z.B. des Trägerglases und des hiermit verbundenen Antikglases, hervorgerufenen Spannungen innerhalb der Klebfuge abzubauen. Weitere Schwierigkeiten bereitet die Herstellung dekorativer Glasgestaltungen unter Verwendung bekannter Epoxidharzklebstoffe auch wegen der Neigung der Epoxidharze zur Weißtrübung. Bereits relative Luftfeuchten von über 40 % im Arbeitsraum führen zum Anlaufen der Oberfläche des ungehärteten Klebfilms und beeinträchtigen dadurch die Transparenz der hergestellten Klebverbindung. Weitere Nachteile ergeben sich aus der Eigenfarbe, welche die Epoxidharzklebstoffe besitzen und die eine Farbtonänderung bei mit diesen hergestellten Verbindungen zwischen Trägerglas und Kristallgläsern sowie hellen Antikgläsern bewirken, insbesondere weil bei diesen größere Klebfugendicken erforderlich sind, um deren Unebenheiten ausgleichen und blasenfreie Klebungen gewährleisten zu können.

Durch die DL-PS 57 066 ist bereits ein Verfahren zum Kleben von Glas mittels Epoxidharzklebstoffen bekannt

geworden. Hierbei werden die Füge-teiloberflächen vor dem Kleben mit einem bekannten Epoxidharzklebstoff mit einer siliciumorganischen Verbindung, die im Molekül mindestens einen eine Aminogruppe tragenden organischen Rest enthält, wobei die anderen Valenzen der Siliciumatome durch Kohlenwasserstoffreste, Alkoxyreste und/oder Sauerstoffatome abgesättigt sind, behandelt oder mit einem Epoxidharzklebstoff, der 0,5 bis 20 % der beschriebenen siliciumorganischen Verbindung enthält, in üblicher Weise verklebt. Zur Vorbehandlung der Füge-teiloberflächen mit der genannten siliciumorganischen Verbindung ist es bei diesem Verfahren als zweckmäßig angegeben, daß die Verbindung als 0,3- bis 10 %ige Lösung in einem organischen Lösungsmittel auf die sorgfältig gereinigten Füge-teiloberflächen aufgebracht und zwischen Raumtemperatur und 100 °C angetrocknet wird. Der Nachteil dieses bekannten Verfahrens besteht vor allem in dem hohen verarbeitungstechnologischen Aufwand desselben. Außerdem wird die hiermit beabsichtigte Verbesserung der Haftfestigkeit von Epoxidharz auf Glas, besonders bei Einwirkung von Wasser auf die Grenzfläche, in nur unbefriedigendem Maße erreicht.

Das in der DL-PS 41 469 beschriebene Verfahren zum heißwasserfesten Verbinden kompakter Teile aus Glas und keramischen Erzeugnissen arbeitet mit Klebharzen, die siliciumorganische Epoxidverbindungen enthalten. Es wird hierbei auf die zu verbindenden Flächen der Glasteile ein gegebenenfalls vorkondensiertes Gemisch von bekannten, siliciumfreien Epoxidharzen mit bestimmten siliciumorganischen Epoxidharzverbindungen und bekannten Epoxidharzhärtungsmitteln aufgetragen und gehärtet. Dieses

bekannte Verfahren erhöht zwar die Widerstandsfestigkeit geklebter Glas- und Keramikteile gegenüber heißem Wasser, verhindert aber nicht das Auftreten von Farbveränderungen der Klebeschicht, sobald diese Klebverbindungen Witterungseinflüssen über einen längeren Zeitraum ausgesetzt werden.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die Herstellung von Klebverbindungen zwischen Glasteilen, insbesondere von farbigen Antikgläsern und Trägerglas für Schmuckglasgestaltungen zu ermöglichen, die sich durch hohe Witterungsbeständigkeit auszeichnen und einen geringen Herstellungsaufwand mit unkomplizierter Verarbeitungstechnologie der verwendeten kalthärtenden Epoxidharzklebstoffe erfordern, wobei der aus letzteren bestehende Klebfilm eine ausreichende Flexibilität sowie eine der Eigenfestigkeit von Glas entsprechende Festigkeit aufweisen soll.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, ein Verfahren zum Herstellen eines für transparente Glas/Glas-Flachverbindungen einsetzbaren Epoxidharzklebstoffes zu schaffen, der aus einem Epoxidharzgemisch und einer Härtermischung besteht.

Erfindungsgemäß wurde diese Aufgabe dadurch gelöst, daß ein Verfahren zum Herstellen eines Epoxidharzklebstoffes

entwickelt wurde, bei dem eine Epoxidharz-Kombination, die durch Mischen eines niedermolekularen Epoxidharzes mit einem Epoxidäquivalent von etwa 200 und eines hochmolekularen, flexibilisierten Epoxidharzes mit einem Epoxidäquivalent von etwa 600 im Verhältnis von Gewichtsteilen 1 : 1 bis 1,5 hergestellt wird, mit einer Epoxidharzhärter-Kombination verarbeitet wird, die durch Mischen eines aliphatischen Aminoamids mit einer Aminzahl von etwa 450 mg KOH/g und eines Aminadduktes mit einer Aminzahl von etwa 750 mg KOH/g hergestellt wurde, wobei das Aminaddukt durch Umsetzung des niedermolekularen Epoxidharzes aus der Epoxidharz-Kombination mit einem aliphatischen Polyamin gebildet wird. Dabei werden 75 % der zur Aushärtung der Epoxidharze der Epoxidharz-Kombination erforderlichen Menge aktiven Aminwasserstoffs dem Aminoamid und 25 % dem Aminaddukt entzogen. Außerdem werden 90 bis 95 Gewichtsteilen des aus den Epoxidharzen hergestellten Gemisches 10 bis 5 Gewichtsteile epoxidgruppenhaltiges Silanhaftmittel, vorzugsweise γ -Glycidoxypropyltriäthoxysilan zugesetzt. Hierdurch wird die Wasser- und Witterungsbeständigkeit des herzustellenden Epoxidharzklebstoffes erhöht. Das Silanhaftmittel übernimmt gleichzeitig die Funktion eines reaktiven Verdünnungsmittels.

Darüber hinaus können erfindungsgemäß der Epoxidharzhärter-Kombination zur Aufhellung der Eigenfarbe bis zu 0,1 Prozent von Diphenylimidazolone zugesetzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren führt zu einem Epoxidharzklebstoff, der außer dem technologischen Vorteil einer unkomplizierten Verarbeitungstechnologie sehr

günstige Eigenschaften aufweist, welche seinen Einsatz für die Herstellung von Klebverbindungen zwischen Glas-teilen, die äußeren Witterungsbedingungen ausgesetzt werden müssen, ermöglichen. Der aus diesem kalthärtenden Epoxidharzklebstoff hergestellte Klebfilm weist eine hohe Wasserbeständigkeit, eine für vorgenanntes Einsatzgebiet ausreichende Flexibilität sowie eine der Festigkeit von Glas entsprechende Eigenfestigkeit auf. Außerdem besitzt der erfindungsgemäß hergestellte Epoxidharzklebstoff im gemischten Zustand nur eine geringe Neigung zur Weißtrübung, was auf die relative Wasserunempfindlichkeit des in der verwendeten Epoxidharzhärter-Kombination enthaltenen aliphatischen Aminoamids und auch des Aminadduktes zurückzuführen ist. Aus vorgenanntem Grund erübrigen sich die bisher üblichen Forderungen nach äußerst geringer Luftfeuchte im Arbeitsraum oder nach Aushärtung unter Einwirkung von Infrarotlicht für die Verarbeitung der Epoxidharzklebstoffe, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt worden sind.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung eines für transparente Glas/Glas-Flachverbindungen einsetzbaren, mit Aminen und/oder Amiden oder deren Derivaten aushärtenden Epoxidharzklebstoffes, g e k e n n z e i c h n e t d a ß d u r c h, daß eine Epoxidharz-Kombination, die durch Mischen eines niedermolekularen Epoxidharzes und eines hochmolekularen, flexibilisierten Epoxidharzes hergestellt wurde, mit der Epoxidharzhärter-Kombination, die aus der Mischung eines aliphatischen Aminoamids und eines Aminadduktes entstanden ist, verarbeitet wird, wobei ein Mischungsverhältnis zwischen den beiden Epoxidharzen von 1 : 1 bis 1,5 zur Anwendung kommt.
2. Verfahren nach Punkt 1, g e k e n n z e i c h n e t d a ß d u r c h, daß zur Aushärtung des herzustellenden Epoxidharzklebstoffes 75 % des erforderlichen aktiven Aminwasserstoffes dem Aminoamid und 25 % dem Aminaddukt entzogen wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, g e k e n n z e i c h n e t d a ß d u r c h, daß der Epoxidharz-Kombination zusätzlich 5 bis 10 Gewichtsprozent γ -Glycid-oxypropyltriäthoxysilan zugegeben werden.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, g e k e n n z e i c h n e t d a ß d u r c h, daß der Epoxidharzhärter-Kombination bis zu 0,1 Gewichtsprozent Diphenylimidazolone zugegeben werden.

In Betracht gezogen Druckschriften:

CH-PS 569073 (C 09 J, 3/16)