

Изобретение относится к области химии и может быть использовано в машиностроении, например при получении клеев горячего отверждения.

Известен наиболее близкий по технической сути отвердитель для эпоксидных смол [Патент РФ N: 2028320. кл. С 08 G 59/50, опублик.-1995], включающий продукт взаимодействия эпоксидиановой смолы, алифатического амина и акрилонитрила, который, согласно изобретению, в качестве продуктов взаимодействия эпоксидиановой смолы, алифатического амина и акрилонитрила он содержит аддукт эпоксидиановой смолы и алифатического ди- или полиамина, моно- и дицианэтилированный алифатический ди- или полиамин и алифатический ди- или полиамин при следующем массовом соотношении компонентов отвердителя, мас. %:

<b>Аддукт эпоксидиановой смолы и алифатического ди- или полиамина</b>	<b>40,0–60,0</b>
<b>Моноцианэтилированный алифатический ди- или полиамин</b>	<b>17,3–40,3</b>
<b>Дицианэтилированный алифатический ди- или полиамин</b>	<b>9,1–15,7</b>
<b>Алифатический ди- или полиамин</b>	<b>5,0–7,0</b>

В этот состав входят компоненты, например, акрилонитрил, отличающиеся высокой токсичностью, поэтому в процессе производства отвердителя, а также при использовании конечного продукта существуют факторы неблагоприятного воздействия на здоровье обслуживающего персонала. Кроме того, вследствие чередования в молекулярной структуре отвержденной данным отвердителем композиции участков сетчатой (трехмерной) и линейной структуры, обусловленных действием аддукта эпоксидной смолы с алифатическим диамином, с одной стороны, и остальных компонентов отвердителя, с другой, в молекулярной сетке такой клеевой композиции существуют значительные и неравномерно распределенные внутренние напряжения. Кроме того, конкуренция и взаимное отталкивание циано- и иминогрупп, присутствующих в формирующейся полимерной сетке таких композиций, препятствует оптимальной упаковке макромолекул на границе раздела со склеиваемым материалом. Это снижает энергию зарождения микротрещин и приводит к недостаточной прочности клеевых соединений при склеивании, например, керамических материалов на основе оксида алюминия и карбида кремния.

В основу изобретения поставлена задача такого совершенствования известного состава отвердителя для эпоксидных смол, при котором за счет замены используемых алифатических аминов обеспечивается исключение в конечном продукте токсичных составляющих, а также получение равномерной молекулярной структуры отвержденной композиции с низким уровнем внутренних напряжений и, как следствие, повышается экологическая безопасность отвердителя и прочность\*пол-учаемого клеевого соединения.

Для решения этой задачи в известном отвердителе, содержащем алифатические амины, согласно изобретению в качестве алифатических аминов содержатся продукты взаимодействия диамида угольной кислоты, нонаметилендиамина и гексаметилендиамина-на .при следующем соотношении компонентов, мас. %:

<b>Диамид угольной кислоты</b>	<b>21,8–50,5</b>
<b>Нонаметилендиамин</b>	<b>33,4–65,7</b>
<b>Гексаметилендиамин</b>	<b>4,0–25,4</b>

Заявляемый отвердитель представляет собой низкомолекулярный продукт конденсации диамида угольной кислоты с гекса- и нонаметилендиамином. Он образован набором линейных молекул, имеющих на концах аминогруппы, активно взаимодействующие с эпоксидными циклами и приводящие к отверждению эпоксидной смолы.

Благодаря наличию в молекулах отвердителя внутренних иминогрупп, образующих гибкие водородные связи с фрагментами формирующейся полимерной сетки, линейные молекулы отвердителя размещаются в пустотах полимерной сетки клея. Обладая значительной гибкостью и склонностью к образованию гибких и прочных водородных связей, способных обратимо разрываться и восстанавливаться, гася приложенные извне нагрузки, молекулы заявляемого отвердителя выполняют также роль высокоэффективного пластификатора. Вследствие этого значительно снижается уровень внутренних напряжений как в клеевом слое, так и на границе его раздела со склеиваемым материалом, а также повышается плотность и однородность клеевого слоя. Энергия зарождения микротрещины в клеевом слое, полученном на основе заявляемого отвердителя, увеличивается по сравнению с прототипом в 1,5-2,5 раза, что приводит к соответствующему увеличению прочности клеевого соединения.

Пример конкретной реализации изобретения.

Синтез отвердителя производился в герметичной емкости из нержавеющей стали под давлением сухого азота 0,6 МПа Температура синтеза 180~200°C, продолжительность 1,5 часа

Первоначально в открытую емкость помещают необходимое количество диамида угольной кислоты и доводят его до плавления (t 140-150°C). Затем вводят гексаметилендиамин и нонаметилендиамин. После их растворения емкость герметично закрывается, продувается сухим азотом. Давление газа доводится до 0,6 МПа, после чего температуру повышают до 180-200°C и проводят необходимую выдержку (1,5 часа).

По вышеописанному способу изготавливали отвердитель следующего состава, мас. %:

Диамид угольной кислоты	26,9
Гексаметилендиамин	12,9
Нонаметилендиамин	60,2

Режим получения этого конкретного состава следующий: температура синтеза 190°C при давлении сухого азота 0,6 МПа; время выдержки реакционной смеси в реакторе 1,5 часа.

Кроме того, по этому же способу и при тех же условиях были изготовлены отвердители при граничных и при выходе за граничные значения заявляемых компонентов. Был также изготовлен состав по прототипу при тех же условиях.

Данные сведены в таблицу, из которой следует, что прочность клеевых соединений на основе эпоксидных смол при использовании заявляемого отвердителя повысилась ориентировочно в 1,1-2 раза.

Кроме того, анализ заявляемого отвердителя, проведенный методом жидкостной хроматографии, показал, что он не содержит токсичных компонентов, способных проникать в организм человека через органы дыхания или через кожу, либо обладающих раздражающим действием.

Результаты сравнительных испытаний прочности клеевых соединений, полученных на основе заявляемого отвердителя, а также отвердителя-прототипа

Объект испы- таний	№ п/п	Ингредиенты							Проч- ность клееево- го сое- дине- ния при склеи- вании корун- довой кера- мики, МПа	Приме- чания
		Диа- мид уголь- ной кисло- ты	Алифатические амины, мас. %				Алифа- тиче- ский ди- или по- ли- амин, мас. %	Аддукт эпокси- диано- вой смолы и али- фатиче- ского ди- или по- лиами- на, мас. %		
			гекса- мети- ленди- амин	нона- мети- лен- диамин	моно- циан- этили- рован- ный алифа- тиче- ский ди- или по- лиамин	дициа- нэтили- рован- ный алифа- тиче- ский ди- или по- лиамин				
Заяв- ляемый состав	1	26,9	12,9	60,2	—	—	—	—	88,2	Высо- кая тепло- и водо- стой- кость
	2	21,8	19,2	59,0	—	—	—	—	67,3	—
	3	50,5	14,7	34,8	—	—	—	—	60,4	—
	4	33,6	4,0	62,4	—	—	—	—	52,7	—
	5	23,0	25,4	51,6	—	—	—	—	53,6	—
	6	45,9	20,7	33,4	—	—	—	—	64,1	—
	7	27,6	6,7	65,7	—	—	—	—	50,1	—
	8	19,1	17,8	63,1	—	—	—	—	30,3	—
	9	52,4	9,5	38,1	—	—	—	—	37,4	Низ- кая водо- стой- кость
					—	—	—	—		
					—	—	—	—		
					—	—	—	—		
					—	—	—	—		
Состав по про- тотипу	10	44,3	3,0	52,7	—	—	—	—	21,2	—
	11	24,5	26,7	48,8	—	—	—	—	42,6	—
	12	46,6	23,3	30,1	—	—	—	—	29,9	—
	13	26,2	6,4	67,4	—	—	—	—	31,9	Низ- кая во- достой- кость
					—	—	—	—		
					—	—	—	—		
					—	—	—	—		
	14	—	—	—	20,4	14,9	6,2	58,5	44,5	—