



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **99680** (13) **U**
(51) МПК (2015.01)**B32B 15/04** (2006.01)**B05D 3/02** (2006.01)**C08G 59/00****C08F 2/46** (2006.01)ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ****(21)** Номер заявки: **а 2013 11859****(22)** Дата подання заявки: **09.10.2013****(24)** Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **25.06.2015****(41)** Публікація відомостей
про заявку: **25.07.2014, Бюл.№ 14****(46)** Публікація відомостей
про видачу патенту: **25.06.2015, Бюл.№ 12****(72)** Винахідник(и):**Мацуй Людмила Юріївна (UA),
Вовченко Людмила Леонтіївна (UA),
Козаченко Віктор Васильович (UA),
Семенівська Олена Анатоліївна (UA)****(73)** Власник(и):**Мацуй Людмила Юріївна,
вул. Голосіївська, 13-а, кв. 445, м. Київ,
03039 (UA),
Вовченко Людмила Леонтіївна,
вул. Вишняківська, 8, кв. 135, м. Київ, 02140
(UA),
Козаченко Віктор Васильович,
вул. Васильківська, 94, кв. 9, м. Київ, 03022
(UA),
Семенівська Олена Анатоліївна,
вул. М. Закревського, 7, кв. 56, м. Київ,
02217 (UA)****(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ПОЛІМЕРНИХ КОМПОЗИТНИХ МАТЕРІАЛІВ З НАНОВУГЛЕЦЕВИМ НАПОВНЮВАЧЕМ****(57)** Реферат:

Спосіб отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем, в якому нановуглецевий наповнювач із закріпленими на його поверхні феромагнітними наночастинками розподіляють та орієнтують магнітним полем в полімерній матриці. Феромагнітні наночастинки хімічно закріплюють на поверхні нановуглецевого наповнювача і в полімерній матриці розподіляють та орієнтують їх магнітним полем заданої конфігурації.

UA 99680 U

Корисна модель належить до способів одержання композитних матеріалів з заданим розподілом наповнювача в полімерній матриці.

Відомо спосіб одержання композиційних матеріалів з заданим розподілом наповнювача, який полягає в тому, що наповнювач заздалегідь механічно розподіляють, створюючи необхідну
5 конфігурацію, а потім простір між наповнювачем заповнюють полімерною матрицею. [Лахтин Ю.М., Леонтьева В.П. Материаловедение, М.: Машиностроение, 1990, 528 с, - С. 475-482].

Недоліком цього способу є те, що для дисперсного наповнювача неможливо створити просторову структуру.

Відомо спосіб виготовлення нанокompозитів із графітовим нанопластинками та приліпленими на них залізними частинками, орієнтованими в магнітному полі [Patent USA. Magnetic Graphite Nanoplatelets. United States Patent Application 2010/0003530 A1].

Недоліком цього способу є те, що, при механічному перемішуванні закріплені на графіті залізнi частинки, не є стійкими для використання при створенні просторових структур.

В основу корисної моделі поставлена задача отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем, в отриманні композитних матеріалів з просторово-неоднорідним розподілом нановуглецевого наповнювача в полімерній матриці.

Спосіб отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем, в якому нановуглецевий наповнювач із закріпленими на його поверхні феромагнітними наночастинками, розподіляють та орієнтують магнітним полем в полімерній матриці, в якому,
20 згідно з корисною моделлю, феромагнітні наночастинки хімічно закріплюють на поверхні нановуглецевого наповнювача і в полімерній матриці розподіляють та орієнтують їх магнітним полем заданої конфігурації.

Спосіб отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем, в якому нановуглецевий наповнювач із хімічно закріпленими на його поверхні феромагнітними наночастинками, розподіляють та орієнтують в полімерній матриці магнітним полем заданої
25 конфігурації.

Спосіб дозволяє отримати композитні матеріали із заданим розподілом нановуглецевого наповнювача. Спосіб створює композитний матеріал, у якому феромагнітні наночастинки хімічно закріплюють на поверхні нановуглецевого наповнювача і в полімерній матриці розподіляють та орієнтують їх магнітним полем заданої конфігурації. Тобто, нановуглецевий наповнювач буде розміщений вздовж певних ліній, кілець або інших фігур, утворюючи макроскопічні волокна.

Спосіб отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем пояснюється ілюстраціями:

35 Фіг. 1 Схема отримання композитних матеріалів з просторово-неоднорідним розподілом нановуглецевого наповнювача, де:

1 - постійний магніт; 2 - форма з сумішшю; 3 - п'єзоперетворювач; 4 - концентратори магнітного поля.

40 Фіг. 2 - моделі композитних матеріалів із заданим розподілом нановуглецевого наповнювача:

а) у вигляді кілець: 5 - епоксидна матриця; 6 - нановуглецевий наповнювач;

б) у вигляді ліній, стержнів, тонких циліндрів, волокон, тощо.

Фіг. 3 - фотографія зразків із розподілом нановуглецевого наповнювача у вигляді кілець.

45 Фіг. 4 - фотографія зразка із розподілом наповнювача у вигляді паралельних шарів, отримана за допомогою мікрохвильового мікроскопу.

Спосіб отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем виконується таким чином.

Схему виконання способу зображено на Фіг. 1 - схема отримання композитних матеріалів з просторово-неоднорідним розподілом нановуглецевого наповнювача, де:

50 1 - постійний магніт; 2 - форма з сумішшю; 3 - п'єзоперетворювач; 4 - концентратори магнітного поля.

На поверхні нановуглецевого наповнювача хімічно закріплюють феромагнітні наночастинки. Порошок, що утворився, нановуглецевого наповнювача з хімічно закріпленими на його поверхні феромагнітними наночастинками, вводять у рідкофазну полімерну матрицю. Форму з
55 отриманою сумішшю розміщують у магнітному полі заданої конфігурації. Магнітне поле заданої конфігурації, що визначається формою концентраторів, розподіляє по об'єму матриці нановуглецевий наповнювач з хімічно закріпленими на його поверхні наночастинками. Для активації розосередження і для однорідності розподілу порошку, нановуглецевого наповнювача з хімічно закріпленими на його поверхні наночастинками, у рідкофазній полімерній матриці
60 проводять ультразвукове диспергування. Фіг. 2 - моделі композитних матеріалів із заданим

розподілом нановуглецевого наповнювача: а) у вигляді кілець: 5 - епоксидна матриця; 6 - нановуглецевий наповнювач; б) у вигляді ліній, стержнів, тонких циліндрів, волокон, тощо. Суміш залишають під дією магнітного поля до повного отвердження, полімеризації матриці.

Основні вимоги до наповнювача, що застосовувався у способі, що заявляється:

5 нанорозміри - товщина пластинок графіту коливається від 5 до 20 нм, латеральні розміри частинок від 1 до 10 мкм;

ферромагнітні характеристики - наповнювач на основі терморозширеного графіту, наявність нанорозмірних частинок ферромагнітного металу (Fe, Ni, Co) хімічно закріплених на поверхні пластинок нанографіту.

10 Приклад 1

Розчин епоксидної смоли готують шляхом додавання до смоли ацетону у співвідношенні 3 в.ч. ЕД20:1 в.ч. ацетону, розмішують.

Поступово, перемішуючи склянню паличкою, додають вуглецевий наповнювач ТРГ-Ni в розчин ЕД20 із розрахунку отримання КМ із 0,5 ваг. % ТРГ-Ni.

15 З метою активації однорідного розосередження наповнювача в епоксидній матриці проводять ультразвукове диспергування композитної суміші в ультразвуковому диспергаторі УЗДН-А протягом 20 годин. У композитну суміш ТРГ-Ni-ЕД20 додають пластифікатор дибутилфталат ДБФ у співвідношенні 10 в.ч. ЕД20:2,5 в.ч. ДБФ, ретельно перемішують.

20 У композитну суміш ТРГ-Ni-ЕД20+ДБФ додають отверджувач поліетиленополіамін ПЕ-ПА у співвідношенні 10 в.ч. ЕД20:1 в.ч. ПЕ-ПА, ретельно перемішують.

Рідку в'язку композитну суміш виливають у тефлонову форму, яку розміщують у магнітному полі заданої конфігурації, яку зображено на Фіг. 2а. Середнє значення індукції магнітного поля 0,4 Тл.

25 Для активації процесу розосередження, деагломерування наповнювача ТРГ-Ni, до композитної суміші підводять ультразвук інтенсивністю 0,5 Вт/см² протягом 1 хв.

Форму із зразком композитної суміші залишають під дією магнітного поля до повного отвердження епоксидної смоли - полімеризації, що становить 24 години. Проводять заключне сушіння зразка протягом 4 годин при ступеневому підвищенні температури від 50 до 80 °С.

30 Отримують зразок у вигляді "шайби", з розподілом наповнювача у вигляді двох концентричних кілець. Фіг. 3 - фотографія зразків із розподілом нановуглецевого наповнювача у вигляді кілець. Зразок в: діаметри кілець із наповнювача 5 та 11 мм, товщина 1 і 1,5 мм, відповідно.

Приклад 2

35 Виконують аналогічно прикладу 1 за відмінності розмірів зразка. Отримують зразок у вигляді "шайби" із наповнювачем, розподіленим у вигляді трьох концентричних кілець та стержня вздовж вертикальної вісі зразка. Фіг. 3 Фотографія зразків із розподілом нановуглецевого наповнювача у вигляді кілець. Зразок г: діаметри кілець 1, 5 та 8 мм, товщина 0,3 та 0,6 та 1 мм, відповідно та стержень діаметром 1 мм вздовж вертикальної вісі зразка.

Приклад 3

40 Розчин епоксидної смоли готують шляхом додавання до смоли ацетону у співвідношенні 3 в.ч. ЕД20:1 в.ч. ацетону, розмішують. Поступово, перемішуючи склянню паличкою додають вуглецевий наповнювач ТРГ-Co в розчин ЕД20 із розрахунку отримання КМ із 1 ваг. % ТРГ-Co.

45 З метою активації однорідного розосередження наповнювача в епоксидній матриці проводять ультразвукове диспергування композитної суміші в ультразвуковому диспергаторі УЗДН-А протягом 20 годин.

У композитну суміш ТРГ-Co-ЕД20 додають пластифікатор дибутилфталат ДБФ у співвідношенні 10 в.ч. ЕД20:2,5 в.ч. ДБФ, ретельно перемішують.

У композитну суміш ТРГ-Co-ЕД20+ДБФ додають отверджувач поліетиленополіамін ПЕ-ПА у співвідношенні 10 в.ч. ЕД20:1 в.ч. ПЕ-ПА, ретельно перемішують.

50 Рідку в'язку композитну суміш виливають у тефлонову форму, яку розміщують у магнітному полі конфігурації, яка зображена на Фіг. 2б. Середнє значення індукції магнітного поля порядку 0,4 Тл.

Для активації процесу розосередження, деагломерування наповнювача ТРГ-Co, до композитної суміші підводять ультразвук інтенсивністю 0,5 Вт/см² протягом 1 хв.

55 Форму із зразком композитної суміші залишають під дією магнітного поля до повного ствердження епоксидної смоли - полімеризації, що становить 24 години.

Проводять заключне сушіння зразка протягом 4 годин при ступеневому підвищенні температури від 50 до 80 °С.

60 Отримують зразок у вигляді пластинки розмірами 15×10×4 мм³ із розподілом наповнювача ТРГ-Co у вигляді паралельних шарів товщиною близько 0,5 мм, що чергуються із шарами

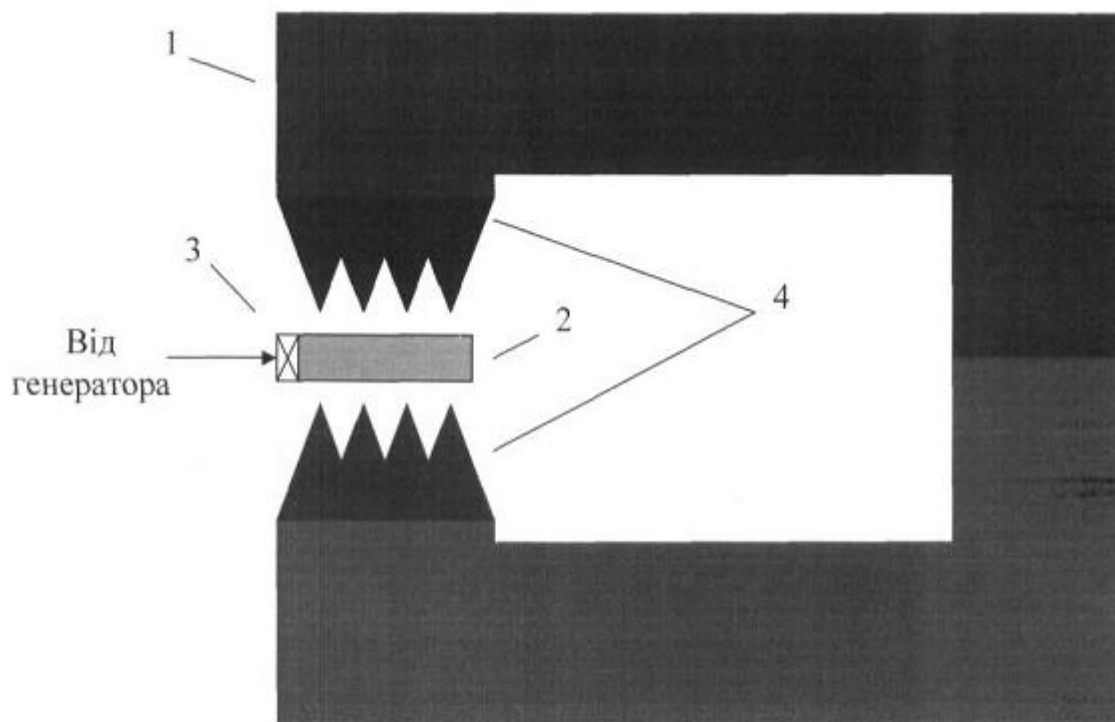
епоксидної смоли, товщиною близько 1,5 мм. Фіг. 4 - фотографія зразка із розподілом наповнювача у вигляді паралельних шарів, отримана за допомогою мікрохвильового мікроскопу.

Таким чином, спосіб отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем дозволяє створювати композитні матеріали з нановуглецевим наповнювачем, в якому нановуглецевий наповнювач розподіляється в полімерній матриці заданим чином в один етап.

Спосіб отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем може знайти широке застосування у галузі виробництва засобів селективного захисту від електромагнітного випромінювання, різноманітних радіотехнічних виробів і може бути використаний при створенні матеріалів для селективних захисних екранів та покриттів від електромагнітного випромінювання, випромінюючих елементів, електронагрівальних пристроїв тощо.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб отримання полімерних композитних матеріалів з нановуглецевим наповнювачем, в якому нановуглецевий наповнювач із закріпленими на його поверхні феромагнітними наночастинками, розподіляють та орієнтують магнітним полем в полімерній матриці, який відрізняється тим, що феромагнітні наночастинки хімічно закріплюють на поверхні нановуглецевого наповнювача і в полімерній матриці розподіляють та орієнтують їх магнітним полем заданої конфігурації.



Фіг. 1

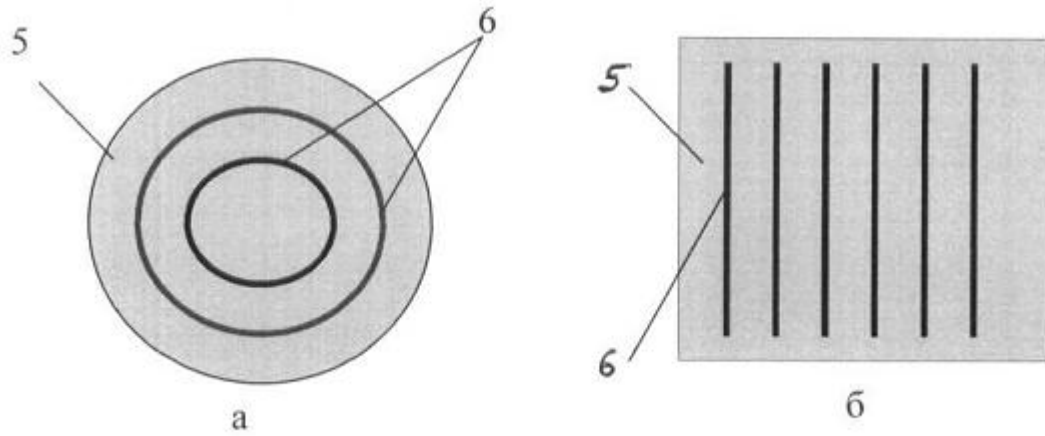


Fig. 2

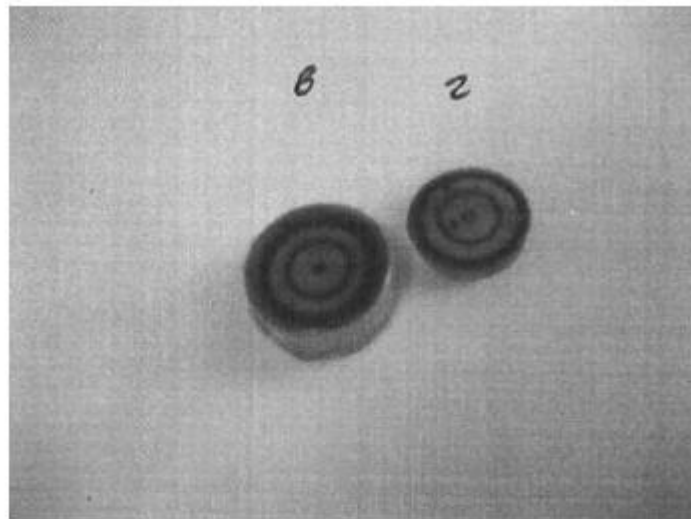


Fig. 3

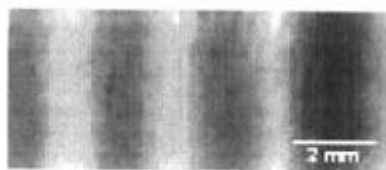


Fig. 4

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601