



УКРАЇНА

(19) UA (11) 50086 (13) U  
(51) МПК (2009)  
C08L 63/00МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ПРИСКОРЕНОГО ЗАТВЕРДНЕННЯ ЕПОКСИДНОГО ОЛІГОМЕРУ

1

2

(21) u200912170

(22) 26.11.2009

(24) 25.05.2010

(46) 25.05.2010, Бюл.№ 10, 2010 р.

(72) ШИЙЧУК ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ, БІЛО-  
ГУБКА ОКСАНА РОМАНІВНА(73) ПРИКАРПАТСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІ-  
ВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ВАСИЛЯ СТЕФАНИКА(57) Спосіб прискореного затверднення епоксид-  
ного олігомеру, який полягає у тому, що процес  
затверднення відбувається під дією мікрохвильо-  
вого поля у присутності затверджувача, який **від-  
різняється** тим, що як затверджувач використо-  
вують фталевий ангідрид.

Заявляється корисна модель, яка відноситься до технології полімерних матеріалів, зокрема до методу, який використовується для прискорення затверднення епоксидного олігомеру ЕД-20.

Відомо, що отверднення епоксидних смол є тривалим процесом і вимагає підвищеної температури. Саме тому пошук методів прискорення затверднення епоксидів є актуальним. Відомим методом прискорення хімічних реакцій є опромінення електромагнітним полем мікрохвильового діапазону. Такий метод є особливо ефективним до реакцій у полімерах, оскільки нагрівання відбувається рівномірно в об'ємі речовини.

Найбільш близьким по технологічній суті до винаходу є спосіб затверднення епоксидного олігомеру з одночасним застосуванням мікрохвильового поля та м-фенілендіаміну в якості затверджувача [1]. Даний спосіб дає можливість прискорити процес затверднення епоксидного олігомеру в 2-4 рази при однаковій температурі реакційного середовища.

Порівняно з епоксиамінними полімерами, полімери, затверднені ангідридами, володіють підвищеною тепловою, хімічною і радіаційною стійкістю, а також кращими механічними і електричними властивостями. Основним недоліком епоксиамінних затверджувачів є низька реакційна здатність і висока температура затверджування. На швидкість затверджування впливають такі фактори як температура, склад вихідної композиції, а також застосування каталізаторів [2,3]. Для прискорення процесу затверджування в систему вводять каталізatori основного характеру, а також кислоти Льюїса [4].

Технічна задача корисної моделі полягає у створенні простого, швидкого загальнодоступного методу прискорення затверднення епоксидних полімерів.

Суть запропонованого методу полягає в тому, що для прискорення затверднення полімерів на основі епоксидного олігомеру застосовується мікрохвильове поле та фталевий ангідрид як затверджувач. Наші дослідження показали, що епоксидний олігомер ЕД-20 успішно затверджується фталевим ангідридом при нагріванні у мікрохвильовому полі протягом 3-4 годин. У порівнянні з тривалим (24 год) термічним процесом МХ-випромінювання дозволяє суттєво (в 6-8 разів) скоротити тривалість затверджування епокси-ангідридних композицій на основі фталевого ангідриду, а також сумарні витрати енергії з 36 до 3 кВт·год. Для додаткового порівняння було проведено також термічне затверджування полімеру фталевим ангідридом тривалістю 6 год [5]. Виявилось, що термічне нагрівання при 120°C протягом 6 год є недостатнім для повного затверднення полімеру - одержаний зразок був м'яким і непрозорим. Мутність, очевидно, пояснюється кристалізацією фталевого ангідриду, який не вступив у реакцію, після охолодження зразка [4]. Натомість, шляхом затверджування в МХ-полі з потужністю 600Вт протягом 1 год. одержано прозорий зразок, подібний за властивостями до зразка, одержаного в термічному режимі 120°C × 24 год. Крім того, застосування мікрохвильового поля при затвердненні епоксидно-ангідридних композицій, дозволяє одержати полімери, які за такими параметрами, як температура склування, мікротвердість та руйнівне навантаження при стисненні, не поступаються термічно

(19) UA (11) 50086 (13) U

затвердненим аналогам, значно скоротивши при цьому тривалість затверджування (таблиця 1.).

На фігурі зображений зовнішній вигляд епоксидноангідридних полімерів, затверднених в мікрохвильовому полі 600Вт × 1год.

Таблиця 1

Фізико-механічні параметри епоксидангідридних композицій з ФА

режим затверджування		температура склування, °С	мікротвердість, кгс/мм <sup>2</sup>	руйнівне навантаження при стисненні, кгс/см <sup>2</sup>
потужність, Вт	час, год			
600	1	86	21	13,9
600	2	92	19	13,5
600	3	106	24	14,1
Термічний: 120°С × 24 год		91	22	14,0

Таким чином, можна відзначити, що епоксидні компаунди успішно затверджуються фталевим ангідридом під дією мікрохвильового випромінювання. Такий метод нагрівання дозволяє значно скоротити тривалість затверджування при збереженні основних властивостей полімеру.

Спосіб конкретного виконання

Епоксидангідридні композиції готувалися шляхом ретельного розмішування при температурі 140°С до повного розчинення ангідриду і одержання прозорого розчину. Оптимальну кількість ангідриду вираховували за формулою [4]:

$$A = \frac{f \cdot LE \cdot M}{n}$$

де А - маса ангідриду, LE - епоксидне число смоли, М - молярна маса ангідриду, n - число ангідридних груп в ангідриді, f - коефіцієнт, який враховує вплив етерифікації в процесі затверджування і дорівнює 0,85 (оскільки приблизно 15% епоксидних груп витрачається на етерифікацію).

Мікрохвильове затверджування всіх епоксиолімерних зразків здійснювали у типовій мікрохвильовій печі з потужністю генератора 600Вт (див. Фіг.) і частотою електромагнітних коливань 2,45ГГц. Досліджувані зразки розміщувались на обертовому столику. Термічне затверджування здійснювалося в повітряному термостаті, регулю-

ваному з точністю 0,5К, при температурі 140°С протягом 6 та 24 годин.

Література

1. Білогубка О.Р., Шийчук О.В. Затверджування епоксидного олігомеру ароматичним діаміном у мікрохвильовому полі // Полімерний журнал. - 2004. - Т. 26, №3. - С. 201-206.

2. Швед Е.Н., Синельникова М.А., Волкова Е.П. Влияние температуры и состава композиции на скорость ангидридного отверждения эпоксидной смолы ЭД-20 // Вопросы химии и хим. технологии. - 2001. - №1. - С. 108-109.

3. Синельникова М.А., Волкова Е.П., Швед Е.Н. Влияние соотношения эпоксидная смола-катализатор на скорость ангидридного отверждения ЭД-20 в присутствии комплекса трифторида бора с бензиламином // Вопросы химии и хим. технологии. - 2002. - №3. - С.115-118.

4. Czub P., Boncza-Tomaszewski Z., Penczek P., Pielichowski J. Chemia i technologia żywic epoksydowych. - Warszawa: Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, 2002. - 531s.

5. Wei-Fang Su, Yin-Chung Lee, Wei-Ping Pan. Thermal properties of phthalic anhydride- and phenolic resin-cured rigid rod epoxy resins // Thermochimica Acta - 2002. - V. 392-393. - P. 395-398.

