



NORGE

(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **311301**

(13) B1

(51) Int Cl⁷ C 08 L 25/04, C 09 C 3/10, C 08 K 9/08

Patentstyret

(21) Søknadsnr	19964892	(86) Int. inng. dag og	
(22) Inng. dag	1996.11.18	søknadsnummer	
(24) Løpedag	1996.11.18	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	1997.06.16	(30) Prioritet	1995.12.14, FR, 9515012
(45) Meddelt dato	2001.11.12		

(71) Patenthaver	Coatex SA, 35, rue Ampère, Z.I. Lyon Nord, F-69730 Genay, FR
(72) Oppfinner	Pierre Blanchard, Reyrieux, FR
	Patrick Trouve, Clamart, FR
(74) Fullmektig	Bryns Zacco AS, 0106 Oslo

(54) **Benevnelse** **Anvendelse av kopolymerer av styren og maleinsyreanhydrid som dispergeringsmidler og/eller som behandlingsmidler for mineralske charger, samt termoplastiske blandinger inneholdende kopolymerene**

(56) **Anførte publikasjoner** EP A 669364, US 3766109, JP A 5156128

(57) **Sammendrag** Anvendelsen av kopolymerer av styren og maleinsyreanhydrid med midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og fortrinnsvis mellom 1500 og 2000 som dispergerings- og/eller behandlingsmidler for pulverformige mineral-charger som er basiske eller har overflater med frie hydroksylgrupper, i termoplastiske harpikser som er homopolymerer uten arylgruppe og med et skjelett kun av karbon eller kopolymerer uten arylgruppe og med skjelett kun av karbon eller oksygen, der mengden oksygenatomer ikke overskrider 22 vekt-%, eller blandinger derav.

De sterkt chargerte, termoplastiske blandinger er stabile, fluide og homogene og finner særlig anvendelse ved fremstilling av plastgjenstander.

Foreliggende oppfinnelse angår anvendelsen av kopolymerer på basis av styren og maleinsyreanhydrid som dispergeringsmidler og/eller behandlingsmidler for pulverformige mineralcharger i homopolymere, termoplastiske harpikser uten arylgruppe og med
5 kun et karbonskjelett eller kopolymerer uten arylgruppe og med et skjelett kun bestående av karbon og oksygen, og der mengden oksygenatomer ikke overskrider 22 vekt-%, eller blandinger derav, med det formål å øke fluiditeten for blandingene inneholdende disse chargefylte polymermatrikser.

10

Oppfinnelsen angår likeledes de oppnådde blandinger.

Det har i lang tid vært kjent å benytte forskjellige midler for å dispergere eller behandle mineralcharger som talkum med
15 henblikk på deres innarbeiding i termoplastiske polymerharpikser. Således beskriver US 4 412 026 og US 5 001 182 anvendelsen av fettsyrer eller deres estere samt organiske forbindelser av silan- eller titanattypen som koblingsmidler med henblikk på å innføre opptil 20 vekt-% talkum i polymer-
20 materialet for å oppnå en god stivhet for gjenstanden.

Likeledes er det velkjent å benytte forbindelser som metallsalter av fettsyrer, for eksempel kalsiumstearat (US 4 255 303) eller også kombinasjoner av oktyl eller nonylfenol
25 som er oksyetylert med polyoksyetylenglykoler (US 4 927 874- US 4 931 493) for å behandle talkumer med henblikk på deres innarbeiding i termoplaster. Slike behandlinger tillater imidlertid ikke å oppnå annet enn chargefylte blandinger med reduserte mekaniske egenskaper.

30

Det er likeledes kjent å benytte dispergeringsmidler eller behandlingsmidler inneholdende minst en umettethet (EP 7190- GB 1 603 300) for å behandle mineralcharger med sur
overflate som visse talkumtyper. Slike midler egner seg
35 imidlertid ikke for alle typer talkum.

Det foreligger videre fremgangsmåter for dispergering av pulverformige mineralcharger under anvendelse av fosfonerte dispergeringsmidler (DE 2 735 160) eller sulfonerte slike (EP 0 017 038), eller også forskjellige metoder (JP 80-142039, JP 78-65346, JP 75-109239) som tillater 5 dispergering av visse typer talkum i harpikser av polypropylentypen. Nok en gang blir imidlertid disse talkumtyper ikke dispergert med den samme effektivitet i polymermaterialet, noe som derfor fører til termoplastiske blandinger med reduserte, fysikalsk-kjemiske egenskaper. 10

Således har fagmannen inntil i dag kun til disposisjon termoplastiske, talkumchargerte blandinger som ikke fullt ut er tilfredsstillende med henblikk på viskositet, noe som gjør 15 manipulering vanskelig under anvendelse ved fabrikasjon av masterblandinger eller gjenstander av plastmateriale.

Det er nu på meget overraskende måte funnet at anvendelsen av kopolymerer på basis av styren og maleinsyre og med en 20 midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og mer spesielt mellom 1500 og 2000, tillater dispersjon i store mengder av basiske, pulverformige mineralcharger eller med overflater som har frie hydroksylgrupper som kalsiumkarbonater, eller talkumtyper eller wollastonitt eller også kaoliner eller 25 pyrogenert silisiumdioksyd eller aluminiumsilikater, mica og andre metallhydroksyder og mer spesielt talkumene, kalsiumkarbonatene, kaolinene, silisiumdioksyd, wollastonitt eller magnesiumhydroksyd, i termoplastiske polymerer, homopolymerer uten arylgruppe og kun med karbonskjelett eller kopolymerer 30 uten aryl med et skjelett kun bestående av karbon og oksygen der oksygenmengden ikke overskrider 22 vekt-%, eller blandinger derav, under oppnåelse av homologene, stabile og meget fluide blandinger, det vil si med en forbedret fluiditetsindeks, MFI, og som lett er redispergerbare under anvendelse 35 ved fabrikasjon av gjenstander av plast.

Et formål ved oppfinnelsen ligger således i anvendelser som dispergeringsmidler eller som behandlingsmidler for pulverformige mineralcharger som er basiske eller har en overflate med frie hydroksylgrupper, der kopolymerene er valgt blant
5 styren-maleinsyreanhydridkopolymerer med en midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og spesielt mellom 1500 og 2000, og som tillater oppnåelse av termoplastiske blandinger, homopolymerer uten arylgruppe og med kun karbonskjelett eller kopolymerer uten arylgruppe og med skjelett bestående kun av
10 karbon og oksygen og der mengden oksygenatomer ikke overskrider 22 vekt-%, eller blandinger derav, som er sterkt chargefylt, stabile, fluide og homogene, noe som gir seg utslag i en øket fluiditetsindeks (MFI) i forhold til termoplastiske blandinger som ikke inneholder styrenmaleinsyreanhydridkopolymeren.
15

I henhold til dette angår foreliggende oppfinnelse anvendelse av kopolymerer av styren og maleinsyreanhydrid med midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og særlig mellom 1500 og 2000
20 som dispergerings- og/eller behandlingsmiddel for pulverformige mineralcharger som er basiske eller som har overflater med frie hydroksylgrupper i termoplastiske harpikser, homopolymerer uten arylgruppe og med skjelett kun av karbon eller kopolymerer uten arylgruppe og med skjelett
25 kun bestående av karbon og oksygen, der mengden oksygenatomer ikke overskrider 22 vekt-%, eller blandinger derav.

Et andre formål ved oppfinnelsen er å tilveiebringe termoplastiske blandinger som er homopolymerer uten arylgruppe og
30 kun med karbonskjelett eller kopolymerer uten arylgruppe og med skjelett kun bestående av karbon og oksygen og der mengden oksygenatomer ikke overskrider 22 vekt-% eller blandinger derav, som er fluide og homogene og som inneholder opptil 80 vekt-%, i forhold til den totale vekt av chargen og
35 harpiksen, av pulverformig mineralcharge som er basisk eller som har en overflate som disponerer frie hydroksylgrupper,

idet blandningene er sterkt chargefylte, homogene, stabile, fluide og med en forbedret fluiditetsindeks MFI.

Selv om den kjente teknikk beskriver tallrike typer dispergeringsmidler for mineralcharge i termoplastiske polymermaterialer tillater disse ikke på enhetlig måte og i høy konsentrasjon å dispergere alle typer pulverformige mineralcharger som er basiske eller som har en overflate som disponerer over frie hydroksylgrupper og oppfinnelsen skiller seg derfor ved anvendelse av kopolymerer på basis kun av styren og maleinsyreanhydrid, noe som derved tillater å dispergere på enhetlig måte høye konsentrasjoner av pulverformige mineralcharger som er basiske eller som har en overflate som disponerer over frie hydroksylgrupper.

Disse kopolymerer som anvendes som dispergeringsmidler og/eller behandlingsmidler for de pulverformige mineralcharger med basiske overflater eller som har frie hydroksylgrupper, har en molekylvekt som kan gå fra 1000 til 3000 og særlig fra 1500 til 2000.

Den pulverformige mineralcharge som er basisk eller har en overflate med frie hydroksylgrupper kan velges blant naturlige eller syntetiske kalsiumkarbonater, silikater som talkumtyper, kaoliner, aluminiumsilikater, mica-typer, kalsiumsilikater som wollastonitt, bentonittene eller også blant pyrogenert silisiumdioksyd eller også blant metalliske hydroksyder som magnesium-, aluminium-, kalsium-, jern- eller andre oksyder eller deres blandinger som mer spesielt blant talkum-typer, naturlige eller syntetiske kalsiumkarbonater, kaoliner, wollastonitt, pyrogenert silisiumdioksyd, magnesiumhydroksyd og aller helst blant talkum-typer.

Denne basiske pulverformige mineralcharge eller som har overflater med frie hydroksylgrupper har fortrinnsvis dimensjoner mellom 0,01 og 100 mikrometer og mengden av pulverformig mineralmateriale som innføres i blandingen er

slik at MFI-verdien for blandingen ikke bare avhenger av mineralmaterialet, men også av dette granulometri.

Den termoplastiske homopolymere harpiks uten arylgruppe og
5 kun med karbonskjelett eller kopolymerharpiks uten arylgruppe
og med skjelett bestående kun av karbon og oksygen der
mengden oksygenatomer ikke overskrider 22 vekt-%, kan for
eksempel velges blant homopolymerer eller kopolymerer av
etylen, propylen, buten, butadien, butylen og isomerer derav,
10 etylen-vinylacetat (EVA) eller andre og velges helst blant
polypropylenene, polyetylenene, etylen-propylenkopolymerene,
butenkopolymerer og aller helst blant polypropylenere.

De eventuelle additiver er av velkjent type og velges for
15 eksempel blant termiske eller fotokjemiske stabiliserings-
midler, antioksydanter, smøremidler, myknere, antistatiske
midler, brannhemmende midler, metalledsaktivatorer, jern-
kuler, mineral- eller organiske fibere, pigmenter og andre.

20 Den termoplastiske blanding ifølge oppfinnelsen karakte-
riseres ved at den omfatter:

- a) en termoplastisk harpiks, homopolymer uten arylgruppe og
skjelett kun av karbon eller kopolymer uten arylgruppe og
25 skjelett kun av karbon og oksygen, der mengden oksygen-
atomer ikke overskrider 22 vekt-%, eller blandinger derav
- b) opptil 80 vekt-% pulverformig, mineralsk fyllstoff som er
basisk eller har overflate med frie hydroksylgrupper,
30 beregnet på den totale vekt av charge og harpiks,
- c) 0,25 til 3,0 vekt-%, beregnet på den totale vekt av
pulverformig mineralcharge, av en kopolymer av styren og
maleinsyreanhydrid med midlere molekylvekt mellom 1000 og
35 3000 og fortrinnsvis mellom 1500 og 2000 og

- d) andre additiver av kjent type som termiske eller foto-kjemiske stabiliseringsmidler, antioksydanter, smøremidler, myknere, antistatika, flammesikringsmidler, metalldesaktivatorer, glasskuler, mineral- og/eller
5 organiske fibere, pigmenter.

Oppfinnelsen karakteriseres nærmere ved at den omfatter:

- a) en termoplastisk harpiks valgt blant polymerer eller
10 kopolymerer av etylen, propylen, buten, butadien, butylen og isomerer derav, etylen-vinylacetat og særlig blant propylen, polyetylen, etylen-propylenkopolymerer og butenkopolymerer,
- b) opptil 80 vekt-%, beregnet på den totale vekt av charge og harpiks, av pulverformig mineralsk fyllstoff som er basisk eller har en overflate som diponerer frie hydroksylgrupper, valgt blant naturlige eller syntetiske kalsiumkarbonater, talkumer, kaoliner, wollastonitt, pyrogenert
20 silisiumdioksyd, magnesiumhydroksyd, aluminiumhydroksyd eller blandinger derav,
- c) 0,5 til 1,0 vekt-%, beregnet på den totale vekt av den pulverformige mineralcharge, av en kopolymer av styren og
25 maleinsyreanhydrid med en midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og fortrinnsvis mellom 1500 og 2000,
- d) andre additiver av kjent type som termiske eller foto-kjemiske stabiliseringsmidler, antioksydanter, smøremidler, myknere, antistatika, flammesikringsmidler, metalldesaktivatorer, glasskuler, mineral- og/eller
30 organiske fibere, pigmenter.

Fluiditeten for den termoplastiske blanding ifølge oppfinnelsen bestemmes ved måling av fluiditetsindeksen MFI, gjennomført ved hjelp av en kommersielt tilgjengelig
35 apparatur av typen 4105 fra firma Zwick.

Indeksen defineres i henhold til normen ASTM 1238, som den
mengde, uttrykt i g pr. 10 minutter, av polymer og/eller
kopolymer som flyter ved en temperatur valgt innen inter-
5 vallet som avgrenses av myknings- og transformerings-
temperaturene under en normalisert gitt belastning (2,16 kg
og 10 kg) gjennom en dyse med bestemt diameter (2,09 til 2,10
mm) i et målt tidsrom.

10 Forbedringen i forhold til de kjente blandinger for de
termoplastiske blandinger ifølge oppfinnelsen gir seg utslag
i en reduksjon av viskositeten og således en økning av
fluiditetsindeksen MFI, idet denne viskositetsreduksjon
tillater en lettere behandlingene ifølge oppfinnelsen under
15 fremstilling av masterblandinger eller gjenstander av
plastmaterialer.

Oppfinnelsen vil forstås bedre ved et studium av ledsagende
illustrerende eksempler.

20

EKSEMPEL 1:

Dette eksempel angår anvendelsen av forskjellige midler med
henblikk på å dispergere talkum i en polypropylenharpiks for
å bedømme deres dispergeringseffektivitet og deres kapasitet
25 for å tilveiebringe en meget fylt polypropylenblanding som er
fluid og homogen, det vil si som oppviser en høy fluiditets-
indeks.

For hver prøve i forbindelse med hvert prøvet middel samt for
30 sammenligningsprøver, innføres det til en Guittard-blander
med Z-arm og med en kapasitet på 1,5 l og som har opp-
varmingsutstyr til 240°C, 300 g pulverformig finsk talkum,
markedsført av firma Finnminerals under betegnelsen Finntalc
M05, og der 97% av partiklene har en midlere diameter som er
35 under 10 mikrometer.

Efter 15 minutters forvarming til 240°C av chargen innføres den samt 2,25 g dispergeringsmiddel som skal utprøves for prøvene i forbindelse med forskjellige midler som skal prøves, og derefter 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, 5 markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og 196,2 g av en homopolymer polypropylenharpiks, markedsført av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1, eller også direkte og samtidig 0,25 g stabiliseringsmiddel som angitt ovenfor og 196,2 g av den ovenfor angitte harpiks 10 for sammenligningsprøver.

Det hele blandes i 15 minutter ved denne temperatur og en hastighet på 42 omdr./min.

15 Etter at blandingen er fremstilt på denne måte, underkaster man en del av denne blanding en kalandrering i form av plater som kuttes opp til små kuber med dimensjoner på 2 til 3 mm kanter og man måler så fluiditetsindeksen MFI ved 230°C under en last på 2,16 kg og 10 kg.

20

De forskjellige midler som prøves er de følgende.

Prøve nr. 1:

Denne prøve er en sammenligningsprøve og det benyttes intet 25 dispergeringsmiddel.

Prøve nr. 2:

Denne prøve anvendes som dispergeringsmiddel, en sulfonert styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt 30 ca. 1500.

Prøve nr. 3:

Denne prøve anvendes som dispergeringsmiddel, en sulfonert styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt 35 ca. 2000.

Prøve nr. 4:

Denne prøve som illustrerer den kjente teknikk, anvender som dispergeringsmiddel et stearylfosfat.

Prøve nr. 5:

- 5 Denne prøve som illustrerer oppfinnelsen anvender, som dispergeringsmiddel, en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med en midlere molekylvekt lik 1600.

Prøve nr. 6:

- 10 Denne prøve som illustrerer oppfinnelsen anvender, som dispergeringsmiddel, en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med en midlere molekylvekt lik 1700.

Prøve nr. 7:

- 15 Denne prøve som illustrerer oppfinnelsen anvender, som dispergeringsmiddel, en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med en midlere molekylvekt lik 1900.

De oppnådde resultater er sammenfattet i tabell 1.

20

- Et studium av tabell 1 tillater å fastslå at anvendelsen ifølge oppfinnelsen av styren-maleinsyreanhydridkopolymerer med midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og mer spesielt mellom 1500 og 2000 fører til sterkt oppfylte termoplastiske blandinger (mer enn 60 vekt-% tørrtalkum beregnet på den totale vekt av talkum og harpiks) med en forbedret fluiditet og homogenitet, noe som i denne formulering gir seg utslag i en fluiditetsindeks MFI på over 90 g/10 min. ved 230°C og 10 kg belastning, mens prøvene 1 til 4 gir blandinger med sterkt redusert MFI-verdier.
- 25
- 30

EKSEMPEL 2:

- Dette eksempel har til formål å illustrere anvendelsesmengdene ifølge oppfinnelsen av midlene med henblikk på å dispergere talkum i en polypropylenharpiks.
- 35

TABELL 1

Sammen- ligning		Kjent teknikk					Oppfinnelsen	
Prøve nr.	1	2	3	4	5	6	7	
Harpiks Type	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	
Charge Type	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks								
	60,45	60,45	60,45	60,45	60,45	60,45	60,45	
Disper-ge-rings-middel Type	Sulfonert styren-maleinsyre-anhydrid MV=ca. 1500	Sulfonert styren-maleinsyre-anhydrid MV=ca. 2000	Stearyl-fosfat	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1600	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1700	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1900		
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks								
	0	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	
MFI 230°C (g/10 min)	0	0	0	0	1,3	2,2	0	
230°C 10 kg	70	54,5	35,5	44,8	124	191	114	
MV lik molekylvekt								

Prøve nr. 8:

Denne prøve er en sammenligningsprøve. Det benyttes intet dispergeringsmiddel.

- 5 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i eksempel 1 blander man således 200 g polypropylen-homopolymer, ervervet fra firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1, 300 g pulverformig talkum av typen Finntalc M05 fra firma Finnminerals, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel av
10 typen Irganox 1010 fra firma Ciba-Geigy.

- MFI-verdien for den således fremstilte blanding blir så målt i henhold til samme arbeidsmåte som i eksempel 1 og de oppnådde resultater er 0,21 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg
15 og 77 g/10 min. ved 230°C og under 10 kg.

Prøve nr. 9:

- Denne prøve illustrerer anvendelsen ifølge oppfinnelsen av 0,25 vekt-%, beregnet på chargen av en styren-maleinsyre-anhydridkopolymer med en midlere molekylvekt lik 1700.
20

- Således blander man med de samme materialer under de samme betingelser som i eksempel 1, 300 g pulverformig talkum av typen Finntalc M05 fra Finnminerals, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel av typen Irganox 1010 fra Ciba-Geigy, 0,75 g
25 styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700 og til slutt 200 g polypropylenharpiks av typen PPH 3120 MN1 fra firma Appryl.

- 30 MFI-verdien for den således fremstilte blanding blir derefter målt på samme måte som i eksempel 1 og de oppnådde resultater er 2,13 g/10 min. ved 230°C og under 2,16 kg, og 123 g/10 min. ved 230°C og under 10 kg.

35 Prøve nr. 10:

Denne prøve illustrerer anvendelsen ifølge oppfinnelsen av

0,50 vekt-%, beregnet på chargen, av den samme kopolymer som benyttet i prøve nr. 9.

5 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i eksempel 1 blandes 1,50 g styren-maleinsyreanhydrid-kopolymer med midlere molekylvekt lik 1700 med de samme mengder talkum, termisk stabiliseringsmiddel og harpiks som i prøve 9.

10 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og man oppnår 3,6 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg og 190 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 11:

15 Denne prøve illustrerer anvendelsen ifølge oppfinnelsen av 0,75 vekt-%, beregnet på chargen, av den samme kopolymer som benyttet i prøve nr. 9.

20 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i eksempel 1 blandes 2,25 g styren-maleinsyreanhydrid-kopolymer med midlere molekylvekt lik 1700 med de samme mengder talkum, termisk stabiliseringsmiddel og harpiks som i prøve 9.

25 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og man oppnår 2,5 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg og 222 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 12:

30 Denne prøve illustrerer anvendelsen ifølge oppfinnelsen av 1,00 vekt-%, beregnet på chargen, av den samme kopolymer som benyttet i prøve nr. 9.

35 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i eksempel 1 blandes 3,00 g styren-maleinsyreanhydrid-kopolymer med midlere molekylvekt lik 1700 med de samme

mengder talkum, termisk stabiliseringsmiddel og harpiks som i prøve 9.

5 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og man oppnår 2,1 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg og 150 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 13:

10 Denne prøve illustrerer anvendelsen ifølge oppfinnelsen av 2,00 vekt-%, beregnet på chargen, av den samme kopolymer som benyttet i prøve nr. 9.

15 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i eksempel 1 blandes 6,00 g styren-maleinsyreanhydrid-kopolymer med midlere molekylvekt lik 1700 med de samme mengder talkum, termisk stabiliseringsmiddel og harpiks som i prøve 9.

20 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og man oppnår 0,8 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg og 92,1 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 14:

25 Denne prøve illustrerer anvendelsen ifølge oppfinnelsen av 3,00 vekt-%, beregnet på chargen, av den samme kopolymer som benyttet i prøve nr. 9.

30 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i eksempel 1 blandes 9,00 g styren-maleinsyreanhydrid-kopolymer med midlere molekylvekt lik 1700 med de samme mengder talkum, termisk stabiliseringsmiddel og harpiks som i prøve 9.

35 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og man oppnår 0,64 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg og 91,1 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Tabell 2 oppsummerer resultatene fra de forskjellige prøver i dette eksempel.

Et studium av tabell 2 tillater å fastslå at anvendelsen ifølge oppfinnelsen av 0,25 til 3 vekt-% og mer spesielt 0,50 til 1 vekt-%, beregnet på chargens totale vekt, av en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og mer spesielt mellom 1500 og 2000, tillater å oppnå termoplastiske blandinger med en høy konsentrasjon av talkum (60 vekt-% talkum, beregnet på den totale vekt av charge og harpiks), med forbedret stabilitet, fluiditet og homogenitet som i denne formulering gir seg utslag i en MFI-verdi som er over 90 g/10 min. ved 230°C under en charge på 10 kg, mens sammenligningsprøven ikke oppviser en verdi høyere enn 77 g/10 min. for en MFI-måling under de samme betingelser, og en økning av MFI-verdien ved 230°C under 2,16 kg som er minst tre ganger større for formuleringene ifølge oppfinnelsen i forhold til sammenligningsprøvene.

EKSEMPEL 3:

Dette eksempelvis har til formål å illustrere konsentrasjoner av talkum som er høyere enn de foregående.

Prøve nr. 15:

Denne prøve er en sammenligningsprøve og tillater å bestemme den dårlige homogenitet og fluiditet som vises ved de lave MFI-verdier som oppnås for en formulering uten dispergeringsmiddel og omfattende en chargemengde ekvivalent 80 vekt-% i forhold til den totale vekt av charge og harpiks.

TABELL 2

Sammen- ligning		Oppfinnelsen						
Prøve nr.	8	9	10	11	12	13	14	
Harpiks Type	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	
Charge Type	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	Finntalc M05	
Menge i vekt-%, beregnet på charge +harpiks								
	60,0	60,0	60,0	60,0	60,0	60,0	60,0	
Disper-ge-rings-middel	Type	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1700	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1700	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1700	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1700	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1700	Styren-maleinsyre-anhydrid MV = 1700	
Menge i vekt-%, beregnet på charge +harpiks								
	0	0,25	0,50	0,75	1,00	2,00	3,00	
MFI 230°C	2,16 kg	0,21	2,13	3,60	2,50	2,10	0,80	
(g/10 min)								
230°C	10 kg	77	123	190	222	150	92,1	
MV lik molekylvekt								
							91,1	

Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i eksempel 1 blander man således 400 g pulverformig talkum, tilgjengelig fra firma Talcs de Luzenac under referansen 1445 og der 50% av partiklene har en midlere diameter under 9,9 mikrometer, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010, 4,5 g av metalledesaktivator av typen 10 ganger oksyetylert nonylfenol samt 1,5 g av en annen metalledesaktivator av typen polyetylenglykol med molekylvekt 300, samt 100 g polypropylenharpiks, markedsført av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1.

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og det oppnådde resultat er 26,5 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg.

Prøve nr. 16:

Denne prøve som illustrerer oppfinnelsen anvender, som dispergeringsmiddel, en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for dispergeringsmidlet som benyttes ved å tillate sammenligning av MFI-verdiene for sammenligningsprøvene og de ifølge oppfinnelsen.

Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 15, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 4,00 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 60 g/10 min. under 2,16 kg.

Anvendelsen ifølge oppfinnelsen tillater således å oppnå en blanding som er sterkt oppfylt (80 vekt-%) med talkum og som er mer stabil, homogen og fluid enn det som ble oppnådd uten

anvendelse av styren-maleinsyreanhydridkopolymer som dispergeringsmiddel, og som også tillater en lettere anvendelse av den termoplastiske blanding under fremstilling av plastgjenstander.

5

EKSEMPEL 4:

Dette eksempel har til formål å illustrere mulighetene for å dispergere forskjellige charger.

10

Prøve nr. 17:

Denne prøve er en sammenligningsprøve for en polypropylen-blanding, chargert ved hjelp av talkum fra Syd-Frankrike. Det benyttes intet dispergeringsmiddel.

15

Med det samme materialet og under de samme betingelser som i eksempel 1 blandes så 300 g pulverformig talkum, markedsført av firma Talcs de Luzenac under referansen 1445, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 200 g polypropylenharpiks, markedsført av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1.

20

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 3,3 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg og 81,9 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

25

Prøve nr. 18:

Denne prøve illustrerer anvendelsen ifølge oppfinnelsen av en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Den tillater likeledes å vise effektiviteten for denne sistnevnte når man foretar en sammenligning av fluiditetsindeksene for blandingen ifølge oppfinnelsen og for sammenligningsblandingen.

35

Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestand-

delers i de samme mengder som i prøve 17, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 1,5 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

5 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 4,4 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg og 110 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

10 Prøve nr. 19:

Denne prøve er en sammenligningsprøve for en polypropylenblanding, chargert ved hjelp av norsk talkum. Det benyttes intet dispergeringsmiddel.

15 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i eksempel 1 blandes således 300 g pulverformig talk, markedsført av firma Norwegian Talc under betegnelsen Microtalc IT EXTRA der 100% av partiklene har en midlere diameter under 20 mikrometer, 0,25 g termisk stabiliserings-
20 middel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 200 g polypropylenharpiks, markedsført av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1.

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på
25 samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 32,7 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 20:

Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som
30 dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen med sammenligningsblandingen fra den foregående prøve.

35 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestand-

deler i de samme mengder som i prøve 19, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 1,5 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

- 5 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 82,9 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 21:

- 10 Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen
15 med sammenligningsblandingen fra den foregående prøve.

- Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 19, idet man imidlertid
20 i tillegg tilsetter 3,00 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

- MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 82,9 g/10 min.
25 ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 22:

- Denne prøve er en sammenligningsprøve på en propylenblanding inneholdende kaolin som mineralcharge. Denne sammenligningsprøve inneholder intet dispergeringsmiddel.
30

- Med det samme materiale og under de samme betingelser som i eksempel 1 blandes 300 g pulverformig kaolin, markedsført av firma Omya S.A. under betegnelsen Omya II der 86% av
35 partiklene har en midlere diameter under 2 mikrometer, 1,25 g termisk stabiliseringsmiddel som markedsføres av Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 samt 200 g av den samme

polypropylenharpiks som markedsføres av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1.

5 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 28,8 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg.

Prøve nr. 23:

10 Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen med sammenligningsblandingene fra den foregående prøve.

15 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 22, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 3,00 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer
20 med midlere molekylvekt lik 1700.

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 130 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg.

25

Prøve nr. 24:

Denne prøve er en sammenligningsprøve for en polypropylenblanding inneholdende wollastonitt som mineralcharge. Denne sammenligningsprøve inneholder intet dispergeringsmiddel.

30

Med det samme materiell og under de samme betingelser som i eksempel 1 blandes 300 g wollastonitt, markedsført av firma Croxton & Garry under betegnelsen Hycon wollastonitt der 99,9% av partiklene er finere enn 45 mikrometer, 0,25 g
35 termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 200 g av den

polypropylenharpiks som markedsføres av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1.

- 5 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 146 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 25:

- 10 Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen
15 med sammenligningsblandingene fra den foregående prøve.

- Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 24, idet man imidlertid
20 i tillegg tilsetter 3,00 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

- MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 194 g/10 min.
25 ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 26:

- Denne prøve er en sammenligningsprøve på en polypropylenblanding som er chargert med naturlig kalsiumkarbonat. Det
30 benyttes intet dispergeringsmiddel.

- Med det samme materiell og under de samme betingelser som i eksempel 1 blandes 350 g pulverformig kalsiumkarbonat, markedsført av firma Omya S.A. under betegnelsen Millicarb
35 der 36% av partiklene har en midlere diameter under 2 mikrometer, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til

slutt 150 g polypropylenharpiks, markedsført av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1.

5 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 3,2 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg og 80 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 27:

10 Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen
15 med sammenligningsblandingen fra den foregående prøve.

Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 26, idet man imidlertid
20 i tillegg tilsetter 3,5 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 7,4 g/10 min.
25 ved 230°C under 2,16 kg og 127 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 28:

Denne prøve er en sammenligningsprøve på en polypropylenblanding som er chargert med silisiumdioksyd. Det benyttes
30 intet dispergeringsmiddel.

Med det samme materiell og under de samme betingelser som i eksempel 1 blandes 60 g pyrogenert silisiumdioksyd, markedsført av firma Wacker under referansen N 20 og med en
35 spesifikk BET-overflate i størrelsesorden $200 \pm 30 \text{ m}^2/\text{g}$, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-

Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 200 g polypropylenharpiks, markedsført av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1.

- 5 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 15,8 g/10 min. ved 230°C under 2,16 kg.

Prøve nr. 29:

- 10 Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen
15 med sammenligningsblandningene fra den foregående prøve.

- Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 28, idet man imidlertid
20 i tillegg tilsetter 0,5 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

- MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 107 g/10 min.
25 ved 230°C under 2,16 kg.

Prøve nr. 30:

- Denne prøve er en sammenligningsprøve på en polypropylenblanding som er chargert med magnesiumhydroksyd. Det benyttes
30 intet dispergeringsmiddel.

- Med det samme materiell og under de samme betingelser som i eksempel 1 blandes 300 g magnesiumhydroksyd, markedsført av firma Martinswerk under betegnelsen Magnifin H5 der det som
35 holdes tilbake ved 45 mikrometer er lik mindre enn 0,1%, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 200 g

polypropylenharpiks, markedsført av firma Appryl under betegnelsen PPH 3120 MN1.

5 MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 63,6 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

Prøve nr. 31:

10 Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen med sammenligningsblandingene fra den foregående prøve.

15 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 30, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 3,00 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer
20 med midlere molekylvekt lik 1700.

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 77,7 g/10 min. ved 230°C under 10 kg.

25 Tabellene 3 og 3b sammenfatter resultatene for de forskjellige prøver i dette eksempel.

30 Et studium av tabellene 3 og 3b tillater å fastslå at det er mulig å oppnå termoplastiske blandinger som er fylt med forskjellige fyllstoffer og som er fluide og homogene, takket være anvendelsen ifølge oppfinnelsen av styren-maleinsyreanhydridkopolymeren med molekylvekt mellom 1000 og 3000 og mer spesielt mellom 1500 og 2000, som dispergeringsmiddel.

TABELL 3

Prøve nr.	17	18	19	20	21	22	23
	Sammen- ligning	Opp- finnelse	Sammen- ligning	Opp- finnelse	Opp- finnelse	Sammen- ligning	Opp- finnelse
Harpiks Type	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1
Charge Type	Talc de Luzenauc 1445	Talc de Luzenauc 1445	Microtalc IT Extra	Microtalc IT Extra	Microtalc IT Extra	Kaolin Omya II	Kaolin Omya II
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks	60,0	60,0	60,0	60,0	60,0	60,0	60,0
Disper- ge- Type	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks	0	0,5	0	0,5	1,0	0	1,0
MFI 230°C (g/ 10 min)	3,3	4,4	-	-	-	28,8	130
230°C 10 kg	81,9	110	32,7	82,9	8,29	-	-

TABELL 3b

Prøve nr.	24	25	26	27	28	29	30	31
	Sammen- ligning	Opp- finnelse	Sammen- ligning	Opp- finnelse	Sammen- ligning	Opp- finnelse	Sammen- ligning	Opp- finnelse
Harpiks Type	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1	Polypropylen PPH 3120 MN1
Charge Type	Wollastonitt Hycon	Wollastonitt Hycon	Millicarb	Millicarb	Silicium- dioksyd N20	Silicium- dioksyd N20	Magnifin H5	Magnifin H5
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks	60,0	60,0	70,0	70,0	23,1	23,1	60,0	60,0
Disper- Type	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks	0	1,0	0	1,0	-	0,83	-	1,0
MFI 230°C (g/ 10 min)	-	-	3,2	7,4	15,8	107	-	-
230°C 10 kg	146	194	80	127	-	-	63,6	77,7
MV lik molekylvekt								

EKSEMPEL 5:

Dette eksempel skal illustrere muligheten for å dispergere fyllstoffer i forskjellige termoplastiske harpikser.

5 **Prøve nr. 32:**

Denne prøve er en sammenligningsprøve for en termoplastisk blanding av typen polyetylen med lav densitet, fylt med pyrogenert silisiumdioksyd. Det er ikke benyttet noe dispergeringsmiddel.

10

Med det samme materiell og under de samme driftsbetingelser som i eksempel 1 bortsett fra at temperaturen i den elektrisk oppvarmede ovn er 190°C, blander man 120 g pulverformig, pyrogenert silisiumdioksyd, markedsført av firma Wacker under referansen N 20, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 15 1010 og til slutt 400 g polyetylenharpiks med lav densitet, markedsført av firma Norsolor under betegnelsen MA 2004, kvalitet 20.

20

MFI-verdien for der således fremstilte blanding måles så ved 190°C på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 0,92 g/10 min. ved 190°C under 2,16 kg.

25 **Prøve nr. 33:**

Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen 30 med sammenligningsblandingene fra den foregående prøve.

35

Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 32, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 1,20 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles så ved 190°C på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 1,86 g/10 min. ved 190°C under 2,16 kg.

5

Prøve nr. 34:

Denne prøve er en sammenligningsprøve for en termoplastisk blanding av typen polyetylen-polypropylenkopolymer chargert med en talkum. Det ble ikke benyttet noe dispergeringsmiddel.

10

I en Guittard-blander med Z-arm og en kapasitet på 1,5 l innføres under langsom omrøring ved 7,5 omdr./min., 300 g talkum fra Syd-Frankrike, markedsført av firma Talcs de Luzenac under betegnelsen 1445.

15

Efter at innføringen av den pulverformige talkum er ferdig, fortsetter man med samme omrøring og i løpet av 45 minutter når talkumet en temperatur på 240°C, derefter tilsettes 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 200 g polyetylen-polypropylenharpiks, markedsført av firma Appryl under betegnelsen PPC 3120 MN4.

20

Det hele blandes i 15 minutter ved denne temperatur og en hastighet på 75 omdr./min.

25

Blandingen åpnes så og alle talkum på veggene blandes inn i blandingen som omrøres i ytterligere 5 minutter.

MFI-verdien for den således oppnådde fremstilling måles på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 20,2 g/10 min. ved 230°C og under en last på 5 kg.

30

Prøve nr. 35:

Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes

35

effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen med sammenligningsblandingene fra den foregående prøve.

- 5 Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 34, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 3 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

10

MFI-verdien for den således oppnådde fremstilling måles på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 48,3 g/10 min. ved 230°C og under en last på 5 kg.

- 15 Prøve nr. 36:

Denne prøve er en sammenligningsprøve for en termoplastisk blanding av typen butenkopolymer, chargert med talkum. Det benyttes intet dispergeringsmiddel.

- 20 I en Guittard-blander med Z-arm og en kapasitet på 1,5 l innføres under langsom omrøring ved 7,5 omdr./min., 375 g talkum fra Syd-Frankrike, markedsført av firma Talcs de Luzenac under betegnelsen 1445.

- 25 Etter ferdig innføring av talkum opprettholdes omrøringen inntil talkumet har nådd en temperatur på 150°C, derefter tilsettes 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 125 g kopolymer, markedsført av firma Hüls under betegnelsen Vestoplast 408.

30

Det hele blandes i 15 minutter ved denne temperatur og en hastighet på 75 omdr./min.

- 35 Blandingens åpnes så og alle talkum på veggene blandes inn i blandingen som omrøres i ytterligere 5 minutter.

MFI-verdien for den således oppnådde fremstilling måles på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 2,98 g/10 min. ved 150°C og under en last på 5 kg.

5 Prøve nr. 37:

Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen med sammenligningsblandingene fra den foregående prøve.

Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 36, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 3,75 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

MFI-verdien for den således oppnådde fremstilling måles på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 8,77 g/10 min. ved 150°C og under en last på 5 kg.

Prøve nr. 38:

Denne prøve er en sammenligningsprøve med en termoplastisk blanding av typen polyetylen chargert med aluminiumhydrat. Det benyttes intet dispergeringsmiddel.

Med det samme materiell og under de samme betingelser som under prøve 32 blandes 350 g aluminiumoksydhydrat, markedsført av firma Martinswerk under betegnelsen Martinal OL 104, og hvis midlere diameter går fra 1,3 til 2,6 mikrometer, 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 150 g polyetylen fra Norsolor under betegnelsen MA 2004, kvalitet 20.

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles på samme måte som i eksempel 1 og resultatet er 0,0 g/10 min. ved 190°C under 10 kg.

5 Prøve nr. 39:

Denne prøve som illustrerer oppfinnelsen, benytter en charge av typen aluminiumoksydhydrat som på forhånd er behandlet med 1 vekt-%, beregnet på chargen, av en styren-maleinsyre-anhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

10

Denne prøve viser likeledes effektiviteten til det benyttede behandlingsmiddel ved en sammenligning mellom MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen og de ifølge sammenligningsprøven.

15

I en hurtigblander av typen Guedu med en kapasitet på 5 l innføres 600 g aluminumoksydhydrat, markedsført av firma Martinswerk under betegnelsen Martinal OL 104 og som man elektrisk forvarmer til 130 til 140°C. Derefter innføres 6 g
20 styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700 før blandingen energisk omrøres ved en hastighet på ca. 1500 omdr./min. i 30 minutter.

Efter disse 30 minutter avkjøles blandingen til omgivelses-
25 temperatur.

350 g av den således behandlede charge blandes med de samme mengder og type av harpiks og termisk stabiliseringsmiddel som i prøve 38 og under de samme arbeidsbetingelser.

30

MFI-verdien for den således fremstilte blanding måles så ved 190°C på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 9,6 g/10 min. ved 190°C under 10 kg.

35 Prøve nr. 40:

Denne prøve er en sammenligningsprøve for en termoplastisk blanding av typen etylen-vinylacetatpolymer (EVA) med 19%

vinylacetat, chargert med kritt. Det benyttes intet dispergeringsmiddel.

5 I en Guittard-blander med Z-arm og en kapasitet på 1,5 l innføres, under langsom omrøring ved 7,5 omdr./min., 300 g av en kritt fra Champagne, markedsført av firma Omya S.A., under betegnelsen Etiquette Violette, der 36% av partiklene har en midlere diameter under 2 mikrometer.

10 Etter ferdig innføring av pulverformig kritt opprettholdes omrøringen inntil krittet har nådd en temperatur på 190°C og derefter tilsettes 0,25 g termisk stabiliseringsmiddel, markedsført av firma Ciba-Geigy under betegnelsen Irganox 1010 og til slutt 200 g EVA-kopolymer, markedsført av firma
15 Enimont under betegnelsen Riblene FV 2040.

Det hele blandes i 15 minutter ved denne temperatur og en hastighet på 75 omdr./min.

20 Blandingen åpnes og alt kritt på veggene iblandes i blandingen igjen som omrøres ytterligere 5 minutter.

MFI-verdien for den således oppnådde fremstilling måles på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 14,4
25 g/10 min. ved 190°C og under en last på 21,6 kg.

Prøve nr. 41:

Denne prøve illustrerer oppfinnelsen og anvender som dispergeringsmiddel en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med
30 midlere molekylvekt lik 1700. Denne prøve viser likeledes effektiviteten for det benyttede dispergeringsmiddel når man sammenligner MFI-verdiene for blandingen ifølge oppfinnelsen med sammenligningsblandingerne fra den foregående prøve.

TABELL 4

Prøve nr.	Sammen- ligning	Opp- finnelsen	Sammen- ligning	Opp- finnelsen	Sammen- ligning	Opp- finnelsen
	32	33	34	35	36	37
Harpiks Type	Polyetylen MA 2004, kvalitet 20	Polyetylen MA 2004, kvalitet 20	Kopolymer PPC 3120 MN4	Kopolymer PPC 3120 MN4	Kopolymer Vestoplast 408	Kopolymer Vestoplast 408
Charge Type	Silisium- dioksyd N20	Silisium- dioksyd N20	Talc de Luzenac 1445	Talc de Luzenac 1445	Talc de Luzenac 1445	Talc de Luzenac 1445
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks	23,1	23,1	60,0	60,0	75,0	75,0
Disper- ge- Type	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks	0	1,0	0	1,0	0	1,0
MFI (g/10 min)	0,92 ved 190°C og 2,16 kg	1,86 ved 190°C og 2,16 kg	20,2 ved 230°C og 5 kg	48,3 ved 230°C og 5 kg	2,98 ved 150°C og 5 kg	8,77 ved 150°C og 5 kg
MV lik molekylvekt						

TABELL 4b

Prøve nr.	38	39	40	41
Sammen- ligning	Sammen- ligning	Opp- finnelse	Sammen- ligning	Opp- finnelse
Harpiks Type	Polyetylen MA 2004, kvalitet 20	Polyetylen MA 2004, kvalitet 20	Kopolymer EVA Riblene FV 2040	Kopolymer EVA Riblene FV 2040
Charge Type	Aluminium- oksydhydrat Martinal OL 104	Aluminium- oksydhydrat Martinal OL 104 traité 1% SAM MV = 1700	Etiquette Violette	Etiquette Violette
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks	70,0	70,0	60,0	60,0
Disper- ge- Type	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700	-	Styren- maleinsyre- anhydrid MV = 1700
Mengde i vekt-%, beregnet på charge +harpiks	0	-	0	1,0
MFI (g/10 min)	0 ved 190°C og 10 kg	9,6 ved 190°C og 10 kg	14,4 ved 190°C og 21,6 kg	20,7 ved 190°C og 21,6 kg
MV lik molekylvekt	SAM lik styren-maleinsyreanhydridkopolymer			

Med det samme materialet og under de samme arbeidsbetingelser som i den foregående prøve blandes således de samme bestanddeler i de samme mengder som i prøve 40, idet man imidlertid i tillegg tilsetter 3,00 g styren-maleinsyreanhydridkopolymer med midlere molekylvekt lik 1700.

MFI-verdien for den således oppnådde fremstilling måles på samme måte som i eksempel 1 og den oppnådde verdi er 20,7 g/10 min. ved 190°C og under en last på 21,6 kg.

Tabellene 4 og 4b oppsummerer resultatene fra prøvene i dette eksempel.

Et studium av tabellene 4 og 4b tillater å fastslå at anvendelsen ifølge oppfinnelsen av en styren-maleinsyreanhydridkopolymer med molekylvekt mellom 1000 og 3000 og mer spesielt mellom 1500 og 2000, tillater å oppnå termoplastiske blandinger ifølge oppfinnelsen med forbedret stabilitet, fluiditet og homogenitet, uttrykt ved en MFI-verdi som ligger vel over verdiene som oppnås med sammenligningsblandinger.

EKSEMPEL 6:

Formålet med dette eksempel er å illustrere at de mekaniske egenskaper for de termoplastiske blandinger ifølge oppfinnelsen, ikke forringes.

For å gjennomføre dette innfører man i en laboratorieblender av typen BUSS MDK/E46 og med en elektrisk oppvarmet eltesone, for sammenligningsprøvene 42 og 44, en blanding med følgende sammensetning, uttrykt i vekt-%:

	Microtalc IT EXTRA	60
	fra firma Norwegian Talc	
35	Polypropylen	40
	Propathene Gym 45 (ICI)	
	fluiditetsindeks 15 (230°C - 2kg)	

og for prøvene ifølge oppfinnelsen, nr. 43 og 45, en blanding med følgende sammensetning, uttrykt i vekt-%:

5	Microtalc IT EXTRA	60
	fra firma Norwegian Talc	
	Polypropylen	39,52
	Propathene Gym 45 (ICI)	
10	fluiditetsindeks 15 (230°C - 2kg)	
	Dispergeringsmiddel	0,48
	Styren-maleinsyreanhydridkopolymer	
	med midlere molekylvekt lik 1700	

15

Disse blandinger er blandet på forhånd ved omgivelsestemperatur og derefter overført til innløpet til den BUSS-blander der temperaturen i eltesonen er i størrelsesorden 195°C og utløpet ligger ved 15 kg/time.

20

MFI-verdiene for de således fremstilte blandinger på måles på samme måte som i eksempel 1 og følgende resultater oppnås:

25

For sammenligningsprøve nr. 42 og 44:
7,5 g/10 min. ved 230°C under 5 kg

For prøvene ifølge oppfinnelsen, nr. 43 og 45:
19,5 g/10 min. ved 230°C under 5 kg

30

Efter måling av MFI-verdiene gjennomføres en redispergering i polypropylen, kommersielt tilgjengelig fra ICI under betegnelsen Propathene Gym 45, av de ovenfor oppnådde, termoplastiske blandinger.

35

For å gjennomføre dette tildanner man ved injeksjon normaliserte prøvestykker (type ISO) ved hjelp av en Netstal Sycap 170/90 MP-presse der hovedparametrene for reguleringen er:

Skruediameter 32 mm

Materialtemperaturen i cylinderen = 230°C

Formtemperatur = 40°C

5 Injeksjonstrykk = 550 bar

De termoplastiske blandinger er, på vektbasis:

Sammenligningsprøve nr. 42:

10	Microtalc IT EXTRA	20
	fra firma Norwegian Talc	
	Polypropylen	80
	Propathene Gym 45 (ICI)	

15

Prøve nr. 43 ifølge oppfinnelsen:

	Microtalc IT EXTRA	20
	fra firma Norwegian Talc	
20	Polypropylen	79,84
	Propathene Gym 45 (ICI)	
	Dispergeringsmiddel	0,16
	Styren-maleinsyreanhydridkopolymer	
25	med midlere molekylvekt lik 1700	

Sammenligningsprøve nr. 44:

	Microtalc IT EXTRA	40
	fra firma Norwegian Talc	
30	Polypropylen	60
	Propathene Gym 45 (ICI)	

35

Prøve nr. 45 ifølge oppfinnelsen:

	Microtalc IT EXTRA	40
	fra firma Norwegian Talc	
5	Polypropylen	79,68
	Propathene Gym 45 (ICI)	
	Dispergeringsmiddel	0,32
	Styren-maleinsyreanhydridkopolymer	
10	med midlere molekylvekt lik 1700	

Disse forskjellige termoplastiske blandinger oppviser de mekaniske egenskaper som er oppført i tabell 5 og er bestemt i henhold til normene NF T 51-034 eller ISO R527 for karakterisering av strekk (motstandsevne og forlengelse under flyt og til brudd), i henhold til normene NF T 51-035 eller ISO 179 for støtmotstandevne i henhold til Charpy og i henhold til normene NF T 51-001 eller ISO 178 når det gjelder bøyemodulen.

Et studium av tabell 5 tillater å fastslå at blandingen ifølge oppfinnelsen er meget homogene og mer stabile enn sammenligningsblandingen (høyere MFI) under opprettholdelse av mekaniske egenskaper i samme størrelsesorden.

TABELL 5

		Sammen- ligning	Opp- finnelsen	Sammen- ligning	Opp- finnelsen	
5	Prøve nr.	42	43	44	45	
	Sammensetning i deler før elting	Polypropylen Propathene Gym 45	40	39,52	40	39,52
10		Talkum Microtalc IT	60	60	60	60
		Styren-malein- syreanhydrid- kopolymer	0	0,48	0	0,48
	MFI (g/10 min) ved 230°C - 5 kg		7,5	19,5	7,5	19,5
15	Sammensetning i deler etter sprøytepressen	Talkum	20	20	40	40
	Mekaniske egenskaper	Motstandsevne ved flytgrensen (MPa)	36,4	37	35,6	37,6
20		Forlengelse ved flytgrensen (%)	5,8	5,8	3,9	3,9
		Motstandsevne mot brudd (MPa)	28,7	28,2	34,4	30
25		Forlengelse ved brudd (%)	27,1	20,9	4,7	4,2
		Bøyemodul etter 150% deformasjon	2,2	2,3	2,4	2,4
30		Støtmotstands- evne i henhold til Charpy ved 0°C (mJ/mm²)	35	36	31	28
		ved -23°C (mJ/mm²)	25	28	24	24

P a t e n t k r a v

1.

Anvendelse av kopolymerer av styren og maleinsyreanhydrid med
5 midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og særlig mellom 1500
og 2000 som dispergerings- og/eller behandlingsmiddel for
pulverformige mineralcharger som er basiske eller som har
overflater med frie hydroksylgrupper i termoplastiske
harpikser, homopolymerer uten arylgruppe og med skjelett kun
10 av karbon eller kopolymerer uten arylgruppe og med skjelett
kun bestående av karbon og oksygen, der mengden oksygenatomer
ikke overskrider 22 vekt-%, eller blandinger derav.

2.

15 Anvendelse ifølge krav 1 for pulverformige mineralcharger som
er basiske eller har overflater med frie hydroksylgrupper,
valgt blant naturlige eller syntetiske kalsiumkarbonater,
talkum, kaoliner, aluminiumsilikater, mica, wollastonitt,
bentonitt, pyrogenert silisiumdioksyd, hydroksydet av
20 magnesium, aluminium, kalsium, jern eller blandinger derav.

3.

Anvendelse ifølge krav 2 for pulverformige mineralcharger som
er basiske eller som har overflater med frie hydroksyl-
25 grupper, valgt blant talkumer, naturlige eller syntetiske
kalsiumkarbonater, kaoliner, wollastonitt, pyrogenert
silisiumdioksyd, magnesiumhydroksyd, aluminiumhydroksyd og
særlig blant talkumer.

30 4.

Anvendelse ifølge krav 1 i termoplastiske harpikser, homo-
polymerer uten arylgruppe og med skjelett kun av karbon eller
kopolymerer uten arylgruppe og med skjelett kun av karbon og
oksygen, der mengden oksygenatomer ikke overskrider 22 vekt-
35 %, valgt blant homopolymerer eller kopolymerer av etylen,
propylen, buten, butadien, butylen og isomerer derav, etylen-
vinylacetat eller blandinger derav.

5.

Anvendelse ifølge krav 4 i termoplastiske harpikser, homopolymerer uten arylgruppe og med skjelett kun av karbon eller
5 kopolymerer uten arylgruppe og med skjelett kun av karbon og
oksygen, der mengden oksygenatomer ikke overskrider 22 vekt-
%, og valgt blant polypropylen, polyetylen, etylen-propylenkopolymerer, butenkopolymerer og
særlig blant polypropylen.

10

6.

Anvendelse ifølge krav 1 av 0,25 til 3 vekt-%, beregnet på
den totale, pulverformige mineralcharge, av kopolymerer av
styren og maleinsyreanhydrid med midlere molekylvekt mellom
15 1000 og 300 og særlig mellom 1500 og 2000.

7.

Anvendelse ifølge krav 6 av kopolymerer av styren og av 0,5
til 1 vekt-%, beregnet på den totale, pulverformige mineral-
20 charge, av kopolymerer av styren og maleinsyreanhydrid med
midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og særlig mellom 1500
og 2000.

8.

25 Termoplastisk, fylt, homogen og fluid blanding, k a r a k-
t e r i s e r t v e d at den omfatter:

a) en termoplastisk harpiks, homopolymer uten arylgruppe og
skjelett kun av karbon eller kopolymer uten arylgruppe og
skjelett kun av karbon og oksygen, der mengden oksygen-
30 atomer ikke overskrider 22 vekt-%, eller blandinger derav

b) opptil 80 vekt-% pulverformig, mineralsk fyllstoff som er
basisk eller har overflate med frie hydroksylgrupper,
beregnet på den totale vekt av charge og harpiks,

35

c) 0,25 til 3,0 vekt-%, beregnet på den totale vekt av
pulverformig mineralcharge, av en kopolymer av styren og

maleinsyreanhydrid med midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og fortrinnsvis mellom 1500 og 2000 og

- 5 d) eventuelt andre additiver av kjent type som termiske eller fotokjemiske stabiliseringsmidler, antioksydanter, smøremidler, myknere, antistatika, flammesikringsmidler, metalldesaktivatorer, glasskuler, mineral- og/eller organiske fibere, pigmenter.

10 9.

Termoplastisk blanding ifølge krav 8, k a r a k t e r i s e r t v e d at den omfatter:

- 15 a) en termoplastisk harpiks valgt blant polymerer eller kopolymerer av etylen, propylen, buten, butadien, butylen og isomerer derav, etylen-vinylacetat og særlig blant propylen, polyetylen, etylen-propylenkopolymerer og butenkopolymerer,
- 20 b) opptil 80 vekt-%, beregnet på den totale vekt av charge og harpiks, av pulverformig mineralsk fyllstoff som er basisk eller har en overflate som disponerer frie hydroksylgrupper, valgt blant naturlige eller syntetiske kalsiumkarbonater, talkumer, kaoliner, wollastonitt, pyrogenert silisiumdioksyd, magnesiumhydroksyd, aluminiumhydroksyd eller blandinger derav,
- 25 c) 0,5 til 1,0 vekt-%, beregnet på den totale vekt av den pulverformige mineralcharge, av en kopolymer av styren og maleinsyreanhydrid med en midlere molekylvekt mellom 1000 og 3000 og fortrinnsvis mellom 1500 og 2000,
- 30 d) eventuelt andre additiver av kjent type som termiske eller fotokjemiske stabiliseringsmidler, antioksydanter, smøremidler, myknere, antistatika, flammesikringsmidler, metalldesaktivatorer, glasskuler, mineral- og/eller organiske fibere, pigmenter.
- 35

10.

Termoplastisk blanding ifølge krav 9, k a r a k t e r i -
s e r t v e d at den omfatter:

a) en termoplastisk harpiks valgt blant propylener,

5

b) opptil 80 vekt-%, beregnet på den totale vekt av charge og
harpiks, av en pulverformig mineralcharge som er basisk
eller disponerer over frie hydroksylgrupper, valgt blant
talkumer,

10

c) 0,5 til 1 vekt-%, beregnet på den totale vekt av den
pulverformige mineralcharge, av en kopolymer av styren og
maleinsyreanhydrid med en midlere molekylvekt mellom 1000
og 3000 og fortrinnsvis mellom 1500 og 2000,

15

d) eventuelt andre additiver av kjent type som termiske eller
fotokjemiske stabiliseringsmidler, antioksydanter, smøre-
midler, myknere, antistatika, flammesikringsmidler,
metalldesaktivatorer, glasskuler, mineral- og/eller
organiske fibere, pigmenter.

20

25

30

35