

Módosított szervetlen részecskék

Kivonat

A találmány tárgya réteges szerkezetű, módosított, szervetlen részecske, amelynek az átlagos részecskeátmérője 5 nm és 20 000 nm között van, a vízmentes szervetlen részecskékre számítva 0,1-20 tömeg%-ot kitevő aminoplaszt külső bevonattal van ellátva és a rétegek között a vízmentes szervetlen részecskékre számítva 20-5000 tömeg% mennyiségű, 50-98 tömeg%, lényegében polifunkcionális, melamin, melamin-származék, karbamid, karbamid-származék, guanidinból, guanidin-származék, ciánamid, diciánamid, szulfonamid és/vagy anilin típusú, C₁-C₃₀ amino-vegyületből és ezek sóiból és 2-50 tömeg% vízből álló keveréket tartalmaz.

A találmány tárgyát képezi ezek előállítási eljárása és az ezeket tartalmazó poliolefinek és hőre keményedő műanyagok is.

A JELLEMZŐ ABRA SZÁMA: 

2003 JÚL. 29

POJORNÝ

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

100 150 200 250 300 350 400 450 500 550 600 650 700 750 800 850 900 950 1000

4559D

Módosított szervesetlen részecskék

A találmány réteges szerkezetű szervesetlen részecskékre, azok előállítási eljárására és felhasználására vonatkozik.

A réteges szerkezetű szervesetlen részecskék, így az agyagásványok és azok színezékekkel, többértékű alkoholokkal és alkil-ammónium ionokkal történő módosítása ismert [Lagaly, G., Clay minerals (1981) 16, p. 1-21.]. Ezenkívül ismert, hogy a réteges szerkezetű szerves részecskék műanyag adalékként felhasználhatók elasztomerekben (EP 0 484 245 számú szabadalmi leírás) és hőre lágyuló polimerekben [Mülhaupt, R., Kunststoffe, 87 (1997) 4, p. 482-486.]. Az agyaghoz hasonló ásványok nagyfokú agglomerációja hátrányt jelent, minthogy nem lehet réteges szerkezetű agyagásványokat finoman elosztatott formában hőre lágyuló műanyag olvadékokba bevinni.

Az 1-500 nm részecskeméretű agyagásványok műanyag olvadékokban történő diszpergálásának ismert megoldása az amincsoporttal szubsztituált ónium-komplexek hozzáadása (WO 93/04117 számon nyilvánosságra hozott nemzetközi bejelentés) vagy filoszilikátok diszpergálása víztelenítéssel és vízben oldhatatlan polimerek oldatával való komplexképzéssel (EP 0 822 163 számú szabadalmi leírás). Azonban ezek az eljárások igen bonyolultak és a keverékekben levő kis

2003. JÚL. 29.

1057

molekulatömegű komponensek a keverék szilárdságának csökkenéséhez vezetnek.

A jelen találmány egyik célkitűzése olyan réteges szerkezetű szervesetlen részecskék biztosítása, amelyek műanyagokban jól diszpergálhatók és a hőre lágyuló és hőre keményedő műanyagok, különösen a poliolefinok tulajdonságainak spektrumában javulást eredményeznek.

A találmány szerinti célkitűzést réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskékkel értük el, ahol a módosított szerkezetű, szervesetlen részecskék átlagos részecskeátmérője 5 nm és 20 000 nm között van, a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva 0,1-20 tömeg%-ot kitevő aminoplaszt külső bevonattal vannak ellátva és a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva interlamellárisan 20-5000 tömeg% mennyiségű, 50-98 tömeg% mennyiségű, lényegében a melamin, melamin-származék, karbamid, karbamid-származék, guanidin, guanidin-származékok, ciánamid, diciánamid, szulfonamid és/vagy anilin típusú polifunkciós $C_1 - C_{80}$ amino vegyületből, valamint ezek sóiból és 2-50 tömeg% vízből álló keveréket tartalmaznak.

Réteges szerkezetű, szervesetlen részecskék például a szilikátok, foszfátok, arzenátok, titanátok, vanadátok, niobátok, molibdátok és/vagy manganátok, különösen a montmorillonit, bentonit, kaolinit, muszkovit, hektorit, fluorhektorit, kanemit, revdit, grumantit, ilerit, szaponit, beidelit, nontronit, sztevenzit, laponit, taneolit, vermikulit, halloyzit, volkonszkoit, magadit, rektorit, kenyait, saukonit, bórfluorlogopit típusú lemezes szilikátok és/vagy a szintetikus lemezes szilikátok lehetnek; a lemezes szilikátok különösen előnyösen olyan lemezes szilikátok, amelyek alkálifém, alkáliföldfém, alumínium, vas és/vagy mangán típusú kationokat tartalmaznak kicserélhető kationként.

Az alkalmas, lemezes szerkezetű foszfátok példái a $H_2[M^{IV}(PO_4)_2] \cdot xH_2O$ [$M^{IV} = Zr, Ti, Ge, Sn, Pb$] és a $CaPO_4R \cdot H_2O$ ($R = CH_3, C_2H_5$) képletű vegyületek.

Az alkalmas, lemezes szerkezetű arzenátok példái a $H_2[M^{IV}(AsO_4)_2] \cdot xH_2O$ és a $H[Mn(AsO_4)_2] \cdot xH_2O$ képletű vegyületek. Alkalmas lemezes szerkezetű titanátok példái az $Na_2Ti_8O_{20} \cdot xH_2O$ és a $K_2Ln_2Ti_3O_{10} \cdot xH_2O$ képletű vegyületek.

Szintetikus szilikátok állíthatók elő például a természetes lemezes szilikátok nátrium-hexafluoro-szilikáttal történő reagáltatással.

Különösen előnyös lemezes szilikátok azok, amelyeknek a rétegei 0,4 nm-1,5 nm távolságra vannak egymástól.

A találmány szerinti réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék külső bevonatának aminoplasztjai előnyösen melamingyanták, karbamidgyanták, ciánamidgyanták, diciándiamidgyanták, szulfonamidgyanták, guanamingyanták és/vagy anilingyanták.

Előnyös melamingyanták a melamin vagy melamin-származékok és a C_1 – C_{10} aldehidek polikondenzátumai, ahol a melamin vagy melamin-származék és a C_1 – C_{10} aldehid molaránya 1:1 és 1:6 között van és azok C_1 – C_{10} alkoholokkal részlegesen éterezett termékei, ahol előnyös melamin-származékok a hidroxil- C_1 – C_{10} alkil-csoportokkal, hidroxil- C_1 – C_4 -alkil(oxa- C_2 – C_4 -alkil) $_{1-5}$ -csoportokkal és/vagy amino- C_1 – C_{12} alkil-csoportokkal helyettesített melaminok, diamino-metil-triazinok és/vagy diamino-fenil-triazinok, különösen a 2-(2-hidroxil-etil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazin, 2-(5-hidroxil-3-oxapentil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazin és/vagy 2,4,6-tris(6-amino-hexil-amino)-1,3,5-triazin, ammelin, ammelid, melem, melon, melam, benzoguanamin, acetoguanamin, tetrametoxi-metil-benzoguanamin, kaprinoguanamin és/vagy butiroguanamin, és előnyös C_1 – C_{10} aldehidek a formaldehid, acetaldehid, trimetilol-acetaldehid, akrolein, furfurool, glioxál és/vagy glutáraldehid, különösen előnyös a formaldehid.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék külső bevonatában a melamingyanták a melamin és melamin-származékok összmenyiségére számítva 0,1-10 tömeg% mennyiségű beépített fenolt és/vagy karbamidot is tartalmazhatnak. Előnyös fenol komponens a fenol, a C_1 – C_9 alkil-fenol, a hidroxil-fenolok és/vagy a biszfenolok.

A melamingyanták C_1 – C_{10} alkoholokkal részlegesen éterezett termékeinek példái a metilezett vagy butilezett melamingyanták.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék külső bevonatában adott esetben aminoplasztként jelenlévő karbamidgyanták

példái a karbamid-formaldehidgyantákon kívül a fenolokkal, savamidokkal vagy szulfonamidokkal alkotott segédkondenzátumok.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék külső bevonatában adott esetben aminoplasztként előforduló szulfonamidgyanták példái a p-toluol-szulfonamidból és formaldehidből előállított szulfonamid gyanták.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék külső bevonatában adott esetben aminoplasztként előforduló guanamingyanták példái azok a gyanták, amelyek guanamin komponensként benzoguanamint, acetoguanamint, tetrametil-oxi-metil-benzoguanamint, kaprinoguanamint és/vagy butiroguanamint tartalmaznak.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék külső bevonatában adott esetben aminoplasztként előforduló anilingyanták közé tartoznak azok az anilingyanták, amelyek az anilin mellett toluidint és/vagy xilidineket is tartalmazhatnak aromás diaminokként.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskékben adott esetben a rétegek között elhelyezkedő melamin-származékok előnyösen hidrox-C₁-C₁₀ alkil-csoportokkal, hidrox-C₁-C₄-alkil-(oxa-C₂-C₄ alkil)₁₋₅-csoportokkal és/vagy amino-C₁-C₁₂ alkil-csoportokkal helyettesített melaminok, diamino-metil-triazinok és/vagy diamino-fenil-triazinok, különösen előnyösen a 2-(2-hidroxi-etil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazin, 2-(5-hidroxi-3-oxapentil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazin, 2,4,6-trisz(6-amino-hexil-amino)-1,3,5-triazin és/vagy 2,4-(di-5-hidroxi-3-oxapentil-amino)-6-metil-1,3,5-triazin, ammelin, ammelid, melem, melon és/vagy melam.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskékben adott esetben a rétegek között elhelyezkedő karbamid-származékok a tiokarbamid és a C₁-C₁₀ alkilcsoportokkal, C₆-C₁₄ arilcsoportokkal, hidrox-C₁-C₁₀ alkil-csoportokkal, hidrox-C₁-C₄ alkil-(oxa-C₂-C₄ alkil)₁₋₅-csoportokkal és/vagy amino-C₁-C₁₂ alkil-csoportokkal helyettesített karbamid és tiokarbamid.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskékben az adott esetben a rétegek között elhelyezkedő melamin, melamin-

származékok, karbamid, karbamid-származékok, guanidin, guanidin-származékok, ciánamid, diciánamid, szulfonamidok és/vagy anilin sói előnyösen szerves és/vagy szervetlen anionokkal rendelkező sók, különösen fluoridok, kloridok, bromidok, jodidok, szulfátok, foszfátok, borátok, szilikátok, cianurátok, tozilátok, formiátok, acetátok, propionátok, butirátok és/vagy maleátok.

A réteges szerkezetű, módosított, szervetlen részecskéket a találmány szerint olyan eljárással állítjuk elő, ahol a réteges szerkezetű, szervetlen részecskék vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% mennyiségű C_1-C_8 alkoholok keverékével készített, 2-35 tömeg% szilárd anyag tartalmú szuszpenzióját keverővel ellátott reaktorban keverés közben, 20-100 °C hőmérsékleten, 10-180 perc tartózkodási ideig melamin, melamin-származék, karbamid, karbamid-származék, guanidin, guanidin-származék, ciánamid, diciándiamid, szulfonamid és/vagy anilin típusú, polifunkciós C_1-C_{30} aminovegyületekkel, valamint azok sóinak vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% C_1-C_8 alkoholok keverékével készített, 5-90 tömeg% szilárd anyag tartalmú oldatával vagy szuszpenziójával homogenizáljuk, ahol a polifunkciós C_1-C_{30} aminovegyületek mennyisége a vízmentes szervetlen részecskékre számítva 20-5000 tömeg%, majd a töltött szervetlen részecskék diszpergálása után, adott esetben a folyadék fázis részleges eltávolítása után, 20-90 °C hőmérsékleten melamingyanta, karbamidgyanta, ciánamidgyanta, diciánamid-gyanta, szulfonamidgyanta, guanamingyanta és/vagy anilingyanta típusú aminoplaszt előpolimert adagolunk, amelynek átlagos molekulatömege 150 és 1000 között van, vízzel és/vagy szerves oldószerekkel és/vagy oldószer keverékekkel készített oldat formájában, amelynek gyantatartalma 30-98 tömeg% és adott esetben az aminoplaszt előpolimerre számítva 0,1-2,0 tömeg% mennyiségben savas katalizátorokat tartalmaz és a komponenseket reagáltatjuk, a diszperzió aminoplaszt tartalma a vízmentes, szervetlen részecskékre számítva 0,1-20 tömeg%, a szervetlen részecskékből álló szilárd anyag tartalom a diszperzióban 0,5-35 tömeg% és a tartózkodási idő 10-45 perc, ezután a módosított szervetlen részecskéket 20-180 °C-on és 0,1-8 óra tartózkodási idő alatt a folyadék fázis eltávolításával megszáritjuk.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék további előállításának eljárása a találmány szerint abból áll, hogy réteges szerkezetű, szervesetlen részecskék vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% mennyiségű C_1-C_8 alkoholok keverékével készített, 2-35 tömeg% szilárd anyag tartalmú szuszpenzióját keverővel ellátott reaktorban keverés közben, 20-100 °C-on és 10-180 perc tartózkodási idő alatt melamin, melamin-származék, karbamid, karbamid-származék, guanidin, guanidin-származék, ciánamid, dicián-diamid, szulfonamid és/vagy anilin típusú, polifunkciós C_1-C_{30} amino-vegyületek, valamint azok sóinak vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% C_1-C_8 alkohol keverékével készített, 5-90 tömeg% szilárd anyag tartalmú oldatával vagy szuszpenziójával reagáltatjuk, ahol a polifunkciós C_1-C_{30} amino-vegyületek mennyisége a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva 20-5000 tömeg%, majd a töltött szervesetlen részecskék diszpergálása után, adott esetben a folyadék fázis részleges eltávolítását követően, 50-90 °C-on, 10-90 perc alatt a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva 0,1-10 tömeg% C_1-C_{10} aldehidet adunk 5-50 %-os vizes oldat vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% mennyiségű C_1-C_8 alkohol keverékével készített oldat formájában, amely a C_1-C_{10} aldehidre számítva 0,05-1,0 tömeg% savas katalizátort tartalmaz, majd a módosított szervesetlen részecskéket 20-180 °C-on és 0,1-8 óra tartózkodási idő alatt a folyadék fázis eltávolításával megszáritjuk.

A módosított szervesetlen részecskék előállítására használt C_1-C_{10} aldehid előnyösen formaldehid, acetaldehid, trimetilol-acetaldehid, akrolein, benzaldehid, furfurol, glioxál, glutáraldehid, ftáldaldehid és/vagy tereftáldaldehid, különösen előnyösen formaldehid.

A találmány szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék előállításához alkalmas savas katalizátorok példái a szervesetlen savak, így a sósav vagy kénsav és/vagy a szerves savak, így a hangyasav, ecetsav, oxálsav, p-toluolszulfonsav vagy tejsav. Előnyösek a puffer funkcióval rendelkező savak, így a citromsav, ecetsav és/vagy foszforsav, vagy a puffer funkcióval rendelkező savanyú sók, így a nátrium-hidrogén-foszfát vagy kálium-hidrogén-foszfát.

A módosított szervesetlen részecskék különösen a lángálló műanyagokhoz használhatók fel, előnyösen olyan szervesetlen és/vagy szerves sókkal kombinálva,

amelyek ammónium, alkil-ammónium, aril-amónium, foszfónium, alkil-foszfónium, aril-foszfónium, alkálifém és/vagy alkáliföldfém kationokat és/vagy foszfát, foszfit, foszfonát, szilikát és/vagy borát anionokat tartalmaznak, és/vagy eritrit, pentaeritrit, pentit és/vagy hexit típusú, többértékű alkoholokkal kombinálva, továbbá felhasználhatók adalékanyagokként a műanyagok és műanyag laminátumok karcolásállóságának, UV állóságának vagy zárókéességének javítására, valamint katalizátorként vagy katalizátor hordozóként.

Ha a módosított részecskéket műanyag adalékanyagként használjuk, előnyös, ha a módosított részecskékhez a módosított részecskékre számítva 0,1 – 5 tömeg% vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimereket, előnyösen poli(vinil-alkohol)-t, poli(vinil-acetát)-ot, maleinsavanhidrid kopolimereket és/vagy telített és telítetlen poliésztereket adunk.

Ha a módosított részecskéket műanyagok lánggátló adalékaként használjuk, különösen előnyösek azok a kombinációk, amelyek ammónium-polifoszfátot és pentaeritritet tartalmaznak.

További találmány szerinti poliolefinnek azok, amelyek az alkalmazott poliolefinekre számítva 1-60 tömeg% mennyiségű, módosított, réteges szerkezetű, szervesetlen részecskét és adott esetben további adalékanyagként szerves vagy szervesetlen sókat, töltőanyagokat, erősítőanyagokat, polimer diszpergálószeret, segédanyagokat és/vagy többértékű alkoholokat tartalmazhatnak, ahol

a szervesetlen vagy szerves sók olyan sók lehetnek, amelyek ammónium, alkil-ammónium, foszfónium, alkil-foszfónium, aril-foszfónium, alkálifém és/vagy alkáliföldfém kationokat és/vagy olyan sók, amelyek foszfát, foszfit, foszfonát, szilikát és/vagy borát anionokat tartalmaznak és amelyek a poliolefinben legfeljebb 25 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,

a töltőanyagok és/vagy erősítőanyagok szerves vagy szervesetlen töltőanyagok és/vagy szálanyagok, amelyek a poliolefinben legfeljebb 40 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,

a polimer diszpergálószeret vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimerek, amelyek a poliolefinben legfeljebb 3 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,

a többértékű alkoholok eritrit, pentaeritrit, pentit és/vagy hexit típusú többértékű alkoholok, amelyek a poliolefinben legfeljebb 15 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék mennyisége a poliolefinre számítva előnyösen 3-30 tömeg%.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinnek javított tulajdonságokkal rendelkeznek a lángállóság, szívósság, karcolásállóság, UV stabilitás és zárási tulajdonságok tekintetében.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinnek előnyösen lineáris és/vagy elágazó láncú polietilén homo- és/vagy kopolimer, cikloolefin/etilén kopolimer, polipropilén homopolimer, véletlen elrendezésű polipropilén kopolimer, propilén blokk-kopolimer, véletlen elrendezésű propilén kopolimer, propilén blokk-kopolimer, véletlen elrendezésű propilén kopolimer, izotaktikus poli-but-1-én és/vagy 4-metil-pent-1-én homo- és/vagy kopolimer típusú poli(C₂-C₅ α-olefinek) vagy a C₂-C₅ α-olefinek és 2-18 szénatomos α-olefinek kopolimerjei.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben további adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinekben töltőanyagként Al₂O₃, Al(OH)₃, bárium-szulfát, kalcium-karbonát, üveggyöngyök, kovaföld, csillám, kvarcliszt, palaliszt, üreges mikrogömbök, korom, talkum, közetliszt, faliszt és/vagy cellulóz por lehet jelen.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinekben előforduló erősítőanyagok példái a farost, cellulózzrost, len, juta és kender (kenaf).

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinekben előforduló előnyös erősítőanyagok a szervesetlen szálak, különösen az üvegszálak és/vagy szénszálak, a természetes szálak, különösen a cellulózzszálak és/vagy műanyag-szálak, különösen a poli(akril-nitril), poli(vinilalkohol) poli(vinilacetát), polipropilén, poliészter és/vagy poliamid szálak.

A réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinekben előforduló polimer diszpergálószeres vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimerek lehetnek.

A réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinekben előforduló, vízben oldható polimerek példái a poli(vinil-alkohol), poli(akril-amid), poli(vinil-pirrolidon), poli(etilén-oxid), metil-cellulóz, etil-cellulóz, hidroxietil-cellulóz és/vagy karboximetil-cellulóz.

A réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinekben előforduló vízben diszpergálható vagy vízben emulgeálható polimerek hőre lágyuló műanyagok, elastomerek és/vagy viaszok.

Az alkalmas, hőre lágyuló polimerek példái a cellulózészterek, cellulóz-éterek, poli(vinil-acetát), poli(vinil-propionát), poliakrilátok, telítetlen vagy telített poliészterek, maleinsavanhidrid kopolimerek, poli(propilén-oxid) és/vagy etilén/vinil-acetát kopolimerek. Az előnyös maleinsavanhidrid kopolimerek olyan kopolimerek, amelyekben az anhidridcsoportokat hidrofób szénhidrogén szubsztituensekkel történő amidálással és/vagy imidálással vagy hidrofil poli(alkilén-oxid) szubsztituensekkel történő észterezéssel módosították.

A vízben diszpergálható vagy vízben emulgeálható elastomerek példái a sztírol/butadién kaucsukok, akrilát kaucsukok, poliuretánok és/vagy fluor-elastomerek.

Az alkalmas viaszok példái a poliolefin viasz oxidátumok, így a polietilén viasz oxidátumok vagy az etilén/vinil-acetát kopolimereken alapuló viaszok.

A réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, a találmány szerinti poliolefinekben adott esetben előforduló különösen előnyös diszpergálószeres a poli(vinil-alkohol), poli(vinil-acetát), a maleinsavanhidrid kopolimerek és/vagy a telített vagy telítetlen poliészterek.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinnek oly módon állíthatók elő, hogy poliolefinnek, módosított szervesetlen részecskék és adott esetben további adalékanyagként szervesetlen vagy szerves sók, töltőanyagok, erősítőanyagok, oldat, diszperzió vagy emulzió alakjában elkészített polimer diszpergálószer, segédanyagok és/vagy többértékű alkoholok keverékeit folyamatos működésű dagasztógépben megömlesztjük, vagy poliolefinet folyamatos működésű dagasztógépben megömlesztjük és a módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben szervesetlen vagy szerves sókat, töltőanyagokat, erősítőanyagokat, polimer diszpergálószerkelet oldat, diszperzió vagy emulzió formájában és/vagy többértékű alkoholokat a polimer ömledékbe bemérjük, a keveréket 30-100 °C-kal a poliolefin olvadáspontja vagy lágyuláspontja felett homogenizáljuk, adott esetben vákuumban gáztalanítjuk, elvezetjük és granuláljuk, vagy az ömledéket közvetlenül félkésztermékké vagy formatestté sajtoljuk, ahol a réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék és az adott esetben jelenlévő szervesetlen vagy szerves sók, töltőanyagok, erősítőanyagok, polimer diszpergálószerkelet, segédanyagok és/vagy többértékű alkoholok mint adalékanyagok mennyisége a felhasznált poliolefinre számítva 1-60 tömeg%.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinnek előállítására használt, folyamatos működésű dagasztók előnyösen 30-48 L/D aránnyal rendelkező ikercsigás extruderek vagy csigadugattyús egycsigás extruderek.

Segédanyagként az előállítás során minden esetben a felhasznált poliolefinre számítva 0,01-2,5 tömeg% stabilizátort, 0,1-1 tömeg% antisztatizáló szert és/vagy 0,01-5 tömeg% feldolgozást segítő adalékanyagot adagolhatunk.

Alkalmas stabilizátorok előnyösen a 0,01-0,6 tömeg% mennyiségű fenolos antioxidánsok, 0,01-0,6 tömeg% 3-aryl-benzofuranonok, 0,01-0,6 tömeg% foszfit alapú stabilizátorok, 0,01-0,6 tömeg% diszulfid és tioéter alapú magas hőmérséklet stabilizátorok és/vagy 0,01-0,8 tömeg% térbelileg gátolt aminok (HALS) keverékei.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinok előállítása során beadagolható feldolgozáskönnyítő anyagok a kalcium-sztearát, magnézium-sztearát és/vagy a viaszok.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinok előállítására használt poliolefinok és/vagy olefin kopolimerek előnyösen a felhasznált poliolefinre számítva 0,05-2 tömeg% olefin kopolimert és/vagy sav-, savanhidrid- és/vagy epoxidcsoportokat tartalmazó, ojtásos olefin kopolimert, előnyösen 0,1-2 tömeg% akrilsav-tartalmú etilén/butil-akrilát/akrilsav terpolimert vagy 0,05-0,5 tömeg% maleinsavanhidrid-tartalmú maleinsavanhidrid ojtásos polipropilént tartalmaznak a réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskékkel és a szervesetlen vagy szerves sókkal és/vagy többértékű alkoholokkal való összeférhetőség eléréséhez. Az ojtásos olefin kopolimerek a szokásos eljárásokkal állíthatók elő a poliolefint telítetlen monomerrel reagáltatva szilárd fázisban vagy ömledékben, termikus szabadgyök iniciátorok jelenlétében.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefinok javított tulajdonságokkal rendelkeznek, különösen ami a nagyfokú lángállóságot illeti. Ezeket különösen fóliákként, szálakként, lemezekként, csövekként, bevonatokként, üreges testekként, fröccsöntött tárgyakként és habokként használják fel. Ezeknek a félkész termékeknek és kész tárgyaknak különös előnye a fokozott mértékű lángállóság, szívósság, karcolásállóság és UV stabilitás és a javított záróképeség.

Az alkalmazott, hőre keményedő műanyagokra számítva 2-80 tömeg% mennyiségű módosított, réteges szerkezetű, szervesetlen részecskét tartalmazó, hőre keményedő műanyagok további adalékanyagként szerves vagy szervesetlen sókat, töltőanyagokat, erősítőanyagokat, polimer diszpergálószeret, segédanyagokat és/vagy többértékű alkoholokat tartalmaznak, ahol a találmány szerint

a szervetlen vagy szerves sók olyan sók, amelyek ammónium, alkil-ammónium, foszfónium, alkil-foszfónium, aril-foszfónium, alkálifém és/vagy alkáliföldfém kationokat tartalmaznak és/vagy olyan sók, amelyek foszfát, foszfit, foszfonát, szilikát és/vagy borát anionokat tartalmaznak, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 60 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,

a töltőanyagok és/vagy erősítőanyagok szerves vagy szervetlen töltőanyagok és/vagy szálasanyagok, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 70 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,

a polimer diszpergálószeres vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimerek, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 5 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen és

a többértékű alkoholok eritrit, pentaeritrit, pentit és/vagy hexit típusú többértékű alkoholok, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 30 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen.

A hőre keményedő műanyagok a hőre keményedő műanyagra számítva előnyösen 5-50 tömeg% mennyiségű módosított szervetlen részecskét tartalmaznak.

A hőre keményedő műanyagok példái a melamingyanták, karbamidgyanták, guanamingyanták, ciánamidgyanták, diciánamidgyanták, szulfonamidgyanták vagy anilingyanták.

A hőre keményedő műanyagok ugyanolyan összetételű aminoplasztból állhatnak, mint ami a módosított, szervetlen részecskék külső bevonatának a komponense lehet.

A réteges szerkezetű, módosított, szervetlen részecskéket tartalmazó hőre keményedő műanyagok további adalékanyagai olyan adalékanyagok lehetnek, amelyeket a réteges szerkezetű, módosított, szervetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó poliolefinnek is tartalmazhatnak.

A réteges szerkezetű, módosított, szervetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti hőre keményedő műanyagokat úgy állítjuk elő, hogy egy hőre keményedő műanyag előkondenzátumokból, réteges szerkezetű, módosított, szervetlen részecskékből

és adott esetben további adalékanyagként szervesetlen vagy szerves sókból, töltőanyagokból, erősítőanyagokból, polimer diszpergálószerekből oldat, diszperzió vagy emulzió formában, segédanyagokból és/vagy többértékű alkoholokból álló keveréket a szokásos módon sajtolással félkész terméké vagy késztermékké sajtoljuk és kikeményítjük, ahol a keverékben a réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék és adott esetben további adalékanyagként szervesetlen vagy szerves sók, töltőanyagok, erősítőanyagok, polimer diszpergálószerek, segédanyagok és/vagy többértékű alkoholok mennyisége a felhasznált hőre keményedő műanyagra számítva 1-80 tömeg%, ahol

a szervesetlen vagy szerves sók olyan sók, amelyek ammónium, alkilammónium, foszfónium, alkil-foszfónium, aril-foszfónium, alkálifém és/vagy alkáliföldfém kationokat tartalmaznak és/vagy olyan sók, amelyek foszfit, foszfát, polifoszfát, foszfonát, szilikát és/vagy borát anionokat tartalmaznak, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 45 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,

a töltőanyagok és/vagy erősítőanyagok szerves vagy szervesetlen töltőanyagok és/vagy szálasanyagok, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 60 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,

a polimer diszpergálószerek vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimerek, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 5 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen és

a többértékű alkoholok eritrit, pentaeritrit, pentit és/vagy hexit típusú többértékű alkoholok, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 15 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen.

A réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti, hőre keményedő műanyagok előállítási eljárásának egyik előnyös változata abban áll, hogy a hőre keményedő műanyagok előkondenzátumait állítjuk elő olyan momomerek polikondenzációjával, amelyeken a hőre keményedő műanyagok előkondenzátumai alapulnak, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék és adott esetben egyéb adalékanyagok, szervesetlen vagy szerves sók,

töltőanyagok, erősítőanyagok, segédanyagok, polimer diszpergálószeres és/vagy többértékű alkoholok jelenlétében.

A réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti, hőre keményedő műanyagokban adott esetben jelenlevő, vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimereket in situ is előállíthatjuk a hőre keményedő műanyag előállításakor oly módon, hogy a vizes diszperzió vagy emulzió formájában lévő keverékhez, amely aminoplaszt előkondenzátumokat és réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket tartalmaz, a hőre keményedő műanyagok előállítása előtt polimer diszpergálószer helyett etilénesen telítetlen monomerek és termikus szabadgyök iniciátorok keverékét adjuk, amelyből a vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimerek képződnek. Az alkalmas etilénesen telítetlen monomerek példái az akrilamid, vinil-pirrolidon, C_4 - C_{18} (met)akrilsav-észterek és/vagy a vinil-acetát.

A réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó poliolefinok vagy hőre keményedő műanyagok előnyös félkész termékei és formatestei fóliák, szálak, lemezek, csövek, bevonatok, üreges testek, fröccsöntött tárgyak és habok.

A réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokat tartalmazó, találmány szerinti poliolefin félkész termékeket és késztermékeket a szokásos módokon állíthatjuk elő úgy, hogy réteges szerkezetű, módosított, szerves részecskéket és adott esetben egyéb adalékanyagokként szerves vagy szerves sókat, töltőanyagokat, erősítőanyagokat, segédanyagokat, polimer diszpergálószeres és/vagy többértékű alkoholokat tartalmazó, hőre keményedő műanyagok, poli(C_2 - C_5 α -olefinek) vagy C_2 - C_5 α -olefinek és 2-18 szénatomos α -olefinek kopolimerjeit folyamatos működésű dagasztókban megömlesztjük, előnyösen 30-48 L/D aránnyal rendelkező extruderben 30 – 100 °C-kal a poliolefin olvadáspontja vagy lágyuláspontja felett homogenizáljuk és

A) egy gyűrűalakú szerszámon keresztül juttatva levegő befúvással fóliát állítunk elő és feltekercseljük, vagy

B) egy szélesrésű szerszámon keresztül juttatva, hűtött hengeregységen átvezetve fedőfóliát állítunk elő és feltekercseljük, vagy több szélesrésű szerszámhoz csatlakozó, hűtött hengeregységekkel koextrudált fóliát állítunk elő és feltekercseljük, vagy

C) ömledékként egy hengermalomba, majd kalenderre juttatva hővel formált fóliát állítunk elő és feltekercseljük, vagy folyamatos fémfólia, műanyag fólia, papír- vagy textilszövet pályára hőegyesítéssel ráerősítve többkomponensű laminátumot kapunk és feltekercseljük, vagy

D) ömledékként kalenderre juttatva hővel formált fóliát kapunk és feltekercseljük, lemez formájában szállítózsalagon továbbítjuk és felvágjuk vagy folyamatos fémfólia, műanyag fólia, papír vagy textilszövet pályára hőegyesítéssel ráerősítve többkomponensű laminátumot kapunk és feltekercseljük, vagy

E) alakos szerszámon keresztül sajtoljuk és profillá húzzuk, daraboljuk és konfekcionáljuk, vagy

F) gyűrűalakú szerszámon keresztül légbefúvással tömlővé extrudáljuk és feltekercseljük, vagy csővé húzzuk, feldaraboljuk és konfekcionáljuk, vagy

G) habosítóanyaghoz adva szélesrésű szerszámon keresztül sajtoljuk vagy gyűrűalakú szerszámon keresztül sajtoljuk légbefúvással és habfóliát állítunk elő és feltekercseljük, vagy körkeresztmetszetű szerszámrésen keresztül sajtolva extrudátumot kapunk és habosított szegmensekké daraboljuk, vagy

H) csőbevonó egység szélesrésű fúvókáján keresztül sajtoljuk és olvadék formájában a forgócsövön lezárjuk, vagy

I) gyűrűalakú szerszámon keresztül sajtoljuk, amelybe előzetesen vezetőszálat vagy kábelköteget vezettünk be és egyeres kábelt vagy kábelköpennyel ellátott kábelköteget húzunk és feltekercseljük, vagy

K) gyűrűalakú szerszámokon keresztül tömlőformájú előformát extrudálunk, temperált, osztott fúvószerszámban felfújva üreges testté formázzuk és adott esetben egy második fúvószerszámban nyújtóbéllyel hosszirányú nyújtásnak és levegő befúvással egy további radiális nyújtásnak vetjük alá, vagy

L) temperált fröccsöntőszerszámban fröccsöntéssel előformává alakítjuk és eltávolítás után adott esetben egy kondicionáló szerszámban, előnyösen az előforma külön temperálása után, átvisszük a fúvószerszámba és fúvással üreges testté alakítjuk, vagy

M) fröccsöntőgépen, előnyösen 18-24 D csigahosszúságú három fűtőzónás csigával nagy besajtolási sebességgel és 5-70 °C szerszámhőmérsékleten fröccsöntött terméket állítunk elő, vagy

N) plasztifikáló extruderből, ömledékszivattyúból, ömledék elosztóból, kapilláris szerszámból, fúvóaknából és követő berendezésekből álló, olvadék szálhúzó berendezésben megömlesztjük és az ömledékszivattyú segítségével a kapilláris szerszámon keresztül a fúvóaknába extrudáljuk és szálként lehúzzuk, majd a követő berendezéseken feldolgozzuk.

A hőre keményedő előkondenzátumból, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskékből és adott esetben a félkésztermékek és késztermékek előállításához további adalékanyagokból álló keverékből történő félkésztermék és késztermék előállítására alkalmas eljárások az alábbiak:

formulázás sajtolóanyag előállításához és hőalakítás sajtolt cikkek, fröccsöntött tárgyak, sajtolással, fröccsöntéssel, ömledék fonással vagy extrudálással készült szálak vagy profilok előállítására, vagy

hőre keményedő műanyag előkondenzátumából készített oldat feldolgozása, ahol az előkondenzátum diszpergált formában tartalmazza a réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket, hogy hőre keményedő műanyag szálakat kapjunk centrifugál fonással, szálhúzással, extrudálással vagy fibrillációs eljárással, adott esetben ezt követő orientálással és kikeményítéssel, vagy

hőre keményedő műanyag előkondenzátumából készített oldat feldolgozása, ahol az előkondenzátum diszpergált formában tartalmazza a réteges szerkezetű, módosított szervesetlen részecskéket, mikrokapszulák előállításához szilárd vagy folyékony kapszulamag képző anyag emulgeálószer-mentes vizes diszperziójába adagolva, kikeményítve és porlasztva szárítva, vagy

hőre keményedő műanyag előkondenzátumából készített oldat feldolgozása, ahol az előkondenzátum diszpergált formában tartalmazza a réteges

szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket, amellyel zárt cellájú habokká, oly módon, hogy illékony szénhidrogének, inert gázok és/vagy szervesetlen karbonátok emulgeálószer-mentes vizes diszperziójába adagoljuk és szerszámba üreges részecskéket vezetünk be zárt cellájú habok előállításához és kikeményítjük, vagy a részecskéket zárt cellájú habosított profilok előállításához szerszámon keresztül sajtoljuk és kikeményítjük, vagy

hőre keményedő műanyag előkondenzátumából készített oldat feldolgozása, ahol az előkondenzátum diszpergált formában tartalmazza a réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket, amellyel nyitott cellájú habokat állítunk elő illékony szénhidrogének, inert gázok és/vagy szervesetlen karbonátok vizes habosítószer emulziójába való beadagolással, a habosítószer bomlásponjtáig vagy forráspontjáig való melegítéssel és vagy nyitott cellájú habok előállításához szerszámba töltjük és kikeményítjük, vagy nyitott cellájú habosított profilok előállításához szerszámon keresztül sajtoljuk és kikeményítjük, vagy

hőre keményedő műanyag előkondenzátumából készített oldat formulázásával bevonatot állítunk elő, ahol az előkondenzátum diszpergált formában tartalmazza a réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket, így bevonógyanta oldatokat vagy bevonógyanta diszperziókat kapunk, majd a bevonógyanta oldatokat vagy bevonógyanta diszperziókat lemezszerű hordozóra visszük fel, megszáritjuk és kikeményítjük, vagy

hőre keményedő műanyag előkondenzátumából készített oldat formulázásával laminátumot állítunk elő, ahol az előkondenzátum diszpergált formában tartalmazza a réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket, így impregnáló gyanta oldatokat vagy impregnáló gyanta diszperziókat kapunk, majd lemezszerű hordozóanyagot impregnálunk, lamináljuk és kikeményítjük, vagy

hőre keményedő műanyag előkondenzátumából készített oldatot dolgozunk fel, ahol az előkondenzátum diszpergált formában tartalmazza a réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskéket, öntőgyanta technológiával félkész termékek, késztermékek vagy bevonatok előállítására.

A találmányt az alábbi példákkal szemléltetjük.

1. példa

Egy 20-literes, keverővel ellátott reaktorba, amely alsó ürítőszeleppel rendelkezik, bemérjük 600 g melamin, 600 g nátrium-montmorillonit (Südchemie AG, Moosburg, Németország) és 12 liter víz keverékét, 80 °C-ra felmelegítjük, 2 órán át keverjük, ez alatt az idő alatt a montmorillonit megduzzad. A szuszpenzió pH-értékét 115 g sósavval 5,0-ra állítjuk be és a szuszpenziót 1 órán át 80 °C-on keverjük, majd 30 perc alatt hozzáadunk 360 ml formaldehidet (30 %-os). 2 órán át 80 °C-on végzett keverés után a módosított szervesetlen részecskéket cellás szűrőben elválasztjuk, kloridmentesre mossuk és vákuumban 75 °C-on 8 órán át szárítjuk. A módosított nátrium-montmorillonit hozam 1200 g.

A módosított nátrium-montmorillonit primer részecskéinek átlagos részecskeátmérője transzmissziós elektronmikroszkóppal meghatározva 150 nm.

A módosított szervesetlen részecskék ATR vizsgálata azt mutatta, hogy a részecskék felületi bevonata melamin/formaldehid gyantából áll.

A közbelső szilikát rétegekben a szabadon beékelődött melamintartalom meghatározására 12 g réteges szerkezetű, módosított szervesetlen részecskét 48 órán át vízzel extraháltunk. Az extraktum betöményítése és vákuumban történő szárítása után 5,2 g fehér színű port kaptunk. A vízben való feloldás és HPLC-vel végzett frakcionálás (Waters HPLC 2690, UV detektálás 220 nm-en, Develosil RP vizes oszlop 5 mcm 250 x 2 mm, eluálás 0,05 M NaH₂PO₄/acetonitril oldattal (oldószer gradiens) a melamin kiindulási anyag mennyiségére számítva a következő összetételt adta: 68 tömeg% melamin és 32 tömeg% hidroximetilolmelamin és magasabb molekulatömegű oligomerek.

2. példa

Egy 20-literes, keverővel ellátott reaktorba, amely alsó ürítőszeleppel rendelkezik, bemérjük 500 g melamin, 50 g karbamid, 50 g tiokarbamid, 600 g kalcium-montmorillonit (Südchemie AG, Moosburg, Németország) és 12 liter víz keverékét, 80 °C-ra felmelegítjük és 2 órán át keverjük, ez alatt az idő alatt a kalcium-montmorillonit megduzzad. A szuszpenzió pH-értékét 115 g sósavval 5,0-ra beállítjuk, ezután a szuszpenziót 1 órán át 80 °C-on keverjük, majd 30 perc alatt

hozzáadunk 450 ml, 4:1 molarányú formaldehid (30 %-os) - glutáraldehid (50 %-os) keveréket. 2 órán át 80 °C-on végzett keverés után a módosított szerves részecskéket cellás szűrőben elválasztjuk, kloridmentesre mossuk és vákuumban 75 °C-on 8 órán át szárítjuk. A módosított kalcium-montmorillonit hozama 1150 g.

A módosított kalcium-montmorillonit primer részecskéinek átlagos részecskeátmérője transzmissziós elektronmikroszkóppal meghatározva 650 nm volt.

A módosított szerves részecskék ATR vizsgálata azt mutatta, hogy a részecskék felületi bevonata aminoplasztgyantából áll.

A közbelső szilikát rétegekben a szabadon beékelődött polifunkciós amino-vegyületek mennyiségének a meghatározására 12 g réteges szerkezetű, módosított szerves részecskét 48 órán át vízzel extraháltunk. Az extraktum betöményítése és vákuumban történő szárítása után 5,0 g fehér színű port kaptunk. A vízben való feloldás és HPLC-vel végzett frakcionálás (Waters HPLC 2690, UV detektálás 220 nm-en, Develosil RP vizes oszlop 5 mcm 250 x 2 mm, eluálás 0,05 M NaH_2PO_4 /acetonitril oldattal (oldószer gradiens) a polifunkciós amino-vegyület kiindulási anyag mennyiségére számítva a következő összetételt adta: 60 tömeg% melamin, 6 tömeg% karbamid, 6 tömeg% tiokarbamid, 28 tömeg% metilollá alakított polifunkciós amino-vegyület és magasabb molekulatömegű oligomerek.

3. példa

Egy keverővel ellátott, 10-literes reaktorba keverés közben bemérünk 5 kg 30 %-os vizes formaldehid-oldatot és 1,74 kg melamint és 80 °C-on 120 percig keverve kondenzáljuk.

Egy második, turbókeverővel ellátott, 200-literes reaktorba keverés közben bemérjük 6 kg melamin, 6 kg nátrium-montmorillonit (Südchemie AG, Moosburg, Németország) és 120 liter víz keverékét, 80 °C-on 2 órán át keverjük, ez alatt az idő alatt a nátrium-montmorillonit megduzzad. A szuszpenzió pH-értékét 1,15 kg sósavval 5,0-ra állítjuk, majd a szuszpenziót 1 órán át 80 °C-on keverjük. Szobahőmérsékletre való lehűlés után az aminoplaszt előkondenzátum vizes

oldatát nagy intenzitású keverés közben (40 m/másodperc) 30 perc alatt hozzáadjuk a kevert diszperzióhoz. 60 perc reakcióidő után a diszperziót eltávolítjuk, a módosított szervesetlen részecskéket cellás szűrőben leválasztjuk, kloridmentesre mossuk és vákuumban 75 °C-on 8 órán át szárítjuk. A módosított nátrium-montmorillonit hozama 13,4 kg.

A módosított nátrium-montmorillonit primer részecskéinek az átlagos átmérője transzmissziós elektronmikroszkóppal meghatározva 950 nm volt.

A módosított szervesetlen részecskék ATR vizsgálata azt mutatta, hogy a részecskék felületi bevonata melamingyantából áll.

A közbelső szilikát rétegekben a szabadon beékelődött melamintartalom meghatározására 12 g réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskét 48 órán át vízzel extraháltunk. Az extraktum betöményítése és vákuumban végzett szárítása után 5,6 g fehér színű port kaptunk. A vízben való feloldás és HPLC-vel végzett frakcionálás (Waters HPLC 2690, UV detektálás 220 nm-en, Develosil RP vizes oszlop 5 mcm 250 x 2 mm, eluálás 0,05 M NaH₂PO₄/acetonitril oldattal (oldószer gradiens) a melamin kiindulási anyag mennyiségére számítva a következő összetételt adta: 71 tömeg% melamin és 29 tömeg% hidroximetilolmelamin és magasabb molekulatömegű oligomerek.

4. példa

Egy keverővel ellátott, 20-literes reaktorba bemérünk 5,4 kg 30 %-os vizes formaldehid-oldatot, 1,3 kg vizet és 4 kg melamint és 80 °C-on 120 percig keverés közben kondenzáljuk.

Egy második, turbókeverővel ellátott, 200-literes reaktorba bemérünk 6 kg melamint, 6 kg nátrium-montmorillonitot (Südchemie AG, Moosburg, Németország) és 120 liter vizet és a keveréket és 80 °C-on 2 órán át keverjük, ez alatt az idő alatt a nátrium-montmorillonit megduzzad. A szuszpenzió pH-értékét 1,15 kg sósavval 5,0-ra állítjuk és a szuszpenziót 1 órán át 80 °C-on keverjük. Szobahőmérsékletre való lehűlés után az aminoplaszt előkondenzátum vizes oldatát 30 perc alatt hozzáadjuk a diszperzióhoz nagy intenzitású keverés közben (40 m/másodperc). 60 perc reakcióidő után a diszperziót eltávolítjuk és a

módosított szervesetlen részecskéket cellás szűrőben elválasztjuk, kloridmentesre mossuk és vákuumban 75 °C-on 8 órán át szárítjuk.

A módosított nátrium-montmorillonit hozama 17,1 kg.

A módosított nátrium-montmorillonit primer részecskéinek átlagos átmérője transzmissziós elektronmikroszkóppal meghatározva 650 nm volt.

A módosított szervesetlen részecskék ATR vizsgálata azt mutatta, hogy a részecskék felületi bevonata melamingyantából áll.

A közbenső szilikát rétegekben a szabadon beékelődött melamin mennyiségének a meghatározására 12 g réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskét 48 órán át vízzel extraháltunk. Az extraktum betöményítése és vákuumban való megszáritása után 5,6 g fehér színű port kaptunk. A vízben való feloldás és HPLC-vel végzett frakcionálás (Waters HPLC 2690, UV detektálás 220 nm-en, Develosil RP vizes oszlop 5 mcm 250 x 2 mm, eluálás 0,05 M NaH_2PO_4 /acetonitril oldattal (oldószer gradiens) a melamin kiindulási anyag mennyiségére számítva a következő összetételt adta: 69 tömeg% melamin és 31 tömeg% hidroximetilol-melamin és magasabb molekulatömegű oligomerek.

5. példa

Propilén kopolimer (folyási index 16,0 g/10 perc 230 °C/2,16 kg terhelésnél mérve, etilén-tartalom 4,8 tömeg%) és a propilén kopolimerre számítva minden esetben 20 tömeg% amónium-polifoszfát, 5 tömeg% pentraeritrit, 0,15 tömeg% 2-terc-butyl-4,6-diizopropil-fenol, 0,10 tömeg% bisz-2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil-szebacát és 0,3 tömeg% kalcium-sztearát keverékét 14,25 kg/óra sebességgel beadagoljuk egy 44 L/D arányú ZSK 27 Leitstritz extruderbe, amely el van látva porszerű anyagokhoz alkalmas mellékáramú adagolóval és az illékony anyagok vákuumban történő eltávolítására dekompressziós zónával és amelynek hőmérséklet profilja 20/200/200/200/200/200/200/200/200 °C, a keveréket megömlesztjük és homogenizáljuk. Ezután a 3. példa szerinti nátrium-montmorillonitot porszerű anyagokhoz alkalmas adagolókészülék segítségével 0,75 kg/h sebességgel a 4. zónában a poliolefin ömledékbe adagoljuk. Alapos

homogenizálás után a dekompressziós zónában a keverékből eltávolítjuk az illékony alkotórészeket, a keveréket elvezetjük és granuláljuk.

Az előállított próbatestek hornyolt ütőszilárdsága 10 kJ/m^2 és rugalmassági modulusza 2250 MPa volt. A lánggátlás vizsgálata az UL 94 (1,6 mm) szerint V-0 osztályba sorolást eredményezett.

6. példa

Propilén homopolimer (folyási index $8,0 \text{ g/10 perc } 230^\circ\text{C}$, 16 kg terhelésnél mérve) és minden esetben a propilén homopolimerre számítva $20 \text{ tömeg\%}$ amónium-polifoszfát, $5 \text{ tömeg\%}$ pentraeritrit, $0,15 \text{ tömeg\%}$ 2-terc-butyl-4,6-diizopropil-fenol, $0,10 \text{ tömeg\%}$ bisz-2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil-szebacát és $0,3 \text{ tömeg\%}$ kalcium-sztearát keverékét $6,8 \text{ kg/óra}$ sebességgel egy 44 L/D arányú ZSK 27 Leitstritz extruderbe adagoljuk, amely el van látva porszerű anyagokhoz alkalmas mellékáramú adagolóval és az illékony anyagok vákuumban történő eltávolítására dekompressziós zónával és amelynek hőmérséklet profilja $20/215/2150/215/215/215/215/215/215^\circ\text{C}$, a keveréket megömlesztjük és homogenizáljuk. Ezután 4. példa szerinti, módosított szervetlen részecskéket adagolunk porszerű anyagokhoz alkalmas adagolókészülék segítségével $0,68 \text{ kg/h}$ sebességgel a 4. zónában a poliolefin ömledékbe. Alapos homogenizálás után a keveréket a dekompressziós zónába visszük, eltávolítjuk az illékony alkotórészeket, az anyagot elvezetjük és granuláljuk.

Az előállított próbatestek hornyolt ütőszilárdsága 8 kJ/m^2 és rugalmassági modulusza 2450 MPa volt. A lánggátlás vizsgálata az UL 94 (1,6 mm) szerint V-0 osztályba sorolást eredményezett.

7. példa

Lamináló gyantaoldat előállítása

35 kg $30 \text{ \%-os}$, $9:1$ arányú formaldehid/furfural keverékből álló vizes aldehid oldatot, 8 kg melamint, 2 kg anilint és $2,5 \text{ kg}$ 2-(2-hidroxi-etil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazint bemérünk egy 150-literes , keverővel, visszacsepegtető hűtővel és

nagysebességű adagolóval ellátott reaktorba, pH-értékét nátrium-hidroxid-oldattal 7,0-ra beállítjuk és keverés közben 80 °C-on 35 percig kondenzáljuk. Szobahőmérsékletre való lehülés után 1,2 kg, 1. példa szerinti módosított szervesetlen részecskét adunk a reakcióelegyhez és 45 °C-on 45 percig keverjük.

Az aminoplaszt oldat feldolgozása laminátumokká diszpergált módosított szervesetlen részecskékkel

A laminátumok előállításához dekorpapírt (felülettömeg 80 g/m²) és magpapírként kraftpapírt (nátronpapírt) (felülettömeg 180 g/m²) impregnálunk 25 °C-on lamináló gyantaoldattal, amely kikeményítőszerként 0,2 % 1:1 arányú citromsav/ftálsav keveréket, 5 tömeg% módosított szervesetlen részecskét és minden esetben 1 tömeg% nedvesítőszer és felszabadítószer tartalmaz. Légcirkulációs szekrényben 140 °C-on 7,2 % illékony anyag tartalomig történő szárítás után a dekorpapír 58 tömeg% töltött laminálógyantát és a nátronpapír 46 tömeg% töltött laminálógyantát tartalmaz. Két réteg impregnált dekorpapírt a közé helyezett magpapír réteggel lamináló présben 120 másodpercig sajtolunk 90 bar nyomással 155 °C-on.

A szívósság vizsgálatához a kapott laminátumok deformálhatóságát vizsgáltuk. A laminátumot egy 160 °C-ra hevített 2,5 mm-es fém orsó köré hajlítva nem következett be a laminátum repedezése.

Szabadalmi igénypontok

1. Réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecske, amelynek az átlagos részecskeátmérője 5 nm és 20 000 nm között van, a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva 0,1 – 20 tömeg%-ot kitevő aminoplaszt külső bevonattal van ellátva és a rétegek között a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva 20-5000 tömeg% mennyiségű, 50-98 tömeg%, lényegében polifunkcionális, melamin, melamin-származék, karbamid, karbamid-származék, guanidinból, guanidin-származék, ciánamid, diciánamid, szulfonamid és/vagy anilin típusú, C₁-C₃₀ amino-vegyületből és ezek sóiból és 2-50 tömeg% vízből álló keveréket tartalmaz.

2. Az 1. igénypont szerinti, módosított szervesetlen részecske, ahol a réteges szerkezetű szervesetlen részecske egy szilikát, foszfát, arzenát, titanát, vanadát, niobát, molibdát és/vagy mangánát, előnyösen montmorillonitból, bentonitból, kaolinitből, muszkovitból, hektoritból, fluorohektoritból, kanemitből, revditből, grumantitből, ileritből, szaponitból, beidelitből, nontronitból, sztevenzitből, laponitból, taneolitból, vermikulitból, halloyzitból, volkonszkoitból, magaditból, rektoritból, kenyaitból, szaukonitból, bórfluorflogopitekből álló lemezes szilikát és/vagy szintetikus lemezes szilikát, a lemezes szilikát ezenkívül előnyösen olyan lemezes szilikát, amely alkálifém, alkáliföldfém, alumínium, vas és/vagy mangán típusú kationokat tartalmaz kicserélhető kationként.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti, módosított szervesetlen részecske, amelyben az aminoplasztok melamingyanták, karbamidgyanták, ciánamidgyanták, dicián-diamid-gyanták, guanamingyanták, szulfonamidgyanták és/vagy anilingyanták.

4. A 3. igénypont szerinti, módosított szervesetlen részecske, amelyben a melamingyanták melamin vagy melamin-származékok és C₁-C₁₀ aldehidek polikondenzátumai, ahol a melamin vagy melamin-származék/C₁-C₁₀ aldehyd molarány 1:1 és 1:6 között van, és azok C₁-C₁₀ alkoholokkal részlegesen

éterezett termékeinek polikondenzátumai, ahol a melamin-származékok előnyösen hidroxi- C_1-C_{10} alkil-csoportokkal, hidroxi- C_1-C_4 -alkil-(oxa- C_2-C_4 -alkil) $_{1-5}$ -csoportokkal és/vagy amino- C_1-C_{12} alkil-csoportokkal helyettesített melaminok, diamino-metil-triazinok és/vagy diamino-fenil-triazinok, különösen előnyösen 2-(2-hidroxi-etil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazin, 2-(5-hidroxi-3-oxapentil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazin és/vagy 2,4,6-trisz(6-amino-hexil-amino)-1,3,5-triazin, ammelin, ammelid, melem, melon, melam, benzoguanamin, acetoguanamin, tetrametoxi-metil-benzoguanamin, kaprinoguanamin és/vagy butiroguanamin, és az előnyös C_1-C_{10} aldehidek a formaldehid, acetaldehid, trimetilol-acetaldehid, akrolein, furfurol, glioxál és/vagy glutáraldehid, különösen előnyösen formaldehid.

5. Az 1. igénypont szerinti, módosított szervetlen részecske, amelyben a melamin-származék hidroxi- C_1-C_{10} alkil-csoportokkal, hidroxi- C_1-C_4 -alkil-(oxa- C_2-C_4 -alkil) $_{1-5}$ -csoportokkal és/vagy amino- C_1-C_{12} alkil-csoportokkal helyettesített melaminok, diamino-metil-triazinok és/vagy diamino-fenil-triazinok, előnyösen 2-(2-hidroxi-etil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazin, 2-(5-hidroxi-3-oxapentil-amino)-4,6-diamino-1,3,5-triazin, 2,4,6-trisz(6-amino-hexil-amino)-1,3,5-triazin és/vagy 2,4-(di-5-hidroxi-3-oxapentilamino)-6-metil-1,3,5-triazin, ammelin, ammelid, melem, melon és/vagy melam.

6. Az 1. igénypont szerinti, módosított szervetlen részecske, amelyben a karbamid-származék tiokarbamid és C_1-C_{10} alkilcsoportokkal, C_6-C_{14} arilcsoportokkal, hidroxi- C_1-C_{10} alkil-csoportokkal, hidroxi- C_1-C_4 -alkil-(oxa- C_2-C_4 -alkil) $_{1-5}$ -csoportokkal és/vagy amino- C_1-C_{12} alkil-csoportokkal helyettesített karbamid vagy tiokarbamid.

7. Az 1., 5. és 6. igénypont szerinti, módosított szervetlen részecske, amelyben a melamin, melamin-származékok, karbamid, karbamid-származékok, guanidin, guanidin-származékok, ciánamid, diciánamid, szulfonamidok és/vagy anilin sói szerves és/vagy szervetlen anionokkal rendelkező sók, előnyösen

fluoridok, kloridok, bromidok, jodidok, szulfátok, foszfátok, borátok, szilikátok, cianurátok, tozilátok, formiátok, acetátok, propionátok, butirátok és/vagy maleátok.

8. A 4. igénypont szerinti, módosított szervesetlen részecske, amelyben a C_1 - C_{10} aldehidek formaldehid, acetaldehid, trimetilol-acetaldehid, akrolein, benzaldehid, furfurol, glioxál, glutáraldehid, ftáaldehid és/vagy tereftáaldehid, előnyösen formaldehid.

9. Eljárás réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék előállítására, azzal jellemezve, hogy réteges szerkezetű, szervesetlen részecskék vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% C_1 - C_8 alkoholok keverékével készített, 2-35 tömeg% szilárd anyag tartalmú szuszpenzióját melamin, melamin-származék, karbamid, karbamid-származék, guanidin, guanidin-származék, ciánamid, dicián-diamid, szulfonamid és/vagy anilin típusú, polifunkciós C_1 - C_{30} amino-vegyületek és azok sóinak vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% C_1 - C_8 alkoholok keverékével készített, 5-90 tömeg% szilárd anyag tartalmú oldatával vagy szuszpenziójával, keverővel ellátott reaktorban 20-100 °C-on 10-180 perc tartózkodási ideig keverés közben homogenizáljuk, ahol a polifunkciós C_1 - C_{30} amino-vegyületek mennyisége a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva 20-5000 tömeg%, majd a megtöltött szervesetlen részecskék diszpergálását követően, adott esetben a folyadék fázis részleges eltávolítása után, 20-90 °C-on melamingyanta, karbamidgyanta, ciánamidgyanta, diciánamidgyanta, szulfonamidgyanta, guanamingyanta és/vagy anilingyanta típusú aminoplaszt előpolimert, amelynek átlagos molekulatömege 150 és 1000 között van, vízzel és/vagy szerves oldószerekkel és/vagy oldószer keverékekkel készített oldat formájában, amelynek gyantatartalma 30-98 tömeg% és adott esetben az aminoplaszt előpolimerre számítva 0,1-2,0 tömeg% savas katalizátort adunk és reagáltatjuk, a diszperzió aminoplaszt tartalma a vízmentes, szervesetlen részecskékre számítva 0,1-20 tömeg%, a diszperzió szilárd anyag tartalma a szervesetlen részecskékre számítva 0,5-35 tömeg% és a tartózkodási idő 10-45

perc, ezután a módosított szervesetlen részecskéket 20-180 °C-on és 0,1-8 óra tartózkodási idő alatt a folyadék fázis eltávolításával megszáritjuk.

10. Eljárás réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék előállítására, azzal jellemezve, hogy réteges szerkezetű, szervesetlen részecskék vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% C₁-C₈ alkoholok keverékével készített, 2-35 tömeg% szilárd anyag tartalmú szuszpenzióját keverővel ellátott reaktorban 20-100 °C-on és 10-180 perc tartózkodási idő alatt keverés közben homogenizáljuk melamin, melamin-származék, karbamid, karbamid-származék, guanidin, guanidin-származék, ciánamid, dicián-diamid, szulfonamid és/vagy anilin típusú, polifunkciós C₁-C₃₀ amino-vegyületek és azok sóinak vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95- tömeg% C₁-C₈ alkoholok keverékével készített, 5-90 tömeg% szilárd anyag tartalmú oldatával vagy szuszpenziójával, ahol a polifunkciós C₁-C₃₀ amino-vegyületek mennyisége a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva 20-5000 tömeg%, majd a megtöltött szervesetlen részecskék diszpergálását követően, adott esetben a folyadék fázis részleges eltávolítása után, 50-90 °C-on 10-90 perc alatt a vízmentes szervesetlen részecskékre számítva 0,1-10 tömeg% C₁-C₁₀-aldehidet adagolunk 5-50 %-os, vízzel vagy 5-99 tömeg% víz és 95-1 tömeg% C₁-C₈ alkoholok keverékével készített oldat formájában, amely a C₁-C₁₀ aldehidre számítva 0,05-1,0 tömeg% savas katalizátort tartalmaz, majd a módosított szervesetlen részecskéket 20-180 °C-on és 0,1-8 óra tartózkodási idő alatt a folyadék fázis eltávolításával megszáritjuk.

11. Az 1. igénypont szerinti, réteges szerkezetű, módosított, szervesetlen részecskék alkalmazása lángálló műanyagokhoz, előnyösen olyan szervesetlen és/vagy szerves sókkal kombinálva, amelyek ammónium, alkil-ammónium, aril-ammónium, foszfónium, alkil-foszfónium, aril-foszfónium, alkálifém és/vagy alkáliföldfém kationokat és/vagy foszfát, foszfit, foszfónát, szilikát és/vagy borát anionokat tartalmaznak és/vagy eritrit, pentaeritrit, pentit és/vagy hexit típusú, többértékű alkoholokkal kombinálva, továbbá adalékanyagokként műanyagok és műanyag laminátumok karcolásállóságának, UV állóságának vagy

záróképeségének javítására, valamint katalizátorként vagy katalizátor hordozóként.

12. Poliolefin, amely az alkalmazott poliolefinre számítva 1-60 tömeg% 1. igénypont szerinti, módosított, réteges szerkezetű részecskét és adott esetben további adalékanyagként szerves vagy szervetlen sókat, töltőanyagokat, erősítőanyagokat, polimer diszpergálószeret, segédanyagokat és/vagy többértékű alkoholokat tartalmaz, ahol a szervetlen vagy szerves sók olyan sók, amelyek ammónium, alkil-ammónium, foszfónium, alkil-foszfónium, aril-foszfónium, alkálifém és/vagy alkáliföldfém kationokat tartalmaznak és/vagy olyan sók, amelyek foszfát, foszfit, foszfonát, szilikát és/vagy borát anionokat tartalmaznak, amelyeknek a mennyisége a poliolefinre számítva legfeljebb 25 tömeg%,

a töltőanyagok és/vagy erősítőanyagok szerves vagy szervetlen töltőanyagok és/vagy szálasanyagok, amelyek mennyisége a poliolefinben legfeljebb 40 tömeg% lehet,

a polimer diszpergálószer vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimerek, amelyek a poliolefinben legfeljebb 3 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,

és a többértékű alkoholok eritrit, pentaeritrit, pentit és/vagy hexit típusú, többértékű alkoholok, amelyeknek a mennyisége a poliolefinben legfeljebb 15 tömeg% lehet.

13. Hőre keményedő műanyag, amely az alkalmazott hőre keményedő műanyagra számítva 2-80 tömeg%, 1. igénypont szerinti, módosított, réteges szerkezetű, szervetlen részecskét és adott esetben további adalékanyagként szerves vagy szervetlen sókat, töltőanyagokat, erősítőanyagokat, polimer diszpergálószeret, segédanyagokat és/vagy többértékű alkoholokat tartalmazhat, ahol

a szervetlen vagy szerves sók olyan sók, amelyek ammónium, alkil-ammónium, foszfónium, alkil-foszfónium, aril-foszfónium, alkálifém és/vagy alkáliföldfém kationokat tartalmaznak és/vagy olyan sók, amelyek foszfát, foszfit, foszfonát,

szilikát és/vagy borát anionokat tartalmaznak, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 60 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,
a töltőanyagok és/vagy erősítőanyagok szerves vagy szervetlen töltőanyagok és/vagy szálanyagok, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 70 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen,
a polimer diszpergálószeres vízben oldható, vízben diszpergálható és/vagy vízben emulgeálható polimerek, amelyeknek a mennyisége a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 5 tömeg% és
a többértékű alkoholok eritrit, pentaeritrit, pentit és/vagy hexit típusú, többértékű alkoholok, amelyek a hőre keményedő műanyagban legfeljebb 30 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen.

14. Poliolefinből vagy hőre keményedő műanyagból előállított félkésztermék vagy késztermék, amely 12. vagy 13. igénypont szerinti, réteges szerkezetű, módosított szervetlen részecskéket és adott esetben egyéb adalékokat tartalmaz fóliák, impregnátumok, szálanyagok, lemezek, csövek, bevonatok, üreges testek, fröccsöntött cikkek és habok formájában.

A meghatalmazott

Tóth

GÖDÖLLÉ, KEKES, MÉSZÁROS & SZABÓ
Szabadalmi és Védjegy Iroda
1024 Budapest, Keleti Károly u. 13/b
Frankné dr. Machytkó Daisy
szabadalmi ügyvivő

Abne uia

704

2003 JÚL. 29