

(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

209 760 B

(21) A bejelentés száma: 3541/91
(22) A bejelentés napja: 1991. 11. 12.
(30) Elsőbbségi adatok:
MI 22022/90 1990. 11. 12. IT

(51) Int. Cl.⁵

C 08 L 25/04

C 08 L 25/10

C 08 L 51/06

C 08 F 12/08

(40) A közzététel napja: 1992. 05. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1994. 10. 28. SZKV 94/10

(72) Feltalálók:

Borghi, Italo, Ferrara (IT)
Ghidoni, Dario, Gonzaga/Mantova (IT)
dr. Fasulo, Gian Claudio, San Silvestro/Mantova (IT)
Longo, Aldo, Mantova (IT)

(73) Szabadalmaz:

ECP Enichem Polimeri S.r.l., Milánó (IT)

(74) Képviselő:

DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54) **Poliolefin- és aromás vinil-polimer-alapú termoplasztikus kompozíció**

(57) KIVONAT

A találmány tárgyát a fizikai, mechanikai és termikus tulajdonságokat optimálisan egyesítő termoplasztikus kompozíció képezi, amelynek összetétele a következő:

– 40–80 tömeg%, 50 000–50 0000 móltömegű aromás vinil-polimer (A), amely elasztomer komponensként 0,5–5 tömeg% aromás vinil-monomer – konjugált dién lineáris tömbpolimert és 5–15 t% dién-kaucsukot tartalmaz;

– 5–50 tömeg%, 20 000–1 000 000 móltömegű poliolefin (B);

– 10–50 tömeg%, 180 000–700 000 móltömegű olefin elasztomer (C), amely aromás vinil-polimerrel ojtott, és az aromás vinil-polimernek és az olefin elasztomernek az ojtott fázisban a mólaránya > 0,8;

– valamint adott esetben szokásos adalékanyagok.

A találmány tárgya poliolefin és aromás vinil-polimer alapú termoplasztikus kompozíció.

Közelebbről, a találmány olyan, poliolefint és aromás vinil-polimert tartalmazó termoplasztikus kompozícióra vonatkozik, amely optimálisan egyesíti a termikus alakíthatóságot, az ömlesztetőséget, a hőállóságot, a moduluszt, a rugalmasságot, a polimerek degradációját meggyorsító termékekben előforduló szerves anyagokkal szembeni ellenállóképességet és egyéb tulajdonságokat.

Ezeknek a tulajdonságoknak a kombinációja révén a találmány szerinti kompozíció különösen alkalmas különböző formatestek előállítására a termoplasztikus gyantáknál ismert technológiák szerint, így termikus alakítással, fröccsöntéssel, kovácsolással, rotációs ömlesztéssel.

Mint ismeretes, az aromás vinil-polimerek termoplasztikus gyanták, amelyek melegítés hatására, például fröccsöntéssel vagy extrudálással, formatestekké alakíthatók. Az aromás vinilpolimereknek megfelelő a szakítószilárdsága, de nem alkalmasak olyan felhasználásra, ahol a nagy szakítószilárdság kémiai ellenállással együtt szükséges.

Ennek a hiánynak a kiküszöbölésére olyan polimerekkel képzett keverékeket alkalmaznak, amelyek a hiányzó tulajdonsággal rendelkeznek, hogy a szükséges tulajdonságokat egyesítsék. Ilyen törekvések számos esetben voltak sikertelenek, általában azért, mert a keverés során a komponenseknek a legrosszabb tulajdonságai jelentek meg, és így olyan terméket kaptak, amelyek rossz tulajdonságúak voltak, és sem gyakorlati, sem kereskedelmi értékük nem volt az így kapott termékeknek.

Ezeknek a kedvezőtlen eredményeknek az oka az volt, hogy nem minden polimer összeférhető egymással, azaz nem tapadnak egymáshoz tökéletesen. Így olyan termékeket kaptak, amelyekben olyan pontok voltak jelen, ahol a tapadás gyenge volt, és így törésre voltak hajlamosak.

Polisztirolt, vagy általánosságban aromás vinil-polimert vagy -kopolimert vagy ezeknek valamilyen kaucsukkal való ojtással ütésállóvá tett származékait és poliolefint tartalmazó keverékek heterogén szerkezetűek voltak, mivel a polimerek említett két típusa egymással összeférhetetlen.

Kísérleteket végeztek az összeférhetetlenségnek oly módon való kiküszöbölésére, hogy meghatározott mennyiségben alkalmazták a két gyantát, azaz úgynevezett összeférhetőséget növelő szert állítottak elő.

Így például a 4 386 187 és 4 386 188 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás szerint összeférhetőséget növelő szerként sztirol-butadién-sztirol tömbkopolimert alkalmaztak poliolefinok és aromás vinil-polimerek összeférhetőségének a növelésére.

A 60 524 számú európai és 49-28637/1974 számú japán közrebocsátási iratokban sztirol-butadién tömbkopolimerek alkalmazását írják le poliolefinok és ütésálló polisztirol vagy sztirol gyanták összeférhetőségének a növelésére.

A 291 352 számú európai közrebocsátási iratban

olyan polimer kompozíciókat írnak le, amelyek poliolefint és aromás vinil-polimert tartalmaznak, és elastomer komponensként kis mennyiségű aromás vinil-monomer-konjugált dién lineáris tömbkopolimert használnak, és az összeférhetőséget növelő szer pedig aromás vinil-monomer-konjugált dién csillag-tömbpolimer. Az 1 363 466 számú nagy-britanniai és 4020025 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban hidrogénezett sztirol-butadién di-tömbkopolimereket javasolnak összeférhetőséget növelő szerként poliolefin/sztirol-polimer keverékek esetén.

A 60 525 számú európai közrebocsátási irat és a 4 188 432 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás szerint sztirol-butadién-sztirol-tömbkopolimert, azaz sztirol-etilén-butilén-sztirol-kopolimert kevernek sztirol- vagy olefin-polimerekkel.

Az említett megoldások az iparban nem voltak alkalmazhatók, mivel olyan keverékeket kaptak, amelyek, bár homogének voltak, nem egyesítették kielégítő módon az alap polimerek tulajdonságait, illetve más kedvezőtlen tulajdonságokkal rendelkeztek.

A 195829 számú európai közrebocsátási irat aromás vinilpolimerrel ojtott α -olefin-kopolimer alkalmazását ismerteti összeférhetőséget növelő szerként poliolefin-aromás vinil-polimer keverékek esetén.

Ebben az európai közrebocsátási iratban a következő összetételű polimer kompozíciót írják le: legalább 20 tömeg% (előnyösen 20-90%) poliolefin; legalább 5 tömeg% (előnyösen 5-75%) aromás vinil-polimer, és 2-15 tömeg% aromás vinil-polimerrel ojtott alfa-olefin-kopolimer.

Az említett készítmények szintén nem egyesítik megfelelő módon a kívánt tulajdonságokat. Megfelelő rugalmassági érték (IZOD) csak úgy érhető el, ha felesleges mennyiségű poliolefint alkalmaznak; így azonban a modulusz romlik. Ha az aromás vinilpolimer mennyiségét növelik meg, a készítmény modulusza nő, de ezzel együtt rugalmassága csökken, és így felhasználása érdektelen.

Kísérleteket végeztünk a tulajdonságokat optimálisan egyesítő poliolefin/aromás vinil-polimer alapú termoplasztikus kompozíciók előállítására, amelyek alkalmazhatók azokon a területeken, ahol nagyon jó fizikai-mechanikai tulajdonságokkal rendelkező polimerek szükségesek, ilyen kompozíciókat egy speciális nagy ütésállóságú aromás vinil-polimernek a felhasználásával kapunk, összeférhetőséget növelő szerként olyan olefin elastomert használva, amely aromás vinil-polimerrel ojtott, és az ojtott fázisban az elastomernek és az aromás vinil-polimernek a molaránya egy meghatározott értéket mutat.

A találmányunk tárgyát így a fizikai-mechanikai tulajdonságok optimális kombinációjával rendelkező termoplasztikus kompozíciók képezik, amelyek tartalmaznak

- 40-80 tömeg%, 50 000-500 000 móltömegű aromás vinil-polimert (A), amely elastomer komponensként 0,5-5 tömeg% aromás vinil-monomer - konjugált dién lineáris tömbpolimert és 5-15 t% dién-kaucsukot tartalmaz;

– 5–50 tömeg%, 20 000–1 000 000 móltömegű poliolefin (B); és

– 10–50 tömeg%, 180 000–700 000 móltömegű olefin elasztomer (C), amely aromás vinil-polimerrel ojtott, és az aromás vinil-polimernek és az olefin elasztomernek az ojtott fázisban a mólaránya > 0,8;

– valamint adott esetben szokásos adalékanyagokat.

A találmány szerinti termoplasztikus polimer kompozíció az (A), (B) és (C) komponenseket előnyösen a következő arányokban tartalmazza a három komponens össztömegére vonatkoztatva:

– 50–70 tömeg% aromás vinil-polimer (A);

– 10–30 tömeg% poliolefin (B); és

– 10–40 tömeg% aromás vinil-polimerrel ojtott olefin elasztomer (C); és

az (A), (B) és (C) komponensek összege 100 tömeg%

A találmány szerinti termoplasztikus kompozícióban alkalmazott (A) aromás vinil-polimer az (I) általános képletű aromás vinil-monomerből – a képletben R jelentése hidrogénatom, vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, p értéke 0 vagy 1 és 5 közötti szám, Y jelentése halogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport – állítható elő, dién-kaucsuk és aromás vinil-monomer-konjugált, dién lineáris tömb polimer jelenlétében a megadott mennyiségben, adott esetben a szokásos gyökös polimerizációs katalizátorok jelenlétében.

A fenti általános képletnek megfelelő aromás vinil-monomerek például a következők: sztirol; metil-sztirol; mono-, di-, tri-, tetra- vagy pentaklór-sztirol, és a megfelelő alfa-metil-sztirol; a magban alkilezett sztirol, és a megfelelő alfametil-sztirol, így orto- vagy para-metil-sztirol, orto vagy para-etil-sztirol; orto- vagy para-metil-alfa-metil-sztirol. A monomereket használhatjuk önmagukban vagy egymással vagy más kopolimerizálható komonomerrel, így például maleinsavanhidriddel, akrilnitrillel, metakrilnitrillel, akrilsav vagy metakrilsav 1–4 szénatomos alkilészterével együtt.

A dién kaucsuk előnyösen 7–12 tömeg% mennyiségű, és lehet polibutadién, alacsony, magas vagy közepes viszkozitású trisz-polibutadién, polizoprén, butadién és/vagy izoprén sztirollal vagy más monomerekkel képzett kopolimerje.

Az aromás vinil-monomer-konjugált dién lineáris tömbpolimer előnyösen 2 és 5 tömeg% közötti mennyiségű. Ezek ismertek és kereskedelemben hozzáférhetők. A lineáris tömbpolimerek 20–75 tömeg%-ban aromás vinil-monomerből származó egységek, és ennek megfelelően 80 és 25 tömeg% közötti konjugált diénből származó egységet tartalmaznak.

A tömbpolimerek állhatnak tiszta tömbökből, vagy adott esetben tartalmazhatnak random vagy kúpos polimer szegmenseket (B/S), vagy állhatnak random és/vagy kúpos kopolimerekből.

Az előzőekben említett lineáris tömbpolimereket az Allen Noshay & James E. McGrath „Block Copolymers” 1977, 83–92. old, 186–192. old. irodalmi hely ismerteti. Ezeknek a lineáris tömbpolimereknek a tulajdonságaira, szerkezetére és jellemzőire vonatkozó to-

vábbi ismertetés található Holden és mtsai. „Thermoplastic Elastomers”, N. R. Legge és mtsai., 1987 irodalmi helyen.

Az említett típusú lineáris tömbpolimerek a kereskedelemben SOLPRENE[®] 1205, SOLPRENE[®] 308 és SOLPRENE[®] 314 név alatt hozzáférhetők, ezek a Philips Petroleum cég gyártmányai.

Az (A) aromás vinil-polimereket ismert szuszpenziós, tömbszuszpenziós vagy folyamatos tömb-polimerizációs eljárások szerint állíthatjuk elő.

Egy előnyös előállítási eljárás szerint az aromás vinil-monomert a szokásos szabad gyökös katalizátorok, dién kaucsuk és az említett tömbpolimer jelenlétében előpolimerizáljuk egy első reaktorban a bevitt monomer legfeljebb 50 tömeg% mennyiségű konverziójáig. Ezután a polimerizálást egy vagy több ezt követő reaktorban fejezzük be. Az így kapott polimerből ezután az illékony komponenseket eltávolítjuk, majd a polimert granuláljuk.

A találmány szerinti kompozícióban alkalmazható (B) poliolefinek ismertek. Ilyen polimerek például az etilén-, propilén- és butén-polimerek, valamint két vagy több ilyen monomerből képzett kopolimerek, és egy vagy több ilyen monomernek egy vagy több egyéb polimerizálható monomerrel képzett kopolimerje. A kopolimerizálható monomerek például az 5–25 szénatomos olefin monomerek, a kettőskötést tartalmazó telítetlen karbonsavak (mono- és bifunkciós karbonsavak), valamint ilyen savaknak a származékai, észterei és anhidridjei. A kopolimerizálható monomer lehet például akrilsav, metakrilsav, vinil-acetát, és maleinsavanhidrid. Előnyös kopolimerizálható olefin, amely legalább 50 tömeg% etilént, propilént és/vagy butént és különösen előnyösen legalább 75 tömeg% ilyen olefint tartalmaz.

Különösen előnyös poliolefin a polietilén, amely lehet lineáris, kissűrűségű polietilén (LLDPE) vagy közepes sűrűségű vagy nagysűrűségű polietilén. Ugyancsak alkalmazhatók egyéb poliolefinok, így polipropilén és polibutén, valamint etilén-propilén-kopolimerek és etilén-vinil-acetát (EVA) kopolimerek. A találmány szerinti kompozíció (C) komponense az olefin elasztomer, ez olyan anyag, amelyre az aromás vinil-polimer ojtva van, és valamilyen kaucsukszerű kopolimer, amelynek Mooney-viszkozitása 10–150 ML–4100 °C hőmérsékleten, legalább két különböző egyenes szénláncú alfa-mono-olefint, így etilént, propilént, butén-1-et, oktén-1-et tartalmaz, valamint tartalmaz legalább egy másik kopolimerizálható monomert, általában polién monomert, így nem-konjugált diént. Az alfa-mono-olefin előnyösen etilén és a másik alfa-mono-olefin hosszabb szénláncú.

Az etilénnek a kaucsukszerű kopolimerben a másik alfa-mono-olefinhez viszonyított tömegaránya általában 20/80 és 80/20 közötti. Különösen előnyös kopolimerek az etilén/propilén/nem konjugált dién terpolimerek, amelyekben a nem konjugált dién lehet ciklusos vagy aciklusos, így lehet 5-metilén-2-norbornén, etilidén-2-norbornén, 5-izopropilén-2-norbornén, pentadién-1,4, hexadién-1,4, hexadién-1,5, heptadién-1,5, do-

dekatrién-1,7,9, metil-heptadién-1,5, norbornadién-2,5, cikloooktadién-1,5, diciklopentadién, tetrahidroindén, 5-metil-tetrahidroindén. Az említett gumyszerű terpolimer diéntartalma mintegy 2-20 tömeg%, előnyösen 8-18 tömeg% dién-monomer egység. Különösen jó eredményeket kapunk, ha olyan gumyszerű terpolimert használunk, amelynek Mooney-viszkozitása (ML-4) 100 °C hőmérsékleten 30 és 90 közötti, jódszáma 5-nél nagyobb, előnyösen 10 és 40 közötti. A (C) komponensben az ojtott polimer az előzőekben definiált aromás vinil-polimer.

Az aromás vinil-polimert az elasztomer anyagra általánosan ismert ojtási technológiák szerint vihetjük fel. Így az olefin elasztomer komponens az aromás vinil-monomerrel vagy monomerekkel érintkeztetjük ismert tömb-oldat, szuszpenziós, tömb-szuszenziós vagy más típusú polimerizációs rendszerben.

Az ojtási reakció lehet szabadgyökös, azaz lefolyhat termikusan, kémiai úton vagy besugárzással iniciált módon, lehet anionos vagy Friedel-Crafts típusú.

A vinil-monomereknek olefin szubsztátumra való ojtására vonatkozó technológiai módszereket ismertek például a 3 489 822, 3 489 821, 3 642 950, 3 819 765, 3 538 190, 3 538 191, 3 538 192, 3 671 608, 3 683 050, 3 876 727 és 4 340 669 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás.

Az ojtásos polimerizációs eljárás során az aromás vinil-monomernek nem az összes mennyiségét ojtjuk a gumyszerű szubsztátumra, a monomer egy része szabad polimert képez, amely fizikai keverék formájában van együtt az ojtott polimerrel.

Az ojtott aromás vinil-polimernek a molekulatömege előnyösen mintegy azonos a nem ojtott polimer molekulatömegével.

A találmány szerint az aromás vinil-polimer/olefin elasztomer molarány az ojtott fázisban 0,8-nál magasabb, előnyösen 1 és 2 közötti.

Ezt az arányt úgy szabályozhatjuk, hogy az aromás vinilmonomernek az olefin elasztomerre való ojtásos polimerizálását különböző mennyiségű iniciátor, oldószer és/vagy láncátvivő szer jelenlétében folytatjuk le, mint azt az 1 007 901 számú olasz szabadalmi leírás, a La Chimica e l'Industria, 47. kötet, 4. szám, 1965 és 59. kötet, 7, 9 és 10. szám, 1977 irodalom ismerteti.

Az olefin hordozóra ojtott aromás vinil-polimer molekulatömege befolyásolhatja a kompozíció tulajdonságait. Kiváló eredményeket kapunk akkor, ha az aromás vinil-polimer molekulatömege 50 000-nél nagyobb, és 500 000-ig terjed, előnyösen molekulatömege mintegy azonos az (A) aromás vinil-polimer komponens molekulatömegével.

A találmány szerinti kompozíciók az (A), (B) és (C) komponensek mellett különböző adalékanyagokat tartalmazhatnak, amelyek a terméket erősítik. Ilyenek például az üvegszálak, a fémszálak, a szerves és szervetlen nagy modulusú szálak, a fémszálak, a szervetlen töltőanyagok, valamint tartalmazhatnak lángálló adalékot, színezéket, festékeket, stabilizátorokat, sfo-sítóanyagokat, ezek mind a szakirodalomból ismertek.

Az erősítő adalékanyagokat általában legfeljebb

50 tömeg%, előnyösen legfeljebb 30 tömeg% mennyiségben alkalmazzuk a kompozíció összetömegére vonatkoztatva.

Különösen előnyös erősítő adalékanyagok az üvegszálak, amelyek lehetnek kezeletlenek, vagy előnyösen szilánokkal vagy glutamátokkal az ilyenfajta szálak előállításánál ismert módon kezelték.

A találmány szerinti kompozíciókban alkalmazott stabilizátorok az aromás vinil-polimereknél és/vagy poliolefineknél ismert módon alkalmazott hőstabilizátorok vagy oxidációs stabilizátorok lehetnek. Ilyenek például a foszfitok, a foszfonitok, és a gátolt fenolok, ezeket a készítményhez 0,05–5 tömeg% mennyiségben adagoljuk.

A találmány szerinti készítményeket bármely ismert módon előállíthatjuk.

Általában a keverést olvadt állapotban előzetes szobahőmérsékleten történő összekeverést követően végzzük. Az idő és a hőmérséklet a készítmény összetételétől függ. A hőmérséklet általában 180 és 300 °C közötti.

Az eljárásban bármely ismert keverőberendezést alkalmazhatunk. Az eljárás lehet folyamatos vagy szakaszos. Lefolytathatjuk az eljárást egycsigás, kétcsigás extruderben, Banbury keverőben, keverő hengereken, Brabender plasztográfokban.

A találmány szerinti készítmények könnyen feldolgozhatók fröccsöntéssel vagy extrudálással, és a tulajdonságok olyan összességével rendelkeznek, amelyek alkalmasak nagy ütésállóságú, jó keménységű és kémiai ellenállóságú formatestek előállítására. Ezeknek a tulajdonságoknak a következtében a találmány szerinti kompozíciókat alkalmazhatjuk az élelmiszerek csomagolása, és azok hűtése során.

Találmányunk jobb megismerése céljából a következőkben a nem korlátozó kiviteli példákat mutatjuk be.

1–3. példa

Forgó dobbal rendelkező keverőberendezésben szobahőmérsékleten összekeverjük a következő komponenseket:

– ütésálló sztírol-polimer (A), amely diszpergált állapotban tartalmaz a polimer mátrixban 7,75 tömeg% polibutadién kaucsukot és 3 t% lineáris tömbpolimert (SOLPRENE[®] 1205 Phillips Petroleum cég terméke), amely 25 t% sztírolból és 75 t% butadiénből áll, és átlagos molekulatömege 75 000, ezt a komponens az 1. táblázatban megadott mennyiségben alkalmazzuk;

– lineáris, kissűrűségű polietilén (LLDPE) (B), amelynek sűrűsége 0,926 g/cm³, Melt indexe 0,7 g/10 perc (190 °C hőmérsékleten, 2,16 kg terhelésnél), az 1. táblázatban megadott mennyiségekben, és

– polisztirollal ojtott EPDM kaucsuk (C), amelynek összetétele: 50 tömeg% EPDM (Mooney-viszkozitása 62–72 ML-4100 °C hőmérsékleten, jódszáma 18), 42 tömeg% ojtott polisztirol és 8 tömeg% szabad polisztirol, amelynek átlagos molekulatömege (Mw) 273 000, és a polisztirol/elasztomer molarány az ojtott fázisban 1,14, ezt a komponens az 1. táblázatban megadott mennyiségben alkalmazzuk.

A keveréket Brabender plasztográfban homogenizáljuk, amely 50 ml-es kamrát tartalmaz, 200 °C hőmérsékleten.

A Brabender-ben a masztikálási sebesség 80 ford/perc, a keverék a plasztográfban 3 percig tartózkodik.

A kapott keveréket őröljük, 180 °C hőmérsékleten sajtoljuk, és jellemzőit meghatározzuk.

A kapott keverék jellemzőit az 1. táblázatban adjuk meg.

Az 1. táblázatban meghatározott jellemzőket a következők szerint vizsgáljuk.

Mechanikai jellemzők

Lemetszett próbatesten mért IZOD rugalmasság 23 °C hőmérsékleten ASTM D 256 szabvány szerint 3,2 mm vastag próbatesten; a szakadási nyúlást és a rugalmasságot ASTM D 790 szerint határozzuk meg.

Termikus tulajdonságok

A VICAT lágyulási hőmérsékletet 1 kg és 5 kg terhelésnél határozzuk meg olajban ISO 306 szabvány szerint.

1. táblázat

		1. példa	2. példa	3. példa
A komponens		75	66,7	58,3
B komponens		15	13,3	11,7
C komponens		10	20	30
Mechanikai tulajdonságok	Egységek			
IZOD	J/m	102	184	400
Szakadási nyúlás	N/mm ²	32,5	32	30
Rugalmassági modulusz	N/mm ²	1600	1550	1350
Termikus tulajdonságok				
VICAT 1 kg terhelésnél	°C	102	101,5	101
VICAT 5 kg terhelésnél	°C	89	88	83

A polisztirol/elasztomer mólarányt a (C) komponens ojtott fázisában úgy határozzuk meg, hogy először minden polisztiroltól eltérő (mind az ojtott, mind a szabad polisztiroltól eltérő) anyagot és az EPDM kaucsukot (mind az ojtott, mind a nem ojtott EPDM kaucsukot) eltávolítjuk. E célból 0,5 g (C) komponest feloldunk 5 m toluolban, és az oldathoz 3 ml acetont adunk. A polimereket 10 ml 2-propanol lassú adagolásával kicsapjuk. A keveréket centrifugáljuk, a tiszta oldószert leöntjük a csapadékról.

Ezután a szabad polisztirolt elválasztjuk az EPDM kaucsuktól és az ojtott kopolimertől szelektív kicsapással.

E célból az előzők szerint kapott csapadékot feloldjuk 5 ml toluolban. Keverés közben az oldathoz lassan hozzáadunk 7 ml metil-etil-eton/acetont (1:1 térfogatarányban), így finom diszperziót kapunk. A kapott

diszperzióhoz keverés közben lassan hozzáadunk 15 ml metanol/metil-etil-eton/acetont (1:2:2 térfogatarányban), míg fehér csapadék koagulálása kezdődik meg. A keveréket ezután centrifugáljuk, és a tiszta felülúszó folyadékot a csapadékról leöntjük. A felülúszó tartalmazza a szabad polisztirolt, amelyet gélpermeációs kromatográfiával jellemzünk. A csapadék tartalmazza a szabad EPDM kaucsukot is, valamint az EPDM-polisztirol ojtott kopolimert. Az ojtott résznek az egész anyaghoz viszonyított arányát infravörös spektroszkópiás úton határozzuk meg. A guminak az ojtott polisztirol százalékos mennyiségét ezután statisztikus módszerrel határozzuk meg az ojtott polimernek a gumi összetömegéhez viszonyított aránya, az EPDM kaucsuk molekulatömege és a polisztirol molekulatömege alapján, feltételezve, hogy a szabad polisztirolnak és az ojtott polisztirolnak azonos a molekulatömege. Ezt a statisztikai módszert L. H. Tung és R. M. Wiley, Journal of Polymer Science, Polymer Physics Edition, Volume 11, 1413. oldal, 1973 ismerteti.

4-6. példa

Az 1. példa szerint dolgozunk, és állítunk elő az 1. példában megadott komponensekből keveréket, azzal az eltéréssel, hogy az ojtott polisztirolt tartalmazó EPDM elasztomer (C₁ komponens) a következő összetételű: 50 tömeg% EPDM (Mooney viszkozitása 62-72 ML-4100 °C hőmérsékleten, jódszáma 18), 43 tömeg% ojtott polisztirol és 7 tömeg% szabad polisztirol, amelyek átlagos molekulatömege (M_w) 360 000, és a polisztirol/elasztomer mólarány az ojtott fázisban 1,2.

A kapott keverék jellemzői a következők:

2. táblázat

		4. példa	5. példa	6. példa
A komponens		75	66,7	58,3
B komponens		15	13,3	11,7
C komponens		10	20	30
Mechanikai tulajdonságok	Egységek			
IZOD	J/m	84	170	310
Szakadási nyúlás	N/mm ²	34	31	32,5
Rugalmassági modulusz	N/mm ²	1550	1500	1350
Termikus tulajdonságok				
VICAT 1 kg terhelésnél	°C	103	102	101
VICAT 5 kg terhelésnél	°C	90	86	80

7. példa

Az 1. példa szerint dolgozunk, és állítunk elő a következő komponensekből keveréket:

- 66,7 tömeg% 1. példa szerinti ütésálló aromás vinilpolimer,
- 13,3 tömeg% 1. példa szerinti polietilén és
- 20 tömeg% EPDM elasztomer, amely ojtott po-

lisztírozott (C_2 komponenst) tartalmaz, és összetétele a következő: 50 tömeg% EPDM (Mooney-viszkozitása 62–72 ML–4100 °C hőmérsékleten, jódszáma 18), 28 tömeg% ojtott polisztirol és 22% szabad polisztirol, amelyek átlagos molekulatömeg (M_w) 207 000 és a polisztirol/elasztomer mólarány az ojtott fázisban 1,1.

A keverék jellemzői a következők:

Mechanikai tulajdonságok	Egységek	
IZOD	J/m	149
Szakadási nyúlás	N/mm ²	31,5
Rugalmassági modulusz	N/mm ²	1500
Termikus tulajdonságok	Egységek	
VICAT 1 kg terhelésnél	°C	102
VICAT 5 kg terhelésnél	°C	86

8. és 9. példa (összehasonlító vizsgálatok)

Az 1. példa szerint dolgozunk, és állítjuk elő a következő összetételű keverékeket:

– 66,7 tömeg% 1. példa szerinti ütésálló polimer (A),
– 13,3 tömeg% 1. példa szerinti lineáris polietilén (B) és

– 20 tömeg% EPDM elasztomer, amely ojtott polisztirolt tartalmaz, és a 8. példában az ojtott polimer a következő összetételű: 50 tömeg% EPDM (Mooney-viszkozitása 62–72 ML–4100 °C hőmérsékleten, jódszáma 18), 47,4 tömeg% ojtott polisztirol és 2,6 tömeg% szabad polisztirol, amelyek átlagos molekulatömege (M_w) 1 320 000, és a polisztirol/elasztomer mólarány az ojtott fázisban 0,35; a 9. példában az ojtott polimer (C_4) a következő összetételű: 50 tömeg% EPDM (Mooney-viszkozitása 62–72 ML–4100 °C hőmérsékleten, jódszáma 18), 41,8 tömeg% ojtott polisztirol és 8,2 tömeg% szabad polisztirol, amelynek átlagos molekulatömege (M_w) 1 746 000 és a polisztirol/elasztomer mólarány az ojtott fázisban 0,18.

A kapott keverék jellemzői a következők:

3. táblázat

		8. példa	9. példa
A komponens		66,7	66,7
B komponens		13,3	13,3
C_3 komponens		20	–
C_4 komponens		–	20
Mechanikai tulajdonságok	Egységek		
IZOD	J/m	80	61
Szakadási nyúlás	N/mm ²	32	33
Rugalmassági modulusz	N/mm ²	1550	1600
Termikus tulajdonságok			
VICAT 1 kg terhelésnél	°C	101	102
VICAT 5 kg terhelésnél	°C	86	87

10–11. példa (összehasonlító vizsgálatok)

Az 1. példában leírtak szerint állítjuk elő a következő komponensekből a keveréket:

– 58,3 tömeg% sztírol polimer (A), amely kristályos sztírol homopolimer (A_1) és ütésálló sztírol polimer (A_2) és 7,75 t% polibutadién kaucsukot tartalmaz,
– 11,3 t% 1. példa szerinti polietilén (B) és
– 30 t% 1. példa szerinti EPDM elasztomer, amely ojtott polisztirolt tartalmaz (C).

A kapott keverék jellemzői a következők:

4. táblázat

		10. példa	11. példa
A komponens		58,3	–
B komponens		–	58,3
C_3 komponens		11,3	11,3
C_4 komponens		30	30
Mechanikai tulajdonságok	Egységek		
IZOD	J/m	78	172
Szakadási nyúlás	N/mm ²	35	26
Rugalmassági modulusz	N/mm ²	1600	1250
Termikus tulajdonságok			
VICAT 1 kg terhelésnél	°C	100	99
VICAT 5 kg terhelésnél	°C	82	78

12. példa

Az 1. példában leírtak szerint dolgozunk, azzal az eltéréssel, hogy lineáris, kis sűrűségű polietilén helyett azonos mennyiségű polipropilént használunk, ennek Melt-indexe 0,7 g/10 perc 190 °C hőmérsékleten, 216 kg terhelésnél.

A kapott keverék a következő jellemzőkkel rendelkezik:

IZOD	J/m	72
Szakadási nyúlás	N/mm ²	35
Rugalmassági modulusz	N/mm ²	1750
VICAT 1 kg terhelésnél	°C	104
VICAT 5 kg terhelésnél	°C	91

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Poliolefin és aromás vinil-polimer alapú, a fizikai, mechanikai és termikus tulajdonságokat optimálisan egyesítő termoplasztikus kompozíció, azzal jellemezve, hogy tartalmaz

– 40–80 tömeg%, 50 000–500 000 móltömegű aromás vinil-polimert (A), amely elasztomer komponensként 0,5–5 tömeg% aromás vinil-monomer – konjugált dién lineáris tömbpolimert és 5–15 t% dién-kaucsukot tartalmaz;

– 5–50 tömeg%, 20 000–1 000 000 móltömegű poliolefin

– 10–50 tömeg%, 180 000–700 000 móltömegű olefin elasztomert (C), amely aromás vinil-polimerrel ojtott, és az aromás vinil-polimernek és az olefin elasztomernek az ojtott fázisban a mólaránya > 0,8;

– valamint adott esetben szokásos adalékanyagokat.

2. Az 1. igénypont szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy tartalmaz

- 50–70 tömeg% aromás vinil-polimer (A);
- 10–30 tömeg% poliolefin (B); és
- 10–40 tömeg% aromás vinil-polimerrel ojtott olefin elasztomer (C); és

az (A), (B) és (C) komponensek összege 100 tömeg%

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy az aromás vinil-polimerben (A) a dién kaucsuk mennyisége 7–12 tömeg%.

4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy az aromás vinil-polimerben (A) az aromás vinil-monomer-konjugált dién lineáris tömbpolimer mennyisége 2–5 tömeg%.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy az aromás vinil-monomer-konjugált dién lineáris tömbpolimer 20–75 tömeg% aromás vinil-monomerból és ennek megfelelően 80–25 tömeg% konjugált diénből származó egységet tartalmaz.

6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy a lineáris tömbpolimer tiszta aromás vinil-monomer tömbökből és konjugált dién monomer tömbökből áll.

7. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy a lineáris tömbpolimer randomizált és/vagy kúpos (B/S) aromás vinil-monomer vagy konjugált dién polimer szegmenseket tartalmaz.

8. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy a lineáris tömbpolimer randomizált és/vagy kúpos (B/S) aromás vinil-monomerból és konjugált diénből álló kopolimert tartalmaz.

9. Az 1–8. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy poliolefinként etilént, propilént vagy butén-polimert tartalmaz.

10. A 9. igénypont szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy poliolefinként kis sűrűségű, nagy sűrűségű vagy közepes sűrűségű polietilént tartalmaz.

11. Az 1–10. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy az olefin elasztomer gumyszerű kopolimer, amelynek Mooney-viszkozitása 10–150 ML–4100 °C hőmérsékleten, és legalább két különböző egyenes szénláncú

alfa-mono-olefint és legalább egy másik kopolimerizálható polién-monomert, előnyösen nem konjugált diént tartalmaz.

12. A 11. igénypont szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy az alfa-mono-olefin etilén és a másik mono-olefin 3–8 szénatomos, és az etilénnek és a másik alfa-mono-olefinnek a tömegaránya 20:80 és 80:20 közötti.

13. Az 1–12. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy az olefin elasztomer etilén/propilén/ nem konjugált dién terpolimer, amelyben a diéntartalom mintegy 2–20 tömeg%, előnyösen 8–18 tömeg% a terpolimerre vonatkoztatva, és a terpolimer Mooney-viszkozitása (ML–4) 100 °C hőmérsékleten 30 és 90 közötti, és jódszáma 5-nél nagyobb, előnyösen 10 és 40 közötti.

14. Az 1–13. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy aromás vinil-polimerben (I) általános képletű monomert – a képletben

R jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport,

Y jelentése hidrogénatom, halogénatom, vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, és

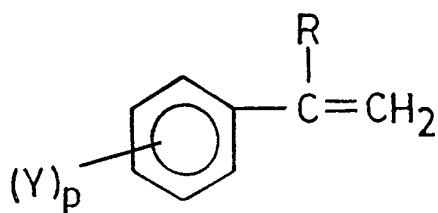
p értéke 0 vagy 1 és 5 között szám – tartalmaz.

15. Az 1–14. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy az aromás vinil-polimer/olefin elasztomer mólarány az ojtott fázisban 1 és 2 közötti.

16. Az 1–15. igénypontok bármelyike szerinti termoplasztikus kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy tartalmaz erősítő adalékanyagokat, lángálló adalékanyagokat, színezéket, festéket, stabilizátort és/vagy síkosítótanyagot.

17. A 16. igénypont szerinti termoplasztikus kompozíció, ahol a stabilizátor az aromás vinil-polimereknél és/vagy poliolefineknél általánosan alkalmazott típusú, és mennyisége a kompozíció össztömegére vonatkoztatva 0,05 és 5 tömeg% közötti.

18. A 16. igénypont szerinti termoplasztikus kompozíció, ahol az erősítő adalékanyag üvegszál, szén-szál, szerves vagy szervetlen nagy moduluszú szál, fémszál, és ezek mennyisége a kompozíció össztömegére vonatkoztatva legfeljebb 50 tömeg%, előnyösen legfeljebb 30 tömeg%.



(1)