



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

**231528**  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 08 K 5/34

(22) Prihlášené 27 11 82  
(21) (PV 8535-82)

(40) Zverejnené 26 08 83

(45) Vydané 15 12 86

(75)  
Autor vynálezu

DIMUN MILAN ing., PRIEVIDZA, ZEMAN SVATOPLUK ing.,  
MICHALOVCE, ŠUBERT JIŘI, GOTTWALDOV, MIKEL MIROSLAV,  
BISKUPICE, MALČOVSKÝ EUGEN ing. CSc., MOKRÝ JOZEF ing. CSc.,  
PRIEVIDZA

## (54) Modifikujúca zložka nadúvadla

1

2

Vynález sa týka použitia rozvetvených polyester-polyólov na báze vyšších tereftalových esterov pripravených z aromatických kyselín a/alebo ich metylesterov z časti alebo úplne vo forme zvyškov výroby dimetyltereftalátu a/alebo kyseliny zo skupiny ftalovej a jej derivátov, adipovej, jantárovej, glutarovej, hydroxykaprónovej a zmesi polyfunkčných alkoholov ako modifikujúcej zložky nadúvadla na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu v množstve 5 až 20 % hmot. na celkovú hmotnosť nadúvacej zmesi.

Vynález je možné využiť pri výrobe alebo aplikácii nadúvadla v chemickom plastikárskom alebo gumárenskom priemysle.

Vynález sa týka aplikácie polyéter-polyólov na báze vyšších tereftalových esterov ako modifikujúcej zložky nadúvadla.

Jednou z negatívnych vlastností termodynamicky nestabilných substancií, bežne aplikovaných v gumárskom a plastikárskom priemysle ako nadúvadla, je ich prašnosť, najčastejšie eliminovaná flegmatizáciou minerálnymi alebo silikónovými olejmi, alebo tiež vodou. Uvedené flegmantizanty, najmä voda, však v niektorých aplikáciach nadúvadiel nie sú žiadúce, nakoľko môžu nepriaznivo ovplyvniť kvalitu ľahčeného výrobku (napr. výrobkov z tvrdých epoxidových integrovaných pen).

V prípade 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu (kódové označenie DNPT), jedného z ekonomicky najdostupnejších organických nadúvadiel vôbec, je ďalšou negatívnou vlastnosťou vznik nepríjemne páchnucich produktov jeho temolýzy pri ľahčení najmä gumárskych výrobkov. Tvorbu týchto produktov je možné potlačiť aplikáciou aditív k nadúvadlu a/alebo gumárskej zmesi, schopných vystupovať ako reaktans v N-Mannichových kondenzáciach a/alebo ktoré majú charakter protogénnych substancií s relatívne nízkou tenziou par v oblasti teplôt 120 až 160 °C. Protogénny charakter majú aj polyesterpolyóly na báze vyšších tereftalátov.

Podľa tohto vynálezu rozvetvené polyester-polyóly na báze vyšších tereftalových esterov, pripravené z aromatických kyselín a/alebo ich metylesterov z časti alebo úplne vo forme zvyškov výroby dimetyltereftalátu a/alebo kyseliny zo skupiny ftalovej a jej derivátov, adipovej, jantárovej, glutarovej, hydroxykaprónovej a zmesi polyfunkčných alkoholov, sú použité ako modifikujúca zložka nadúvadla na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu v množstve 5 až 20 % hmot., s výhodou v množstve 15,3 % hmot. na celkovú hmotnosť nadúvacej zmesi.

Výhodou postupu podľa tohto vynálezu je technicko-ekonomická dostupnosť modifikátora, ktorý pri ľahčení vykazuje lepšie účinky, než doposiaľ v praxi aplikovaný etylénglykol (v zmesi s jemnozrnnou močovinou). Náhradou etylénglykolu je súčasne znížené zdravotné riziko v procese aplikácie nadúvadla a/alebo nadúvaní, nakoľko modifikátor podľa tohto vynálezu je podstatne menej toxický, ako etylénglykol.

Postup podľa tohto vynálezu nebol doposiaľ popísaný a je dokumentovaný nasledujúcimi príkladmi, ktoré však nevylučujú možnú variabilitu spôsobov aplikácie polyester-polyólov na báze vyšších tereftalátov v intenciách tohto vynálezu.

#### Príklad 1

K dispozícii je polyester-polyól na báze vyšších tereftalátov a zmesi glykolov s nasledujúcim atestom:

Číslo zmýdelnenia

223,00 mg hydroxidu draselného na 1 g vzorky;

Číslo kyslosti

2,59 mg hydroxidu draselného na 1 g vzorky;

obsah hydroxylových skupín — vyjadrený ako 479,9 mg hydroxidu draselného na 1 g vzorky;

viskozita (25 °C)

2,37 Pa . s

merná hmotnosť

1213,50 kg . m<sup>-3</sup>

obsah popoľa

0,13 % hmot.

obsah železa

5,215 . 10<sup>-3</sup> % hmot.

obsah kobaltu

0,165 % hmot.

obsah mangánu

0,035 % hmot.

Z týchto polyester-polyólov na báze vyšších tereftalátov a zmesi glykolov, technického 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu s obsahom 1,5 % hmot. vody a zrážaného uhličitanu vápenatého je pripravená polosypká zmes o zložení (% hmot.): 67,6 % 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, 16 % uhličitanu vápenatého, 1,1 % vody a 15,3 % polyester-polyólov na báze vyšších tereftalátov a zmesi glykolov. Táto zmes pri skladovaní po dobu 180 dní pri teplote 20 až 24 °C nejaví známky aglomerácie.

Pomocou izotermicky realizovanej špecifikácie indukčných periód vzbuchu (Tau) pre teplotné rozmedzie 190 až 220 °C sú v nadväznosti vypočítané aktivačné energie vzbuchu (E) a extrapolované hodnoty indukčných periód pre 100 (Tau<sub>100</sub>) a 200 °C (Tau<sub>200</sub>). Toto meranie je realizované s východiskom 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánom {DNPT}, s vlastnou zmesou a s komerčne v ČSSR vyrábanou zmesou Chempor PC-65 (obsahuje 65 % hmot. DNPT, 20,5 % hmot. komplexu močoviny s metylmočovinou, resp. metylénbismochovinou a 14,5 % hmot. vody) ako porovnávacím štandardom. Výsledky prezentuje nasledujúci tabelárny prehľad:

| Stabilitná charakteristika                     | Výchozí DNPT | Zmes podľa príkladu | Zmes Chempor PC-65 |
|------------------------------------------------|--------------|---------------------|--------------------|
| Aktivačná energia<br>(kJ . mol <sup>-1</sup> ) | 56,50        | 47,00               | 39,90              |
| Tau <sub>100</sub> (s)                         | 1801,8       | 983,8               | 761,4              |
| Tau <sub>200</sub> (s)                         | 38,4         | 40,0                | 16,1               |

## Príklad 2

Za použitia zmesi podľa príkladu 1 a porovnávacej zmesi Chempor PC-65 (zloženie vid' príklad 1) sú za štandardných podmienok pripravené dve gumárenské zmesi; pri tom vmiešavanie zmesi podľa príkladu 1 je lepšie ako Chemporu PC-65.

Vyhotovenie vulkanizačných charakteristik, realizované pomocou reometra „Mon-

santo Cone M-100“ pri teplote  $155 \pm 1$  °C prezentuje tabulka na str. 4.

Dezodoračné a rastové vlastnosti zmesi podľa príkladu 1 sú porovnateľné s dezodoračnými a rastovými vlastnosťami komerčnej zmesi Chempor PC-65.

Podľa skutočností v tabelárnom prehľade príkladu 1 a tabelárnom prehľade príkladu tohto (str. 4) vykazuje zmes podľa príkladu 1 lepšie užitkové vlastnosti ako komerčná zmes Chempor PC-65.

| Charakteristika vulkanizácie | Zmes podľa príkladu 1 | Zmes Chempor PC-65 |
|------------------------------|-----------------------|--------------------|
| M <sub>min</sub> (Nm)        | 4,8                   | 4,8                |
| M <sub>max</sub> (Nm)        | 14,0                  | 15,0               |
| t <sub>b</sub> 1 (s)         | 325                   | 270                |
| t <sub>v</sub> 90 (s)        | 860                   | 650                |
| t <sub>A</sub> (s)           | 230                   | 220                |

## Poznámky:

M<sub>min</sub> je minimálny krútiaci moment  
M<sub>max</sub> je maximálny krútiaci moment  
t<sub>b</sub> 1 je spracovateľská bezpečnosť

t<sub>v</sub> 90 je doba optimálnej vulkanizácie  
t<sub>A</sub> je doba počiatku uvoľňovania plynov (rozkladu nadúvadla v gumárenskej zmesi)

## PREDMET VYNÁLEZU

Použitie rozvetvených polyester-polyólov na báze vyšších tereftalových esterov, pripravených z aromatických kyselín a/alebo ich metylesterov z časti alebo úplne vo forme zvyškov z výroby dimetyltereftalátu a/alebo kyseliny zo skupiny ftalovej a jej derivátov, adipovej, jantárovej, glutarovej,

hydroxykaprónovej a zmesi polyfunkčných alkoholov, ako modifikujúcej zložky nadúvadla na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitróz-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu v množstve 5 až 20 % hmot., s výhodou v množstve 15,3 % hmot. na celkovú hmotnosť nadúvacej zmesi.