

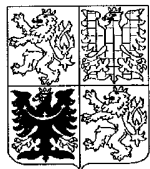
PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

1999 - 4513

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLUVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **13.12.1999**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **14.12.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/19857530**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **15.11.2000**
(Věstník č. 11/2000)

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 03 C 25/10

(71) Přihlašovatel:

BAYER AKTIENGESSELLSCHAFT, Leverkusen, DE;
BAYER ANTWERPEN N. V., Antwerpen, BE;

(72) Původce:

Audenaert Raymond, Hamme, BE;
Joachimi Detlev, Krefeld, DE;
Karch Alexander, Krefeld, DE;
Kirchmeyer Stephan, Leverkusen, DE;
Simon Joachim, Düsseldorf, DE;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hájkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Šlichtovací přípravky, šlichtovaná skelná vlákna
a jejich použití**

(57) Anotace:

Šlichtovací přípravky pro skelná vlákna sestávají ze 2 až 20 % hmotnostních ve vodě dispergovatelných, ve vodě emulgovatelných, nebo ve vodě rozpustných polyepoxidových, polyesterových, polyvinylacetátových, polyakrylátových a/nebo polyurethanových pryskyřic jako filmotvorných látek, 0,1 až 10 % hmotnostních organofunkčních alkoxyilanů jako látek zprostředkujících přilnavost, 0,1 až 20 % hmotnostních anorganických nebo organických nukleárních činidel, těžko rozpustných v polymerních taveninách, se střední velikostí částic < 300 nm a > 10 nm, která jsou za procesních teplot při zapracování šlichtovaných skelných vláken do polymerní taveniny chemicky inertní a tepelně stabilní, 0 až 5 % hmotnostních dalších obvyklých pomocných prostředků, 0 až 5 % hmotnostních přísad pro nastavení hodnoty pH v rozmezí 4 až 10 a vody jako zbytku do 100 % hmotnostních.

ADRA 100 000 000
advokát
120 00 PRAHA 2, Našeho 2

Šlichtovací přípravky, šlichtovaná skelná vlákna a jejich použití.

Oblast techniky

Předložený vynález se týká šlichtovacích přípravků, šlichtovaných skelných vláken a jejich použití.

Dosavadní stav techniky

Je známo, že vlastnosti kompozitních materiálů ze skleněných vláken a polymerů ve značné míře ovlivňuje pevnost ve střihu mezi skleněným vláknem a polymerem, který skleněné vlákno obklopuje, tak zvanou polymerní matricí. Úkolem šlichtování skleněných vláken je připravit toto spojení mezi skleněným vláknem a polymerní matricí a zároveň zajistit vyrobiteľnost a zpracovatelnost skleněných vláken. Jako šlichty se používají přípravky z vody, polymerního pojiva (tak zvané filmotvorné látky), prostředků ke zlepšení přilnavosti, kluzných prostředků, antistatik a dalších pomocných prostředků. Jako pojiva se obecně používají organické polyvinylacetátové, polyesterové, polyester-epoxidové, polyurethanové, polyakrylátové a polyolefinové pryskyřice, dispergovatelné nebo rozpustné ve vodě nebo jejich směsi.

Obecně se filmotvorné látky a látky ke zlepšení přilnavosti volí tak, aby se vytvořila afinita mezi polymerní matricí a filmotvornou látkou a vzniklo tak mechanické spojení mezi skleněným vláknem a polymerní matricí. Proto je zřejmé, že se šlichtovací receptury musí

optimalizovat na danou polymerní matici a že vlastnosti spojení citlivě reagují na změnu složení šlichtovacího přípravku.

U částečně krystalických termoplastů se může šlichtou také ovlivnit krystalinita (poměr oblastí krystalická/amorf-ní; krystalová morfologie) polymeru v oblastech, obklopu-jících skleněná vlákna.

U částečně krystalických termoplastů je známé, že organické nebo anorganické látky působí nukleačně, to znamená, že jsou zárodky pro růst krystalů částečně krysta-lických polymerů. Nukleační účinek spočívá na vzájemném působení (například stérické vzájemné působení, vazby vo-díkovými můstky) povrchů částic nukleačního činidla s po-lymerními řetězci. Polymerní řetězce se uspořádávají vzájemným působením na povrchu, čímž se iniciuje, popřípadě zlepšuje růst krystalů. Zárodkotvorné látky nebo nukleační činidla se používají při výrobě všude tam, kde je požado-váno urychlení krystalisace a/nebo homogenní tvorba zárod-ků. Homogenní tvorba zárodků vede normálně k malým krystalitům s jednotným rozdělením velikostí a může tak vést ke zlepšení mechanických vlastností, jako je houževnatost a pevnost. Zárodkotvorný účinek nukleačních činidel probí-há u sdružených těles, která obsahují skleněná vlákna, od matrice. Za podmínek výroby nukleovaných, skelnými vlákny ztužených těles, se nukleační činidlo přidává během compoundování jako pevná látka nebo ve formě koncentrátu a rovnoměrně se rozptýlí v matici.

Úkolem předloženého vynálezu je poskytnutí polymerních sdružených těles (sdružená tělesa z polymeru a skelných vláken) , která by měla obzvláště dobré mechanické vlast-

nosti, jako je například hoževnatost a pevnost.

Podstata vynálezu

Uvedený úkol může být překvapivě vyřešen specifickými šlichtovacími přípravky, popřípadě skelnými vlákny, která jsou těmito šlichtovacími přípravky potažena. Šlichtovací přípravky podle předloženého vynálezu obsahují vedle ve vodě dispergovatelných nebo ve vodě rozpustných polyepoxidů, polyesterů, polyvinylacetátů, polyakrylátů a/nebo polyurethanů jako filmotvorných činidel, organofunkčních silanů jako látek zprostředkujících přilnavost a dalších obvyklých součástí šlicht, organická nebo anorganická nukleační činidla s velikostí částic < 300 nm, těžko rozpustná v polymerních taveninách, obzvláště v polyamidech, v polypropylenu a v polybutylentereftalátu.

Těžko rozpustná se v této souvislosti rozumí, že do roztoku přechází jedno procento a méně nukleačního činidla.

Předmětem předloženého vynálezu tedy jsou šlichtovací přípravky pro skelná vlákna, sestávající ze

- a) 2 až 20 % hmotnostních, s výhodou 4 až 10 % hmotnostních, ve vodě dispergovatelných, ve vodě emulgovatelných nebo ve vodě rozpustných polyepoxidů, polyesterů, polyvinylacetátů, polyvinylakrylátů a/nebo polyurethanů jako filmotvorných látek,
- b) 0,1 až 10 % hmotnostních, s výhodou 0,3 až 2 % hmotnostních organofunkčních alkoksysilanů jako látek zprostředkujících přilnavost,

- c) 0,1 až 20 % hmotnostních, s výhodou 0,5 až 5 % hmotnostních, anorganických nebo organických nukleárních činidel, těžko rozpustných v polymerních taveninách, obzvláště v polyamidech, polypropylenu a polybutylen-tereftalátu, se střední velikostí částic < 300 nm a > 10 nm, výhodně < 150 nm, obzvláště výhodně v rozmezí 150 nm až 40 nm, která jsou za procesních teplot při zpracování šlichtovaných skelných vláken do polymerní taveniny chemicky inertní a tepelně stabilní,
- d) 0 až 5 % hmotnostních, s výhodou 0 až 1 % hmotnostní, dalších obvyklých pomocných prostředků, jako jsou například kluzné prostředky, antistatika, emulgátory, smáčedla a podobně,
- e) 0 až 5 % hmotnostních přísad pro nastavení hodnoty pH v rozmezí 4 až 10, optimální pro danou šlichtu (například organické nebo anorganické kyseliny nebo base) a
- f) vody jako zbytku do 100 % hmotnostních.

S výhodou se v případě složky c) jedná o nukleární činidlo, jako je například mastek, síran barnatý, oxid titaničitý, soli lithia, kalciumfenylfosfinát, natriumfenylfosfinát, fluorid vápenatý, soli organických kyselin (například deriváty kyseliny benzoové a tereftalové), sorbitol, deriváty sorbitolu, tanin, deriváty taninu a podobně.

Dalším předmětem vynálezu jsou šlichtovaná skelná vlákna, která jsou potažena šlichtovacím přípravkem podle

předloženého vynálezu.

Dalším předmětem předloženého vynálezu jsou sdružená polymerní tělesa, která obsahují skelná vlákna, potažená šlichtovacímí přípravky podle předloženého vynálezu.

Šlichtovaná skleněná vlákna podle vynálezu se používají ke zpevnění termoplastických a duroplastických polymerů, s výhodou termoplastických polyamidů, polypropylenu a aromatických polyesterů.

Nukleační účinek šlichtovacích přípravků podle předloženého vynálezu, popřípadě pomocí nich šlichtovaných skelných vláken ve sdružených tělesech je tím překvapivější, že dosud nebylo možné fixovat nukleační činidla tak na skelná vlákna, že při compoudování nedocházelo k separaci skelných vláken (střížnými silami způsobené mechanické odloučení). Separované částice nukleačního činidla způsobují totiž potom jako u obvyklých nukleovaných sdružených těles výhodnou krystalisaci v od skelných vláken vzdálenějších oblastech polymerní matrice.

U nukleačních činidel, která jsou v odpovídající polymerní tavenině rozpustné, probíhá mechanické uvolňování nukleačních částic v kombinaci s uvolňováním nukleačních částic na povrchu skelných vláken. Z toho konečně vyplývá rovnoměrné rozptýlení v matrici, tedy ne požadovaná výhodná krystalisace na povrchu skelných vláken. Při použití příliš malých nukleačních částic (velikost částic $\ll$ tloušťka filmu šlichty) nastává nebezpečí překrytí povrchu nukleujících částic šlichtou. Umístění částic na skelných vlákench je tím sice zaručeno, s nukleujícím účinkem povrchu částic však kvůli překrytí šlichtou není možno počítat.

Jako obzvláště vhodná se jeví nukleační činidla, jejichž velikost částic je v oblasti tloušťky filmu šlichty skelných vláken, tedy v rozmezí 4 nm až 200 nm . U anisometrických nukleačních činidel (například destičkovitých nebo jehlovitých) je třeba pod velikostí částic rozumět tloušťku, popřípadě průměr ; délka a šířka může u takto tvarovaných nukleačních činidel činit až několik μm (mikrometrů).

K výrobě šlichtovaných skelných vláken podle vynálezu jsou vhodné jak známé typy skel, používaných pro výrobu skleněného hedvábí, jako E-, A-, C- a S-skla, tak i výrobky typu skleněných snopků vláken. Mezi jmenovanými typy skel pro výrobu nekonečných skelných vláken mají na základě nepřítomnosti alkalií, vysoké pevnosti v tahu a vysokého modulu elasticity největší význam pro zpevňování plastů skelná vlákna typu E.

Ke šlichtování skelných vláken se tato vlákna opatří známými způsoby šlichtou sestávající ze

- a) 2 až 20 % hmotnostních, s výhodou 4 až 10 % hmotnostních, ve vodě dispergovatelných, ve vodě emulgovatelných nebo ve vodě rozpustných polyepoxidů, polyesterů, polyvinylacetátů, polyvinylakrylátů a/nebo polyurethanů,
- b) 0,1 až 10 % hmotnostních, s výhodou 0,3 až 2 % hmotnostních organofunkčních alkoxyasilanů,
- c) 0,1 až 20 % hmotnostních, s výhodou 0,5 až 5 % hmotnostních, anorganických nebo organických nukleačních

činidel, těžko rozpustných v polymerních taveninách, obzvláště v polyamidech, polypropylenu a polybutylen-tereftalátu, se střední velikostí částecek $< 300 \text{ nm}$ a $> 10 \text{ nm}$, která jsou za procesních teplot při zapracování šlichtovaných skelných vláken do polymerní taveniny chemicky inertní a tepelně stabilní,

- d) 0 až 5 % hmotnostních, s výhodou 0 až 1 % hmotnostní, dalších obvyklých pomocných prostředků, jako jsou například kluzné prostředky, antistatika, emulgátory, smáčedla a podobně,
- e) 0 až 5 % hmotnostních přísad pro nastavení hodnoty pH v rozmezí 4 až 10, optimální pro danou šlichtu (například organické nebo anorganické kyseliny nebo base) a
- f) vody jako zbytku do 100 % hmotnostních,

a potom se vysuší.

Šlichtovací přípravek může obsahovat další složky jako emulgátory, další filmotvorné pryskyřice, další prostředky pro zlepšení přilnavosti, kluzné prostředky a pomocné látky jako zesíťující prostředky nebo antistatické prostředky. Další prostředky pro zlepšení přilnavosti, kluzné prostředky a speciální pomocné látky, způsoby výroby šlichtovacích přípravků, způsob provádění šlichtování a následného zpracování skelných vláken jsou známy a popisuje je například K.L. Lowenstein, "The Manufacturing Technology of Continuous Glass Fibres", Elsevier Scientific Publishing Corp., Amsterdam, London, New York, 1983. Skelná vlákna se mohou šlichtovat libovolnými metodami, například s pomocí vhodných zařízení, jako například stříkacími nebo válcovými aplikátory. Na

skelná vlákna tažená velkou rychlostí ze zvlákňovacích trysek se mohou okamžitě po jejich ztuhnutí, to znamená ještě před navíjením, nanášet šlichty. Je ale také možné, šlichtovat vlákna v návaznosti na zvlákňovací proces ponořením do lázně.

Jako filmotvorné polyepoxidy jsou vhodné epoxidové pryskyřice, dispergované nebo emulgované ve vodě nebo rozpuštěné ve vodě. Jedná se přitom výhodně o epoxidové pryskyřice nemodifikované nebo modifikované pomocí aminů, kyselých skupin nebo hydrofilních neionických skupin na bázi diglycidyletherů dvojsytných fenolů jako pyrokatechin, resorcin, hydrochinon, 4,4 -dihydroxydifenyldimethylmethan (Bisfenol A), 4,4 -dihydroxy-3,3 -dimethyl-difenylypropan, 4,4 -di-hydroxydifenylylsulfon, glycidylestery dvojsytných, aromatických, alifatických a cykloalifatických karboxylových kyselin jako příkladně bisglycidylether anhydridu kyseliny ftalové nebo bisglycidylether kyseliny adipové, glycidylethery dvojsytných, alifatických alkoholů jako bisglycidylether butandiolu, bisglycidylether hexandiolu nebo bisglycidylether polyoxyalkylenglykolu a polyglycidylethery vícesytných fenolů, příkladně novolaků (reakčních produktů jednosytných nebo vícesytných fenolů s aldehydy, obzvláště formaldehydem, v přítomnosti kyselých katalyzátorů), tris-(4-hydroxyfenyl)methan nebo 1,1,2,2-tetra(4-hydroxyfenyl)ethan, epoxidové sloučeniny na bázi aromatických aminů a epichlorhydrinu, příkladně tetraglycidylmethyldianilin, N-diepoxypropyl-4-aminofenylyglycidylether, glycidylethery vícesytných aromatických, alifatických a cykloalifatických karboxylových kyselin, glycidylethery vícesytných alkoholů, příkladně glycerinu, trimethylolpropanu a pentaerythritu a další glycidylové sloučeniny jako trisglycidylisokyanurát. Jako chemická modifikace je příkladně vhodná adice aminů

nebo adice hydrofilních polyetherů, příkladně polyethylen-glykolů. Vhodné polyepoxidové disperze jsou popsány příkladně v EP-A 27 942, EP-A 311 894, US 3 249 412, US 3 449 281, US 3 997 306 a US 4 487 797. Výhodné jsou poly-esterepoxidy na bázi Bisfenolu A a novolaků, dispergované, emulgované nebo rozpuštěné ve vodě.

Polyurethanové filmotvorné látky jsou ve vodě dispergované, emulgované nebo rozpuštěné reakční produkty s výhodou difunkčních polyisokyanátů s výhodou difunkčními polyoly a případně s výhodou difunkčními polyaminy. Syntéza polyurethanových disperzí, použitelných stavebních prvků, způsob výroby a jejich vlastnosti jsou odborníkům známe a popisuje je případně Houben-Weyl "Methoden der organischen Chemie", svazek E 20, vydal H.Bartl a J.Falbe, Georg Thieme Verlag Stuttgart, New York 1987 na stranách 1587 až 1604, 1659 až 1681, 1686 až 1689.

Vhodnými isokyanáty pro polyurethanové filmotvorné látky jsou alifatické, cykloalifatické, aralifatické, aromatické a heterocyklické polyisokyanáty nebo libovolné směsi těchto polyisokyanátů jako příkladně 1,6-hexamethylendiisokyanát, 1-isokyanáto-3,3,5-trimethyl-5-isokyanátomethyl-cyklohexan, 2,4- a 2,6-toluiendiisokyanát, difenylmethan-2,4 - a/nebo -4,4 -diisokyanát.

Vhodnými polyoly pro polyurethanové filmotvorné látky jsou polyesterý jako příkladně reakční produkty s výhodou dvojsytných polyalkoholů jako příkladně ethylenglykol, propylenglykol, butylenglykol a hexandiol se s výhodou dvojsytnými polykarboxylovými kyselinami nebo jejich deriváty schopnými esterifikace jako příkladně kyselina jantarová, kyselina adipová, kyselina ftalová, anhydrid

kyseliny ftalové, kyselina maleinová a anhydrid kyseliny maleinové. Je možné použít také polyestery z laktonů, příkladně ϵ -kaprolaktam. Dále jsou vhodné polyetery, které se vyrobí příkladně polymerací epoxidů jako je příkladně ethylenoxid, propylenoxid nebo tetrahydrofuran se sebou samými nebo adicí epoxidů na startovací složky s vodíkovým atomem schopným reakce, jako je voda, alkoholy, amoniak nebo aminy.

Jako takzvané prodlužovače řetězce pro polyurethanové filmotvorné látky, to znamená s výhodou difunkční polyoly nebo polyaminy s molekulovou hmotností méně než 400 jsou obzvláště výhodné : dvojsytné polyalkoholy jako ethylenglykol, propylenglykol, butylenglykol, aminoalkoholy jako ethanolamin, N-methyldiethanolamin a difunkční polyaminy jako příkladně ethylendiamin, 1,4-tetramethylendiamin, hexamethylendiamin, 1-amino-3,3,5-trimethyl-5-aminomethylcyklohexan, bis-(3-aminopropyl)methylamin a hydrazin.

Vhodné jsou také epoxidové skupiny nebo chráněné isokyanátové skupiny (příkladně EP-A 137 427), obsahující polyurethanové disperze, emulze nebo roztoky.

Polyesterové disperze jsou s výhodou reakční produkty výše jmenovaných polyepoxidů s výše jmenovanými polykarboxylovými kyselinami, případně polyestery obsahujícími karboxylové skupiny (příkladně EP-A 27 942), které již neobsahují žádné epoxidové skupiny.

Vhodnými organofunkčními silany (b) jsou příkladně 3-aminopropyltrimethoxysilan, 3-aminopropyltriethoxysilan, 3-aminopropyltris-methoxy-ethoxysilan, 3-aminopropylmethyl-diethoxysilan, N-2-aminoethyl-3-aminopropyl-

trimethoxysilan, N-2-aminoethyl-3-aminopropyl-methyl-dimethoxysilan a N-methyl-3-aminopropyltrimethoxysilan, 3-mercaptopyltrimethoxysilan, vinyltriethoxysilan nebo vinyltrimethoxysilan a oligoazamidosilany, například od firmy WITCO.

Vhodnými nukleárními činidly (c) jsou například mastek, síran barnatý, oxid titaničitý, soli lithia, kalciumfenylfosfinát, natriumfenylfosfinát, fluorid vápenatý, soli organických kyselin (deriváty kyseliny benzoové a kyseliny ftalové), sorbitol, deriváty sorbitolu, tanin, deriváty taninu a podobně.

Navíc mohou šlichty obsahovat další složky (d) jako anionické, kationické nebo neionické emulgátory, další filmotvorné pryskyřice, kluzné prostředky jako příkladně polyalkylenglykolethery mastných alkoholů nebo mastných aminů, polyalkylenglykolestery a glycerinestery mastných kyselin s 12 až 18 uhlíkovými atomy, polyalkylenglykoly amidů vyšších mastných kyselin se 12 až 18 uhlíkovými atomy, polyalkylenglykolů a/nebo alkenylaminů, kvarterní sloučeniny dusíku, například ethoxylované soli imidazolinia, minerální oleje nebo vosky a pomocné látky jako zesíťující prostředky nebo antistatické prostředky jako příkladně chlorid lithný nebo chlorid amonný. Tyto další pomocné látky jsou odborníkům známe a popisuje je například K.L. Loewenstein, "The Manufacturing Technology of Continuous Glass Fibres", Elsevier Scientific Publishing Corp., Amsterdam, London, New York, 1983.

Skelná vlákna podle předloženého vynálezu jsou vhodná jako zpevňovací vlákna pro termoplastické polymery jako například polykarbonáty, polyamid-6 a polyamid-6,6, aroma-

tické polyestery jako polyethyltereftalát a polybutylen-tereftalát, polyurethany nebo polyarylsulfidy a duroplastické polymery, jako jsou nenasyčené polyesterové pryskyřice, epoxidové pryskyřice a fenolformaldehydové pryskyřice.

S výhodou se skelná vlákna podle předloženého vynálezu používají jako zpevňovací vlákna pro polyamidy, aromatické polyestery a polypropylen.

Předložený vynález je blíže objasněn následujícími příklady provedení.

Příklady provedení vynálezu

P ř í k l a d 1 a srovnávací P ř í k l a d 1
(Výroba šlichtovaných skelných vláken podle vynálezu)

Šlichty (složení viz tabulka 1) se nanesou za míchání na nešlichtovaná rozemletá skelná vlákna (Milled Fibers; získatelná například jako komerční produkt MF 7980 firmy Bayer AG, Leverkusen). Šlichtovaná skelná vlákna se následně se suší 10 hodin při teplotě 130 °C.

Tabulka 1

Složky šlichty Množstevní údaje v % hmot.	Příklad 1	Příklad 1 srovn.
Voda	86,1	86,7
80% kyselina octová	0,3	0,3
Silan A 1100 (obchodní produkt WITCO)	1,0	1,0
Baybond ^R PU 401 (obchodní produkt Bayer)	12,0	12,0
Mastek (velikost částic, d_{50} : 57 nm)	0,6	-

Výroba mastku, použitého ve šlichtě (velikost částic, d_{50} : 57 nm)

V následujícím je popsán způsob výroby používaného mastku, která se výhodně provádí tak, že se :

V 1900 ml deionisované vody za intensivního promíchávání pomocí laboratorního míchadla rozpustí 50 g polyvinylpyrrolidonu K17 (Luviskol K17) a 50 g oktylsulfátu sodného a k tomuto roztoku se přidá 500 g mastku A3 (firma Naintsch Mineralwerke GmbH, Graz) a homogenisuje se za použití intensivního míchacího systému (Ultra-Turrax).

Získaná suspence se za mokra rozmělní v míchaném kulovém mlýnu (Drais-PML-V/H firmy Draiswerke GmbH, Mannheim),

za použití kuliček z oxidu zirkoničitého o velikosti 0,3 až 0,4 mm (stupeň plnění rozmělnovacích těles 70 %, počet otáček míchadla 3000 min^{-1}) po dobu 120 minut.

Charakterisace částic se provádí pomocí ultraodstředivky (rozdělení hmotnosti) , přičemž se získají pro rozdělení hmotnosti následující hodnoty :

	d_{50}
Homogenisovaná suspence, velikost částic před mokrým rozmělnováním	0,99 μm
Velikost částic po mokrém rozmělnování (210 minut)	57 nm

Při tom znamená (pro velikost částic homogenisované suspence před rozmělnováním za mokra) d_{50} , že 50 % všech částic není větších než 0,99 μm . Jako částice se v této souvislosti rozumí jak primární částice, tak také agregáty, popřípadě aglomeráty.

Při tom znamená (pro velikosti částic po rozmělnování za mokra) d_{50} , že 50 % všech částic není větších než 57 nm. Jako částice se v této souvislosti rozumí jak primární částice, tak také agregáty, popřípadě aglomeráty.

P ř í k l a d 2

(Použití šlichtovaných skleněných vláken podle vynálezu)

70 hmotnostních dílů polyamidu 6 (Durethan^R B29, komerční produkt firmy Bayer AG, Leverkusen) a 30 hmotnostních dílů šlichtovaných skelných vláken podle příkladu 1, případně srovnávacího příkladu 1, se na dvoušnekovém extruderu (ZSK 32 firmy Werner & Pfleiderer) při teplotě extruze 250 °C extruduje na formovací hmotu a granuluje. Z formovací hmoty se na obvyklém vstřikovacím lisu vyrobí zkušební tyčky 80 x 10 x 4 mm a tyčky pro zkoušku tahem. Zkouší se pevnost v ohybu podle ISO 178, pevnost v tahu podle ISO 527 a rázová houževnatost při teplotě místnosti podle IZOD (ISO 180/IC).

Výsledky jsou uvedené v následující tabulce 2.

Tabulka 2

Použijí se	Pevnost v ohybu [MPa]	Pevnost v tahu [MPa]	Rázová hou- ževnatost [kJ/m ²]	modul v ohybu [MPa]
Skelná vlákna z příkladu 1 (mastek obsahu- jící šlichta)	174	99	24,4	6470
Skelná vlákna ze srovnávacího příkladu 1 (šlichta bez mastku)	165	94	22,9	6020

P ř í k l a d 3

(Polarisační mikroskopická zkouška tvarových hmot, obsahujících skelná vlákna, na vyhřívaném stole)

Tenký řez compoundováním odpovídající šlichtovaná skelná vlákna obsahující Polyamid 6-sloučeniny se při následujícím teplotním programu na vyhřívaném stole polarisačního mikroskopu mezi polarisátory roztaví, temperuje a opět ochladí :

Teplota místnosti -> 60 °C/min -> 250 °C udržováno 6 min
40 °C/min -> 205 °C udržováno 5 min
60 °C/min -> 250 °C udržováno 6 min
40 °C/min -> 205 °C udržováno 5 min
60 °C/min -> 250 °C udržováno 6 min)
40 °C/min -> 205 °C měření/pozorování

Za identických podmínek ochlazování se po určitých dobách chlazení fotograficky dokumentuje zobrazení jevu (viz obr. 1 a 2). Mastek obsahující vzorek vykazuje jednoznačně od skelných vláken vycházející transkrystalisaci, to znamená, nukleace je na povrchu skla podstatně silnější než v polymerní matrici. Na obr. 1 jsou fotografické snímky šlichtovaných skelných vláken bez mastku po 3, 4 a 5 minutách (1a, 1b a 1c) a na obr 2 jsou fotografické snímky šlichtovaných skelných vláken s mastkem po 3, 4 a 5 minutách (2a, 2b a 2c) .

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Šlichtovací přípravky pro skelná vlákna, sestávající ze
 - a) 2 až 20 % hmotnostních ve vodě dispergovatelných, ve vodě emulgovatelných nebo ve vodě rozpustných polyepoxidových, polyesterových, polyvinylacetátových, polyakrylátových a/nebo polyurethanových pryskyřic jako filmotvorných látek,
 - b) 0,1 až 10 % hmotnostních organofunkčních alkoksysilanů jako látek zprostředkujících přilnavost,
 - c) 0,1 až 20 % hmotnostních anorganických nebo organických nukleárních činidel, těžko rozpustných v polymerních taveninách, se střední velikostí částic $< 300 \text{ nm}$ a $> 10 \text{ nm}$, která jsou za procesních teplot při zapracování šlichtovaných skelných vláken do polymerní taveniny chemicky inertní a tepelně stabilní,
 - d) 0 až 5 % hmotnostních dalších obvyklých pomocných prostředků,
 - e) 0 až 5 % hmotnostních přísad pro nastavení hodnoty pH v rozmezí 4 až 10 a
 - f) vody jako zbytku do 100 % hmotnostních.
2. Šlichtovací přípravky podle nároku 1 ,
v y z n a č u j í c í s e t í m , že se u komponenty c)

jedná o mastek.

3. Šlichtovaná skelná vlákna,
v y z n a č u j í c í s e t í m , že jsou šlichtovaná
pomocí šlichtovacích přípravků podle nároku 1 nebo 2 .

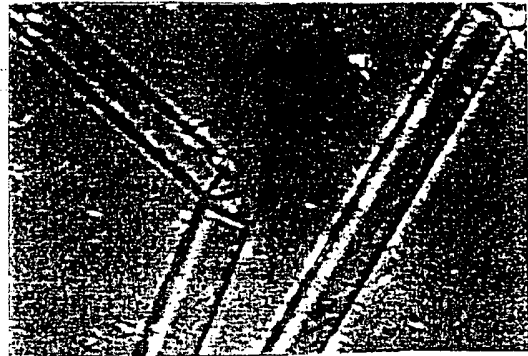
4. Použití šlichtovaných skelných vláken podle nároku 3
pro zpevňování termoplastických a duroplastických polymerů,
výhodně termoplastických polyamidů, aromatických polyesterů
a polypropylenu.

13.12.99

obr. 1a



obr. 2a



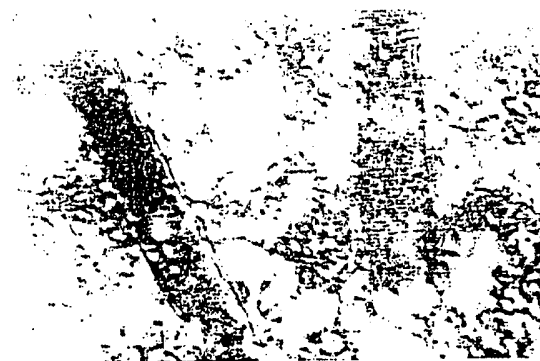
obr. 1b



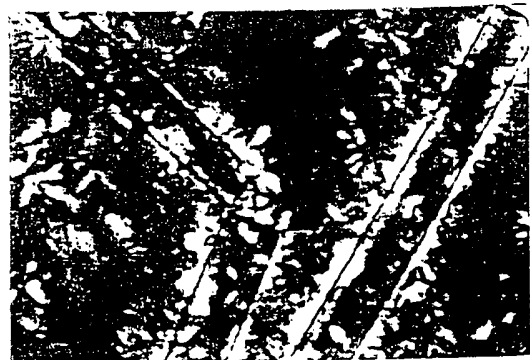
obr. 2b



obr. 1c



obr. 2c



21μm

21μm