

(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

209 670 B

(21) A bejelentés száma: 391/90
(22) A bejelentés napja: 1989. 12. 20.
(30) Elsőbbségi adatok:
P 38 43 482 1988. 12. 23. DE
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/EP 89/01571
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 90/07607

(51) Int. Cl.⁵

D 06 N 1/00

D 06 N 3/16

(40) A közzététel napja: 1992. 02. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1994. 10. 28. SZKV 94/10

(72) Feltalálók:

Spiess, Karl-Heinz, Much (DE)
Höver, Alexander, Troisdorf (DE)
Simon, Manfred, Niederkassel (DE)
Lapp, Jakob, Troisdorf (DE)
Zündorf, Wilhelm, Troisdorf (DE)

(73) Szabadalmas:

Hüls Troisdorf Ag., Troisdorf (DE)

(74) Képviseelő:

DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54) Eljárás sík alakú lemezek, így padló- és falburkolatok előállítására olajból

(57) KIVONAT

A találmány szerinti eljárás során

- a) 20–40 t% egy vagy több olaj, amely
- a₁) természetes olajból, így len-, fa-, szója- vagy egyéb természetes olajokból vagy azok elegyéből készített standolaj,
- a₂) polimerizált, mesterséges vagy természetes olaj, amelynek átlagos molttömege 500 és 7000 közötti, 20 °C-on mért dinamikai viszkozitása >0,5 [Pa.s] és jódszáma (Wijs) > 200 [g/100 g],

b) 50–75 t% töltőanyag és

c) peroxid(ok)

keverékét 200–280 °C közötti hőmérsékleten részben polimerizált, részben térhálósított I. köz-benső terméké alakítanak (első reakciófázis), ezt aprítják és – adott esetben további kötőanyag és adalékanyag adagolása mellett tovább térhálósítják, illetve polimerizálják – sík alakú lemezzé dolgozzák fel.

A találmány tárgya eljárás sík alakú lemezek, így padló- vagy falburkolatok, különösen többszínű, strukturált padlóburkolatok előállítására nagyrészen természetes alapanyagokból. Itt meg kell különböztetni egyrészt homogén burkolatokat, amelyek teljes keresztmetszeten át azonos összetételűek, másrészt társított termékeket, amelyek kopásálló felső, ún. használati réteg és pl. textíliából álló alsó réteg kombinációjából állnak. A padlóburkolat minősége szempontjából a fizikai tulajdonságok, így rugalmasság (hajlíthatóság) és kopásállóság ugyanolyan fontosak, mint az optikai tulajdonságok (mintázhatóság, színezhetőség), a fiziológiai elviselhetőség, valamint a környezetre nézve semleges eldobhatóság.

Az ismert szintetikus padlóburkolatok használati rétegei többnyire töltőanyagok és kötőanyagok keverékéből állnak; kötőanyagként főleg lágyítót tartalmazó PVC került előtérbe (Ullmann, 4. kiadás, 12. köt., 23. oldaltól). Főleg a homogén PVC-padlólemez tulajdonságai kiválóak, így a kopásállóság nagy, a rugalmasság jó, a ridegtörésre való hajlam kicsi, a ragasztthatósága, hegeszthetősége kiváló, ráadásul a mintázhatósága is sokoldalú. A lágyító- és klórtartalom miatt a PVC-padlólemez azonban egyre jobban ki van téve a kritikának.

Túlnyomó részben természetes anyagokból álló padlóburkolat a linóleum. A 100 évvel ezelőtt kifejlesztett eljárás a mai napig sem változott lényegesen. Lenolajat vagy egyéb olajat (repce-, répa-, szója-, hal- vagy tallolajat) szikkatív (kobalt-, mangán-, ólom- vagy cinkvegyület) és levegő jelenlétében hosszabb időn keresztül (10 vagy több órán át) 100–200 °C-on tartják. Az így kapott linoxinhoz gyantát, így fenyőgyantát, továbbá szerves töltőanyagokat, pl. parafalisz- tet és falisztet adnak, és a keveréket több órán keresztül melegítve linólev-cementté oxidálják. A linólev-cementet kalanderrel lemezzé hengerlik, jutával erősítik, majd hosszadalmas autooxidációs folyamatban melegítőkamrákban 60–70 °C-on 10–14 napon keresztül érlelik. A folyamatot gyorsító nehézfém vegyületek ellenére az eljárás igen időigényes.

Az 58 318 sz. német közzétételi iratból ismert, hogy a lenolaj kence száradása oxigént leadó vegyszerrel, így klórmésszel, krómsavval stb. gyorsítható. Az említett oxidálószer ipari alkalmazásra azonban nem alkalmasak, a termék minőségét is rontják, így ez a módszer a gyakorlatban nem terjedt el.

Annak ellenére, hogy a linóleum majdnem teljesen természetes anyagokból áll, a nehézfém tartalom (0,5–2 t%) miatt a végleges eldobása problémás. Emellett fizikai tulajdonságai, így a rugalmasság, kopásállóság és szakadási nyúlás a PVC-padlólemezét nem éri el. A linóleum rideg is, ezért homogén lemezt nem lehet készíteni belőle. A linóleum színesíthetősége, mintázhatósága a PVC-lemezeké mögött lemarad.

A találmány feladata síkalakú lemezek, így padló- vagy falburkolatok előállítására alkalmas eljárást kifejleszteni, amellyel nehézfém- és halogén vegyületek felhasználása nélkül nagy rugalmasságú és jó kopásálló, nagy szakító nyúlással és kis ridegséggel rendelke-

ző burkolat állítható elő, amely sokoldalúan színezhető és mintázható. A találmány további célkitűzése az, hogy legnagyobb mértékben természetes eredetű anyagok kerüljenek felhasználásra anélkül, hogy emiatt hosszadalmas, időigényes technológiát kellene alkalmazni (mint pl. a linóleum előállítása esetén).

A találmány a fenti feladatot az alábbi eljárási lépésekkel oldja meg:

a) 20–40 t% egy vagy több olaj, amely
a₁) természetes olajból, így len-, fa-, szója- vagy egyéb természetes olajokból vagy azok elegyéből készített standolaj,
a₂) polimerizált, mesterséges vagy természetes olaj, amelynek átlagos molttömege 500 és 7000 közötti, 20 °C-on mért dinamikai viszkozitása >0,5 [Pa.s] és jódszáma (Wijs) > 200 [g/100 g],

b) 50–75 t% töltőanyag és

c) peroxid(ok)

keverékét 200–280 °C közötti hőmérsékleten részben polimerizált, részben térhálósított I. közbenső terméké alakítunk, ezt aprítjuk és – adott esetben további kötőanyag és adalékanyag adagolása mellett tovább térhálósítjuk, illetve polimerizáljuk – sík alakú lemezzé dolgozzuk fel.

A találmány kiindulási pontja az előkezelt, (elő)polimerizált, nagy viszkozitású természetes olaj, így a lenolajból vagy len- és faolajból készített, 10–100 Pa.s viszkozitású (20 °C-on) standolaj és/vagy megfelelő szintetikus olaj, ahol az utóbbiaknak az átlagos molttömege 500 és 7000 közötti, 20 °C-on mért dinamikai viszkozitása >0,5 [Pa.s] és jódszáma (Wijs) >200 [g/100 g].

A telítetlen kiindulási olajokat az első eljárási lépésben töltőanyagokkal, peroxiddal és adott esetben pigmentekkel összekeverjük és a kapott pasztát mintegy 200–280 °C-on I. közbenső terméké alakítjuk; ennek során az olaj polimerizálódása és térhálósódása tovább halad.

Töltőanyagként szerves vagy szervetlen, szemcsés vagy szálas anyagokat alkalmazhatunk. Szerves töltőanyagok lehetnek: parafalisz, facsiszolat, kókusz- vagy gyapotszálak, keményítő; szervetlen töltőanyagok lehetnek például kréta, kaolin, darált horzsakő.

Peroxidként előnyösen szerves peroxidokat alkalmazunk, különösen az alábbi táblázatban felsoroltakat:

Peroxid	lomlási hő- mérséklet °C*
n- butil-4,4'-bisz(t-butilperoxi)-valerát	140–160
1,1-bisz(t-butilperoxi)-3,5,5-trimetil-ciklohexán (Luperox 231)	135–180
bisz(2-t-butilperoxi-izopropil)-benzol (Luperco 802)	170–210
d,d'-bisz(t-butilperoxi)-m/p-diizopropilbenzol	140–185
t-butil-per-3,5,5-trimetil-hexanoát (Liperox 270) bisz(terc.butilperoxiizopropil-benzol) Per- cadox 14–90/K)	150–190

Peroxid	bomlási hőmérséklet °C*
di-(izopropil-benzil)-peroxid (Luperoco 540)	160–205
terc-butil-per-etilhexanoát (Luperox 26 R)	100–140
terc-butil-perbenzoát (Luperox P)	130–175
2,5-dimetil-2,5-bisz-(t-butil-peroxi)-hexán (Luperox 101)	170–210
2,5-dimetil-2,5-di-(t-butilperoxi)-hexin-3 (Luperox 130)	180–240
etil-3,3-bisz-(t-butilperoxi)-butirát (Luperco 233)	155–200
di-terc-butilperoxid (Trigonox B)	180–240
benzoil-peroxid (Luperco AST)	150
di-benzoil-peroxid (Lucidol)	120–150
di-lauroil-peroxid (Interox)	80–120

* a gyártó által javasolt térhálósítási hőmérséklet

Meglepő módon azt tapasztaltuk, hogy az első eljárási lépés hőmérsékletének a peroxid bomlási hőmérsékletét lényegesen, előnyösen 20–130 °C-kal meg kell haladnia.

A töltőanyagból, olajból és peroxidból álló pasztaszerű keveréket például kenőkéssel teflonszalagra vihetjük 2–5 mm vastagságban, és a szalagot folyamatosan fűtött alagúton keresztül vezetjük, ahol 2,5–3 órán keresztül 250 °C-on reagáltatjuk a masszát. A massa reakcióhőmérséklete előnyösen 20–130 °C-kal meghaladja az adott peroxid bomlási hőmérsékletét.

A hőkezeléstől megszilárdult lepény lehűlés után őrlhető, a kapott I. közbenső terméket feldolgozhatjuk.

A keveréket azonban a komponensek összekeverése után például Eirisch-féle keverőben vagy gyűrős keverőgépben 210–220 °C-on 30–50 perc alatt reagáltathatjuk. Ömleszthető I. közbenső terméket kapunk.

Végül a polimerizálást, illetve részbeni térhálósítást hengerszéken is végezhetjük 210 °C-on, 40–60 perc alatt.

A feldolgozás folyamatát ún. nyíró hengerszéken is végezhetjük 230 °C és 250 °C közötti hőmérsékleten. A nyíró hengerszék nyitott kettős csigaextruder, amelynek a kívülről hozzáférhető, profilozott, egymással szemben dolgozó nyíróhengere van. Az előkevert anyagot folyamatosan betápláljuk a hengerrésbe, míg a reakcióterméket a hozzákapcsolt granuláló egység ugyancsak folyamatosan egyenletes granulátummá alakítja. Zárt kétcsigás extruder szintén alkalmazható.

A kémiai folyamat exoterm, azaz hő szabadul fel. A reakció után a terméket hűteni kell. Hűtőközegként levegőt is, vizet is alkalmazhatunk. Az első eljárási lépés során, azaz az I. közbenső termék előállításakor főleg zárt berendezések (gyűrőgép, zárt kétcsigás extruder) alkalmazásakor a hőmérsékletet gondosan szabályozni kell, nehogy a közbenső termék túlhevüljön.

A természetes olaj peroxiddal gyorsított előpolime-

rizálódásakor még gyorsítókat és rugalmasság-növelő adalékot, például akrilátokat (hexándiol-deakrilát, HDDA), citromsavat, gyapjúszírt, terpént adagolhatunk. Csak a peroxidok adagolása teremti az előfeltételeit az ilyen rendszerek gyors reakcióképességének. Ha természetes olajat, így len-, szója-, repce-, hal- vagy faolajat, vagy levegővel előállított reakcióterméküket, a fűvóolajokat reagáltatjuk, a találmánnyal szemben nem száraz előpolimerizátumot, hanem viszkózus vagy ragacsos terméket kapunk.

A leírtak szerint kapott közbenső terméket a leg egyszerűbb esetben a linóleum-cementhez hasonlóan dolgozzuk fel, azaz jutából szőtt textíliával társítjuk. Az így kapott termék ugyanolyan rideg, mint a linóleum, amellyel szemben azonban azzal az előnnyel rendelkezik, hogy nem tartalmaz nehézfémeket; előállítására rövidebb időt vesz igénybe.

Meglepő módon azt találtuk, hogy a találmány szerint előállított, lényegében előpolimerizált és részben térhálósított olajból és töltőanyagból álló granulált vagy szemcsézett közbenső termék elasztomerek, előnyösen természetes kaucsuk, további töltőanyag, valamint térhálósító előnyösen peroxid adagolásával rugalmas terméké dolgozható fel, amelynek tulajdonságai a linóleum tulajdonságait lényegesen felülmúlják.

A közbenső terméket elasztomerrel, így mesterséges vagy természetes kaucsukkal és/vagy mesterséges vagy természetes kaucsuk-latex-szel, szerves vagy szervetlen töltőanyagokkal, térhálósítóval és adott esetben pigmentekkel (színezékekkel) összekeverjük és emelt hőmérsékleten tovább térhálósítjuk illetve polimerizáljuk (2. eljárási lépés). Poliolefinok adagolásával a fizikai tulajdonságok még javulnak.

Előnyös az alábbi összetétel:

a') 5–70 t% I. közbenső termék

b') 5–60 t% természetes vagy szintetikus elasztomer, így természetes kaucsuk-latex, szintetikus kaucsuk-latex, természetes kaucsuk, szintetikus kaucsuk, EPM, EPDM,

c') 10–70 t% töltőanyag

d') 0,5–7 t% térhálósító(k), mégpedig

d₁') kéntartalmú térhálósító,

d₂') peroxid,

amelynek komponenseit összekeverjük és emelt hőmérsékleten térhálósítjuk, illetve polimerizáljuk.

Alkalmazhatók például a kagetex, revertex és revultex nevű természetes kaucsuk-latexek, az előpolimerizált olajokkal, valamint töltőanyagokkal, így krétával, kaolinnal, térhálósítóként peroxiddal, esetleg színezékekkel együtt. A pasztaszerű keveréket kenőkéssel végtelenített szalagra vagy jutából szőtt textíliára kenjük. A fűtött alagútban a víz elpárologhat, amikor is a jobb elpárolgás érdekében a felületeket tűkkel szurkálhatjuk. Ezt követően a felületet pecsét-hengerrel mintázhatjuk, majd az anyagot végképp térhálósítjuk.

A paszta hengerszéken vagy nyíróhengeren is feldolgozható 100–140 °C-on. A hengerről levágott anyagot 140 °C-on lemezzé préseljük és térhálósítjuk. Nyíróhengermű esetén a keletkező granulátu-

mot, különbözőképpen színezve, egy vagy több extruderen keresztül, vagy kettős szalagpréssén vagy recézett felületű hengerműven keresztül, adott esetben pecsétengerrel felületű mintát nyomva színes márványmintájú padló-burkolattá dolgozzuk fel. A kaucsuk-latex helyett szilárd halmazállapotú nyers kaucsukot alkalmazhatunk. A kaucsuk bálát vágjuk és őröljük, és az így keletkezett morzsákból a többi adalékanyaggal együtt előállított száraz keveréket extruderrel, hengerszéken, nyíróhengeren stb. dolgozhatjuk fel.

Az eljárás 2. lépésében szereplő térhálósítás előnyösen peroxiddal történik, amikor is a massa hőmérséklete esetenként a gyártó által megadott térhálósítási hőmérséklet alatt is maradhat.

Adott esetben a 2. eljárási lépésben térhálósító szerként kén tartalmú vegyületeket is alkalmazhatunk.

Utak a találmány kivitelezéséhez

1. példa

1a) 24,9 t% lenolaj-standolaj (viszkozitás 80 [Pa.s], gyártó: Vereinigte Uerdinger Ölwerke, kereskedelmi név: lenolaj-standolaj 800),

1,25 t% gyapjúzsír,

0,5 t% 2,5-dimetil-2,5-di-(t-butilperoxi)-hexán mint peroxid (Luperox 101, gyártja: Luperox GmbH, Grünzburg),

1 t% facsiszolat (C 120 F, gyártja: Cellulose-Füllstoff-Fabrik, Mönchengladbach),

2 t% dipentén

1,6 t% citromsav,

67,75 t% kréta (Juraperle MHM, Ulmer Füllstoff Vertrieb)

1 t% piros színezék

keveréket bolygókeverőben 5 perc alatt pasztává homogenizáljuk. A pasztát kenőkéssel 2,2 mm vastagságban végtelenített teflonszalagra kenjük és 4 m hosszú, 255 °C-ra fűtött csatornában 0,15 m/perc sebességgel mozgatva hőkezeljük. A csatornából kilépő száraz anyagot hűtjük, majd darabokra törjük és őröljük (1 mm-es szita).

Az őrölt I. (1a) közbenső terméket az alábbi mennyiségű és minőségű adalékokkal kenhető pasztává alakítjuk:

1b) 20 t% 1a) előtermék

49 t% kaucsuk-latex (Kagetex FA 60%-os, forgalmazza: Kautschuk Gesellschaft Frankfurt)

2 t% vulkanizáló segédanyag (Suplon 182 T, gyártja: Synthomer Chem.),

2 t% facsiszolat (C 120 F)

25 t% kaolin (RC 32 K, Sachtleben Chemie GmbH),

2 t% kén vulkanizálószer (MC 12 V, gyártja: Synthomer GmbH, Frankfurt)

A kenhető pasztát kenőkéssel 3 mm vastagságban juta szőttesre kenjük, 150 °C-on 20 percen keresztül szárítjuk, tűhengerrel folyamatosan perforáljuk, majd csatornán további 20 percen át 150 °C-on tartjuk. Az így kapott sík alakú termékből négyzeteket vágunk ki,

ezeket 150 °C-on, 100 bar nyomáson 5 percen keresztül préseljük.

Textíliával erősített rugalmas csempét kapunk.

2. példa

2a) 29,3 t% faolaj-lenolaj-standolaj (faolaj-lenolaj-standolaj 90/10, Vereinigte Uerdinger Ölwerke)

0,66 t% területjavító (Byk 2600, Byk Chemie, Wesel)

0,44 t% területjavító (Bentone LT, Kronos Titan GmbH)

1,8 t% citromsav

1,8 t% keményítő (special keményítő 03430, Maizena, Hamburg),

36,5 t% kréta (Juraperle MHM, Ulmer Füllstoff Vertrieb),

27,40 t% kaolin (RC 32 K, Sachtleben Chemie, Frankfurt)

20 1,2 t% peroxid (Percadox 14-90 K, Akzo Chemie)

0,9 t% sárga színezék

keverékét az 1. példának megfelelően 4 mm vastagságban végtelenített szalagra kenjük és a szalagot 4 m hosszú, 245 °C hőmérsékletű csatornán át 0,05 m/perc sebességgel szállítjuk, majd aprítjuk. A kapott I. közbenső terméket az alábbi adalékokkal együtt keverőgépben 5 perc alatt kenhető pasztává alakítjuk:

2b) 12,7 t% I. (2a) közbenső termék

38,1 t% kaucsuk-latex (Kagetex FA 60%-os)

30 2,5 t% kén vulkanizálószer (MC 12 V)

1,7 t% vulkanizáló segédanyag (Suplon 182 T)

12,7 t% kréta (Juraperle MHM)

25,5 t% kréta (Calcilit 100, Alpha Füllstoff, Köln)

35 6,8 t% kaolin (RC 32 K)

A pasztát az 1. példa szerint juta szőttesre kenjük és feldolgozzuk.

3. példa

40 3a) 28,00 t% faolaj-lenolaj-standolaj (faolaj-lenolaj-standolaj 90-10)

1,13 t% peroxid (Percadox 14-40/K)

1,69 t% keményítő (special keményítő 03430, Maizena)

45 1,69 t% citromsav

0,56 t% területjavító (Byk 2600)

9,40 t% kaolin (RC 32 K)

57,53 t% kréta (Juraperle MHM)

keverékét bolygókeverőben homogenizáljuk és az 1. példa szerint őrleménnyé dolgozzuk fel. A második lépésben hengerszéken a megadott sorrendben az alábbi komponenseket dolgozzuk össze:

3b) 14,4 t% nyers kaucsuk (14 mm-es darabokra őrölt Rubber SIR 5 L, Kautschukgesellschaft, Frankfurt) (hogy összeálljon 110 °C-os hengerszéken puhítottuk)

24 t% I. (3a) közbenső termék

9,6 t% facsiszolat (Technocell FB 120, Cellulose-Füllstoff Fabrik, Mönchengladbach)

60 43,35 t% kaolin (RC 32 K)

0,32 t% titán-dioxid (RN 57 P, Titangesellschaft, Leverkusen)
 1,92 t% polietilén (Baylon 23 L 100, Bayer, Leverkusen)
 2,72 t% dikumilperoxid (Luperco 540-D, Luperox GmbH)
 3,69 t% peroxid (Luperox P, terc-butylperbenzoát, Luperox GmbH).

10 perces hengerlés után a keveréket 0,65 mm-es homogén lemezként lehúzzuk a hengerszékről és négyrét hajtogatva 2 mm-es lemezzé préseljük 140 °C-on, 150 bar présnyomáson, 10 perc alatt.

A kapott lemez rugalmas volt, keménysége 75 ° Shore C.

4. példa

4a) 28,00 t% faolaj-lenolaj-standolaj (faolaj-lenolaj-standolaj 90/10)
 1,13 t% peroxid (Percador 14-40/K, Akzo Chemie)
 1,69 t% keményítő (special keményítő 03430, Maizena)
 1,69 t% citromsav
 0,56 t% területjavító (Byk 2600)
 9,40 t% kaolin (RC 32 K)
 57,53 t% kréta (Juraperle MHM)

1,8 t% színezék (Titán-dioxid RN 57 P)
 keverékét bolygókeverőben homogenizáljuk és az 1. példa szerint őrléménnyé (I. közbenső termék) dolgozzuk fel. A 2. lépésben a komponenseket a megadott sorrendben a hengerművön plasztikált kaucsukba dolgozzuk be:

4b) 14,9 t% nyers kaucsuk (Rubber R 5 L) (hogy összeálljon 110 °C-os hengerszéken puhítottuk)
 25 t% I. (4a) közbenső termék
 10 t% facsiszolat (Technocell FB 80)
 44,8 t% kaolin (RC 32 K)
 0,3 t% titán-dioxid (RN 57 P)
 2 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
 3 t% vulkanizáló segédanyag (MC 12 V)

A hengerlést 140 °C-on 10 percen át folytatjuk, utoljára a vulkanizálószerrel bedolgozzuk. 1,3 mm-es lemezként húzzuk le a keveréket a hengerszékről. Kettőt egymásra téve és a kapott lemezt 140 °C-on, 150 bar présnyomáson 5 percen át préselve 2 mm vastag, rugalmas lemezt kapunk, amelynek Shore-keménysége 72 ° Shore C.

5. példa

A 4. példa szerint járunk el, de az MC 12 V vulkanizálószer helyett a Luperox 130 nevű peroxidot alkalmazzuk.

5b) 15,1 t% nyers kaucsuk (Rubber R 5 L)
 25,2 t% I. (4a) közbenső termék
 10 t% facsiszolat (Technocell Fb 80)
 47 t% kaolin (RC 32 K)
 0,35 t% titán-dioxid (RN 57 P)
 2 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
 0,35 t% peroxid (Luperox 130)

A keveréket 140 °C-os hengerszéken 12 percen keresztül homogenizáljuk. 1,35 mm-es lemezeket húzzuk le a

hengerről, és kettőt egymásra téve, majd 140 °C-on 150 bar nyomáson 10 percen át préselve 2 mm vastag, hajlékony lemezt kapunk, keménysége 68 ° Shore C.

6. példa

A 4a előpolimerizátumot az 5. példában leírtak szerint a Luperox 101 peroxiddal dolgozzuk fel. A 6b) keverék 0,35 t% peroxidot tartalmaz. A kapott hajlékony lemez Shore C keménysége 63.

7. példa

A 4a előpolimerizátumot az alábbi receptúra szerint dolgozzuk fel (az őrlémény bedolgozása előtt a kaucsukot a meleg hengeren plasztifikáljuk):

15 7b) 14,7 t% nyers kaucsuk (Rubber R 5 L)
 24,4 t% I. (4a) közbenső termék
 9,8 t% facsiszolat (Technocell FB 80)
 48,8 t% kaolin (RC 32 K)
 1,97 t% piros színezék
 20 0,33 t% peroxid (Luperox 101).

A keveréket 100 °C-on 15 percen át homogenizáljuk. Két 1,25 mm-es lemezt a hengerszékről lehúzzunk, egymásra fektetjük és 140 °C-on 150 bar nyomáson 10 perc alatt 2 mm-es hajlékony lemezzé préseljük. Keménység: 78 ° Shore C.

8. példa

8a) 28,20 t% faolaj-lenolaj-standolaj (faolaj-lenolaj-standolaj 90/10)
 1,13 t% peroxid (Percador 14-40/K)
 1,69 t% keményítő (special keményítő 03430)
 1,69 t% citromsav
 0,56 t% területjavító (Byk 2600)
 9,40 t% kaolin (RC 32 K)
 35 57,33 t% kréta (Juraperle MHM)

keverékét bolygókeverőben homogenizáljuk. A további feldolgozás nyitott, folyamatos üzemi (COMET CMS 200-1500 típusú) keverő- és nyíróhenger-extruderben történik, amely két hornyolt hengerből áll. Az első hengeren 18 horony van, mindegyik 1,5 mm mély és 8 mm széles, emelkedési szögük 30°, míg a másik henger két meredek horonnyal rendelkezik, 8 mm széles, 1 mm mély, emelkedési szögük 75°, és az egymásra vonatkoztatott eltolódásuk 180°.

Mindegyik hengernek két hőmérséklet tartománya van, ezek egymástól függetlenül állíthatók be, és a két henger fordulatszáma külön-külön szabályozható.

Az első henger végéhez hidraulikus nyomással oda-nyomunk 4 mm-es lyukakkal ellátott üreges hengert. A lyukakon keresztül bepréslent anyag az üreges henger belsejében granulátá alakul, a henger alatti tölcser felfogja. A pasztát a bal oldali résbe tápláljuk folyamatosan. A feldolgozás körülményei az alábbiak voltak:

Hengerhőmérsékletek:

55 elő balra 217 °C jobbra 217 °C
 hátul balra 220 °C jobbra 220 °C

Hengerrés:

balra 3 mm
 jobbra 1 mm

60 Terhelés: 40 kg granulátum/óra

Az így kapott granulátumot (8a) különböző receptek szerint dolgozzuk fel.

- 8b) 15 t% természetes kaucsuk (Rubber SIR 5 L)
 24 t% 8a jelű közbenső termék
 10 t% facsiszolat (Technocell FB 80)
 47,65 t% kaolin RC 32 K mint töltőanyag
 1,0 t% kék színezék
 0,35 t% peroxid (Luperox 101)
 2,0 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
- 8c) 15 t% természetes kaucsuk (Rubber SIR 5 L)
 24 t% 8a jelű közbenső termék
 10 t% facsiszolat (Technocell FB 80)
 47,65 t% kaolin RC 32 K mint töltőanyag
 1,0 t% piros színezék
 0,35 t% peroxid (Luperox 101)
 2,0 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
- 8d) 15 t% természetes kaucsuk (Rubber SIR 5 L)
 24 t% 8a jelű közbenső termék
 10 t% facsiszolat (Technocell FB 80)
 47,65 t% kaolin RC 32 K mint töltőanyag
 1,0 t% zöld színezék
 0,35 t% peroxid (Luperox 101)
 2,0 t% polietilén (Baylon 23 L 100)

A 8b)–8c) keverékeket egymás után a nyíróhenger-mű alkalmazásával az alábbi feltételek mellett homogenizáljuk és granuláljuk:

Hengerhőmérsékletek:

elől balra 210 °C jobbra 110 °C
 hátul balra 210 °C jobbra 110 °C

Hengerrés:

balra 0,4 mm
 jobbra 1 mm

A hengerek fordulatszám:

elől: 29,4 perc⁻¹
 hátul: 22,8 perc⁻¹

A különböző színű granulátumokból azonos tömeg-részeket összekeverünk és az alábbi paraméterekkel üzemeltetett hengerszékre adjuk:

hengerhőmérséklet: 110 °C

hengerrés: 0,8 mm

kerületi sebesség: elől 10 m/perc, hátul 7 m/perc

Amikor a keverék összefüggő lemezzé állt össze, levesszük a hengerszékről. 4 db, egyenként 0,7 mm-es lemezt egymásra fektetünk, a kapott lemezt 140 °C-on, 150 bar nyomáson 10 perc alatt présben tömörítjük. Több színben hosszirányban húzódó mintával díszített homogén burkolóanyagot kapunk, amelynek Shore keménysége C 74°.

9. példa

A 4a példa szerinti közbenső terméket hengerszéken az alábbi receptúra szerint dolgozzuk fel:

- 9b) 15,4 t% természetes kaucsuk (Rubber SIR 5 L)
 25,7 t% 4a jelű közbenső termék
 10,3 t% facsiszolat (Technocell FB 80)
 48,1 t% kaolin RC 32 K mint töltőanyag
 0,2 t% piros színezék
 0,30 t% kéntartalmú térhálósító (MC 12 V)

A hengerhőmérséklet 140 °C, a keveréket a vulkanizálószer hozzáadása előtt 10 percig homogenizáljuk,

a préselés feltételei: 140 °C, 150 bar nyomás, 5 perc présidő. A kapott anyag igen alkalmas padlóburkolatnak. Linóleummal szemben a jobb hajlékonyság, csekélyebb ridegség és benyomással szembeni jó tulajdonság emelhető ki különösen.

A legfontosabb tulajdonságokat az alábbi táblázatban foglaltuk össze.

1. táblázat

Paraméter	Linóleum (juta textíliával)	9. példa terméke (textília nélkül)
vastagság mm	3,13	2,24
nyers sűrűség g/cm ³	1,22	1,77
Shore A (DIN 53 505)	90	92,6
Húzószilárdság N/mm ² DIN 53 571 hosszirány keresztirány	9 4	4 4
Szakítási nyúlás DIN 53 571 hosszirány keresztirány	8 10	15 10
Hajlítási kísérlet DIN 51 949 mm törés/jó	80/100	15/20
150 perces terhelés után mm benyomás (DIN 51 595)	0,66	0,17
A terhelés után 150 perc tehermentesség után mm benyomás (DIN 51 995)	0,05	0,04
Kopásállóság vizsgálata (DIN 51 963)	0,3–0,7	0,44

10. példa

A térhálósodás és polimerizálódás lehet különböző bomláshőmérsékletű peroxidok egyidejű alkalmazásának is az eredménye; a kötőanyag részaránya, valamint a növényi olaj és természetes kaucsuk közötti tömegarány függvényében a hajlékonyság és a keménység széles tartományon belül szabályozható.

A 8a jelű közbenső termékből a 10b receptúra szerint lemezeket készítettünk; a 10b) receptúrán látszik, hogy néhány adalék részaránya változtatható. A különböző mennyiségű kötőanyagot, kaucsukot, olajat tartalmazó keverékeket hengerszéken homogenizáltuk, majd lemezzé préseltük. A mért Shore keménység 51 és 83 között volt, így mutatja a találmány szerinti eljárás lehetőségeit.

- 9b) X t% természetes kaucsuk (Rubber SIR 5 L)
 Y t% 8a jelű közbenső termék
 Z t% töltőanyag-keverék kaolin/juraperle
 55 3 t% színező (titándioxid RN S 7 P)
 2 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
 0,5 t% antioxidáns (Irganox 1010)
 2,89 t% peroxid (Luperc S40-CD)
 0,38 t% peroxid (Luperox P)
 60 Σ 100%

A feldolgozás a 8. példa szerint történik. A 2. táblázat mutatja, miképpen függ a Shore keménység a kész lemezben lévő össz-kötőanyag (standolaj + kaucsuk) mennyiségétől, valamint a standolaj: kaucsuk aránytól.

2. táblázat

	Kötőanyag olaj + kau- csuk t%	stand- olaj t%	kau- csuk t%	Olaj: kau- csuk t-arány	Shore C
1	20	5	15	25:75	77
2	20	10	10	50:50	83
3	20	15	5	75:25	–
4	22	15	7	68:32	73
5	25	10	15	40:60	77
6	25	15	10	60:40	71
7	30	10	20	33:67	69
8	30	15	15	50:50	65
9	30	20	10	67:33	63
10	40	10	30	25:75	51

11. példa

A 3a jelű közbenső terméket az alábbi receptúra szerint feldolgozzuk:

- 11b) 10 t% természetes kaucsuk (Rubber SIR 5 L)
 71 t% 3a jelű közbenső termék
 10 t% facsiszolat (FB 120)
 0,3 t% kaolin RC 32 K mint töltőanyag
 3 t% színanyag (titándioxid RN 57 P)
 2 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
 0,5 t% antioxidáns (Irganox 1010)
 2,82 t% peroxid (Luperco 540-CD 40%-os)
 0,38 t% peroxid (Luperox P 98%-os)

A fenti keveréket 140 °C-os hengerezéken 10 per-
 cen keresztül homogenizáljuk, majd a hengerről lehú-
 zott lemezt 140 °C hőmérsékletű, 150 bar nyomású
 présben 10 perc alatt 2 mm-es lemezzé préseljük. Ke-
 ménység: 69 Shore C.

12. példa

A 3a jelű közbenső terméket etilén-propilén-dién-
 terpolimerrel (EPDM) homogenizáljuk az alábbi re-
 ceptúra szerint:

- 12b) 25 t% 3a jelű közbenső termék
 15 t% EPDM (Buna AP 437, Hüls AG)
 10 t% facsiszolat (technocell FB 120)
 41,3 t% kaolin Rc 32 K mint töltőanyag
 3 t% színezék (titándioxid RN 57 P)
 2 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
 0,5 t% antioxidáns (Irganox 1010)
 2,82 t% peroxid (Luperco 540-CD 40%-os)
 0,38 t% peroxid (Luperox P 98%-os)

A fenti keveréket 110 °C-os hengerezéken 15 per-
 cen át homogenizáljuk, majd 140 °C hőmérsékletű,
 150 bar nyomású présben 10 perc alatt 2 mm-es lemez-
 zé préseljük. Keménység: 81 °Shore C.

13. példa

Bolygókeverőben az alábbi összetételű keveréket
 készítjük:

- 13a) 14,1 t% faolaj-lenolaj-standolaj (faolaj-lenolaj-
 standolaj 90:10)
 14,1 t% polimer olaj (Polyöl Hüls 130, Hüls AG,
 Marl)
 1,13 t% peroxid (Percadox 14–40 K, 40%-os)
 1,67 t% keményítő (speciális keményítő 03430)
 1,69 t% citromsav
 0,56 t% területjavító (Bük 2600)
 9,4 t% kaolin RC 32 K mint töltőanyag
 57,35 t% kréta (Juraperle MHM).

A pasztát végtelenített szalagra visszük és fűtött
 csatornában 255 °C-on térhálósítjuk. Lehűlés után a
 terméket aprítjuk, őröljük és szitáljuk. Az így kapott I.
 (13a) közbenső terméket természetes nyers kaucsukkal
 az alábbi receptúra szerint dolgozzuk fel.

- 13b) 25 t% 13a jelű közbenső termék
 15 t% kaucsuk (Rubber SIR 5 L)
 10 t% facsiszolat (technocell FB 120)
 41,3 t% kaolin Rc 32 K mint töltőanyag
 3 t% színezék (titándioxid RN 57 P)
 2 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
 0,5 t% antioxidáns (Irganox 1010)
 2,82 t% peroxid (Luperco 540-CD 40%-os)
 0,38 t% peroxid (Luperox P 98%-os)

A fenti keveréket 110 °C-os hengerezéken 10 per-
 cen át homogenizáljuk, majd 140° hőmérsékletű,
 150 bar nyomású présben 10 perc alatt 2 mm-es lemez-
 zé préseljük. Keménység: 68–69 °Shore C.

14. példa

- 14a) 28,2 t% polimer olaj (Polyöl Hüls 130)
 1,13 t% peroxid (Percadox 14–40 K)
 1,69 t% keményítő (speciális keményítő 03430)
 1,6 t% citromsav
 0,56 t% területjavító (Bük 2600)
 9,4 t% kaolin RC 32 K mint töltőanyag
 57,33 t% kréta (Juraperle MHM)

keveréket az 1. példa szerint I. közbenső termék-
 ké alakítjuk, ezt az alábbi receptúra szerint természetes
 kaucsukkal és egyéb adalékkal összekeverjük.

- 14b) 25 t% 14a jelű közbenső termék
 15 t% kaucsuk (Rubber SIR 5 L)
 10 t% facsiszolat (technocell FB 120)
 41,3 t% kaolin R 32 K mint töltőanyag
 3 t% színezék (titándioxid RN 57 P)
 2 t% polietilén (Baylon 23 L 100)
 0,5 t% antioxidáns (Irganox 1010)
 2,82 t% peroxid (Luperco 540-CD 40%-os)
 0,38 t% peroxid (Luperox P 98%-os)

A fenti keveréket 110 °C-os hengerezéken 10 per-
 cen át homogenizáljuk, majd 140° hőmérsékletű,
 150 bar nyomású présben 10 perc alatt 2 mm-es lemez-
 zé préseljük. Keménység: 66–67 °Shore C.

A találmány szerinti eljárásnak a linóleum előállí-
 tására irányuló eljárással szemben az az előnye, hogy he-
 teken keresztül tartó hőkezelés helyett rövid időn belül el-
 végezhető korszerű műveletekből áll: keverés, előpolime-

rizálás, hengerlés, granulálás, extrudálás, előtérhálósítás, formázás, préselés, térhálósítás. A növényi olaj megfelelő mennyiségű természetes kaucsukkal tetszés szerint hajlékonyra, rugalmassá tehető, míg a levegőn oxidálódott és térhálósodott linóleum rideg és törékeny.

A példákban leírt eljárási technika természetesen – a folyamatos granulátum előállítás szemléltető nyíró-hengerléshez hasonlóan – hengerműveken, kalanderen vagy kettős szalagprésen a lemezek folyamatos előállításához alkalmazható. A végleges térhálósítás előtt a terméket domború mintázattal láthatjuk el.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás sík alakú lemezek, így padló- vagy falburkolatok előállítására, *azzal jellemezve*, hogy

- a) 20–40 t% egy vagy több olaj, amely
 - a₁) természetes olajból, így len-, fa-, szója- vagy egyéb természetes olajokból vagy azok elegyéből készített standolaj,
 - a₂) polimerizált, mesterséges vagy természetes olaj, amelynek átlagos molttömege 500 és 7000 közötti, 20 °C-on mért dinamikai viszkozitása >0,5 [Pa.s] és jódszáma (Wijs) > 200 [g/100 g],
- b) 50–75 t% töltőanyag és
- c) peroxid(ok)

keverékét 200–280 °C közötti hőmérsékleten részben polimerizált, részben térhálósított I. közbenső termék alakítunk, (első reakciófázis), ezt aprítjuk és – adott esetben további kötőanyag és adalékanyag adagolása mellett tovább térhálósítjuk, illetve polimerizáljuk – sík alakú lemezzé dolgozzuk fel.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy standolajként lenolajból vagy lenolaj és faolaj keverékéből nyert standolajat alkalmazunk, amelynek 20 °C-on mért viszkozitása meghaladja a 10 Pa.s értéket, jódszáma (Wijs) >100 [g/100 g].

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a keverék járulékosan

- d) 0,1–2,6 t% gyapjúzsírt és/vagy
- e) 0,1–5 t% terpént és/vagy
- f) 0,1–3 t% citromsavat tartalmaz.

4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy

- a') 5–70 t% I. közbenső terméket
- b') 5–60 t% természetes vagy szintetikus elasztomert, így természetes kaucsuk-latexet, szintetikus kaucsuk-latexet, természetes kaucsukot, szintetikus kaucsukot, EPM-t, EPDM-t
- c') 10–70 t% töltőanyagot
- d') 0,5–7 t% térhálósító(k)at, mégpedig
 - d'¹) kéntartalmú térhálósítót,
 - d'²) peroxido(ka)t

összekeverünk és emelt hőmérsékleten térhálósítjuk, illetve polimerizáljuk (második reakciófázis).

5. A 4. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az első fázisban (közbenső termék) és a második fázisban lezajló (részbeni) térhálósítást és (részbeni) polimerizálást peroxiddal végezzük, amikor is a keverék össztömegére vonatkoztatva a peroxid részaránya az első reakciófázisban 0,1–1,5 t%, a második reakciófázisban 0,3–7 t%.

6. A 4. vagy 5. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az össz-kötőanyag részaránya a keverék össztömegére vonatkoztatva 20–40 t%-ot tesz ki és ezen belül az olaj és elasztomer közötti tömegarány 1:3 és 3:1 közötti.

7. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a második reakciófázisban a közbenső termék mellett még

- e') 0,1–5 t% poliolefin, előnyösen polietilént és/vagy
- f') 0,1–2 t% akrilátot

 alkalmazunk.

8. A 4–7. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az első reakciófázis fűtött csatornában, hengerszáron, gyúrógépben vagy előnyösen nyíró hengerműben valósul meg, míg a második reakciófázis fűtött csatornában, hengerszáron, gyúrógépben, előnyösen nyíró hengerműben, extruderben vagy kettős szalagprésben történik.

9. A 4–8. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az első reakciófázisban a hőmérsékletet 220–260 °C-on, a második reakciófázisban 100–220 °C-on, előnyösen 130–180 °C-on tartjuk.