Kompatibilis polimerkeverékek

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

131/91

A

Rohm and Haas, Philadelphia, Pennsylvania,

59949

Amerikai Egyesült Államok

Bejelentés napja: 1991. 01. 16.

Elsőbbsége: 1990. 01. 16. (464 804)

Amerikai Egyesült Államok

K I V O N A T

A találmány tárgya ~~kompatibilis~~ polimerkeverék, amely a következőket tartalmazza:

a) egy (I) általános képletnek megfelelő egységeket tartalmazó poliglutárimid - a képletben R_1 és R_2 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-20 szénatomos alkilcsoport, R_3 jelentése hidrogénatom, alkil-, cikloalkil-, aril-, alkaril- vagy aralkil-csoport, szubsztituált alkil-, szubsztituált cikloalkil-, szubsztituált aril-, szubsztituált alkaril-, szubsztituált aralkil-csoport, vagy szubsztituált heterociklusos csoport,

b) egy első matrix polimer, amely a poliglutárimiddel kompatibilis,

c) egy második matrix polimer, amely kompatibilis a poliglutárimiddel és adott esetben inkompatibilis az első matrix polimerrel,

azzal a megkötéssel, hogy egyik matrix polimer sem tartal-

maz vinil-alkoholból formálisan levezethető egységet, továbbá azzal a megkötéssel, hogy ha az egyik matrix polimer egy aromás polikarbonát, a másik matrix polimer sztirol és akrilnitril egységeket tartalmazó polimertől eltérő polimer.

131/91

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

Képviselő:
DANUBIA SZABADALMI IRODA KFT
Budapest

A

US Cl.: C08L 35/04
C08G 69/14

59949

Kompatibilis polimerkeverékek

Rohm and Haas, Philadelphia, Pennsylvania,
Amerikai Egyesült Államok

Feltalálók:
BORTNICK Newman Mayer, Oreland, Pennsylvania,
QUEENAN Robin Bepler, Media, Pennsylvania,
HARVEY Noel Gray, Lansdale Pennsylvania,
CINOMAN Douglas Samuel, Levittown, Pennsylvania,
HALLDEN-ABBERTON Michael Paul, Maple Glen, Pennsylvania,
COHEN Leslie Alan, Langhorne, Pennsylvania,
GOLDMAN Theodore Daniel, Washington's Crossing, Pennsylvania,
Amerikai Egyesült Államok

Bejelentés napja: 1991. 01. 16.
Elsőbbsége: 1990. 01. 16. (464 804)
Amerikai Egyesült Államok

71764-5402 OE/Hoj

A találmány kedvező fizikai tulajdonságu, poliglutárimidekkel kompatibilissá tett polimerkeverékekre, valamint ilyen keverékek előállitási eljárására vonatkozik.

Ismert, hogy két polimer keveréke legtöbbször inkompatibilis egymással és, hogy a keverékek tulajdonságai általában rosszabbak, mint az egyes polimerek tulajdonságaiból számitott értékek. Ismeretes továbbá az is, hogy néhány polimer oly mértékben kompatibilis egy másik komponenssel, hogy abban diszpergálható és a kapott diszperzió fizikai tulajdonságai gyakran jobbak, mint az egyes polimerek tulajdonságai alapján várható lett volna. Ismeretes továbbá, hogy néhány polimer egymással teljes mértékben elkeverhető, a kapott keverék, illetve az egyik komponens a másikban való diszpergálásával nyert diszperzió igen finom eloszlásu, és ilyen esetekben a keverék tulajdonságai megegyeznek a két komponens átlagolt tulajdonságaival.

A kompatibilitást általában a keverék tulajdonságaival jellemzik, ha a két polimer kompatibilis, a keverékük stabil, a mechanikai tulajdonságaik, igy például a húzószilárdság, húzási alakváltozás, vagy ütésállóság megfelelően kiegyensúlyozott. Gyakran ezek a tulajdonságok jobbak, mint a keverékben lévő folyamatos fázist alkotó komponens tulajdonságai. Két polimer domének formájában is jelen lehet, amelyek megfelelően nagy méretüek ahhoz, hogy kifejezett optikai tisztaságot mutassanak és a különálló domének gyakran elektronmikroszkóppal is láthatók. Továbbá a polimerek külön-külön üvegesedési hőmérsékletet is mutathatnak, amennyiben megfelelő vizsgálatot alkalmazunk.

Ennek ellentétjeként, két inkompatibilis polimer mechanikai tulajdonságai rosszabbak, általában rosszabbak, mint a

keverék folyamatos fázisát képező polimer komponens tulajdonságai. A feldolgozási müveletek alatt gyakran szétválás következik be, ami rétegesedést vagy a rétegek szétválását okozhatja enyhe nyomás vagy enyhe felületi behatás esetén.

Miután a kompatibilizált polimer keverékek a hőre lágyuló müanyagok esetében igen széles körben felhasználásra kerülnek, ezek fejlesztése manapság is igen fontos, ezek a keverékek különösen az ugynevezett müszaki gyanták területén kerülnek alkalmazásra, ahol szükséges, hogy a keverékek tulajdonságai ne legyenek rosszabbak, mint az egyes komponensek tulajdonságai. Bár számos kisérlet történt arra, hogy előre megjósolható legyen egy anyagról, hogy az kompatibilis vagy kompatibilissá tehető, mégis állandó kisérlet tárgya olyan anyagok kiválasztása, amelyek kompatibilis keverékeket képesek alkotni. Kompatibilizáló adalékanyagként egyaránt alkalmaznak alacsony molekulatömegü, valamint polimer anyagu adalékanyagokat.

A kompatibilizáló polimerek különbözőképpen müködnek:

a) kompatibilisek lehetnek a keverék mindkét komponensével akkor is, ha azok egymással inkompatibilisek;

b) kompatibilis lehet az egyik komponenssel és reakcióba léphet a másik komponenssel;

c) mindkét komponenssel reakcióba léphet.

A fentiek szerinti hatások kombináltan is jelen lehetnek, ezek különösen terpolimer keverékek esetében hasznosak.

Ismeretes, hogy glutárimid polimerek, amelyek tulnyomó részt (I) általános képletnek megfelelő egységekből állnak - a képletben R_1=R_2=metilcsoport és R_3=hidrogénatom vagy rövidszénláncu alkilcsoport - a poláros polimerek széles köré-

vel, igy például poli(vinil-klorid)-al, alifás poliamidokkal és sztirol-akrilonitril kopolimerekkel elkeverhetők.

Ismeretes az is, hogy az olyan glutárimid polimerek, amelyeket sav-csökkentő szerekkel kezeltek, az imidizációs lépés után megmaradó sav-észter vagy anhidrid csoportok teljes vagy részleges eltávolitása érdekében, általában jobban kompatibilisek poláros polimerekkel, mint az ily módon nem kezelt glutárimidek, azonban poliamidok esetében éppen ellenkező eset áll fent. Az utóbbi időben kimutatták, hogy a poliamidokkal kapcsolatban ez a jelenség annak tudható be, hogy a poliamid terminális amincsoportja és a glutárimid visszamaradó sav- és/vagy anhidridcsoportja között reakció megy végbe, amelynek köövetkeztében a lánc meghosszabbodik. Kimutatták azt is, hogy a poliamid és a poliglutárimid közötti kompatibilitás növelhető, ha bázisos katalizátorok jelenlétével az ilyen jellegü lánchosszabbodást (ojtást) fokozzák.

A glutárimidiek széleskörü felhasználását, különösen olyanokét, amelyek szabad sav és/vagy anhidridcsoportot tartalmaznak korábban közelebbről nem mutatták be két vagy több polimert, különösen egymással inkompatibilis polimert tartalmazó keverékek kompatibilizálására, továbbá a "reakcióképes" kompatibilzálási koncenpcióra való utalás nem jelent meg, különösen három és négy kompenensü keverékek esetében.

Felismertük, hogy bizonyos keverékek, amelyek legalább három polimert tartalmaznak, amelyek közül az egyik komponens legalább egy glutárimid, amely kompatibilis vagy elkeverhető a legalább másik két komponenssel és a keverék révén kapott kompozició tulajdonságai jobbak, mint a legalább két komponens-

ből álló, poliglutárimidet nem tartalmazó kompozició tulajdonságai.

Különösen nagy jelentőségü a találmány olyan kompoziciók esetében, amely legalább két, egymással nem kompatibilis polimerek keverékét vagy matrixát tartalmazzák. Előnyösek továbbá azok a kompoziciók, amelyekben a poliglutárimid maradék sav- vagy anhidridcsoportot tartalmaz és továbbá az olyan kompoziciók, amelyeknél ezen maradék sav vagy anhidridcsoportok reakcióképes csoportokkal, különösen terminális reakcióképes csoportokkal, amelyek a matrix polimereken jelen vannak, reagálni képesek. A találmány oltalmi körébe tartozik ezen kompoziciók előállitási eljárása is, beleértve a sav- vagy anhidridcsoportok és a terminális funkcionális csoportok közötti reakció katalizálását is.

A fentiek szerint találmányunk kompatibilis polimerkeverékekre vonatkozik, amelyek a következőkből állnak:

a) poliglutárimid,

b) egy, a poliglutárimiddel kompatibilis első matrix polimer, és

c) egy, a poliglutárimiddel kompatibilis második matrix polimer, oly módon, hogy

a) a poliglutárimid (I) általános képletnek megfelelő egységeket tartalmazó vegyület, amely képletben R_1 és R_2 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-20 szénatomos alkilcsoport, R_3 jelentése hidrogénatom, alkil-, cikloalkil-, aril-, alkaril- vagy aralkil-csoport, továbbá szubsztituált alkil-, cikloalkil-, aril-, alkaril-, aralkil-csoport, továbbá adott esetben szubsztituált hetero-

ciklusos csoport -,

b) az első matrix polimer poliglutárimiddel kompatibilis,

c) a második matrix polimer kompatibilis a poliglutárimiddel

és adott esetben inkompatibilis az első matrix polimerrel, azzal a megkötéssel, hogy a matrix polimerek egyike sem tartalmaz vinil-alkoholból formálisan származtatott egységet, továbbá azzal a megkötéssel, hogy ha az egyik matrix polimer aromás polikarbonát, a másik matrix polimer sztirol és akrilnitril egységeket tartalmazó polimertől eltérő polimer.

A poliglutárimid megnevezés alatt olyan polimerket értünk, amelyek legalább 10 tömeg%-ban, előnyösen legalább 40 tömeg%-ban, még előnyösebben 100 tömeg%-ban (I) általános képletü egységeket tartalmaznak, amely képletben R_1 és R_2 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-20 szénatomos alkilcsoport, R_3 jelentése hidrogénatom, alkil-, cikloalkil-, aril-, alkaril- vagy aralkil-csoport, szubsztituált alkil-, cikloalkil-, aril-, alkaril- vagy aralkil-csoport, továbbá adott esetben szubsztituált heterociklusos csoport -. Igy R_3 jelentése lehet hidrogénatom, egyenes vagy elágazóláncu szubsztituált alkilcsoport, előnyösen 1-20 szénatomos alkilcsoport, amely adott esetben halogénatommal, trifluor-alkil-csoporttal, előnyösen trifluor-metil-csoporttal, (di)alkil-amino-csoporttal, igy például 4-klór-alkil-, 2-dimetil-amino-etil-csoporttal szubsztituálva van, továbbá lehet cikloalkilcsoport, előnyösen 4-7 szénatomos cikloalkilcsoport, amely adott esetben például alkilcsoporttal szubsztituálva lehet, igy például lehet ciklohexil-, vagy 4-metil-ciklopentil-csoport, lehet továbbá arilcsoport, amely adott esetben például halogénatommal szubszti-

tuálva van, igy például lehet fenil-, 4-klór-fenil- vagy 2-naftil-csoport, lehet továbbá aralkilcsoport, igy például benzil- vagy fenetilcsoport, továbbá lehet alkarilcsoport, igy például 2-metil-fenil-csoport, továbbá lehet heterociklusos csoport, igy például tetrahidrofurfuril-, n-metil-4-piperidinil-csoport. Heterociklusos csoportok lehetnek továbbá még oxetanil-, furanil-, morfolinil-, tiofenil- vagy tiazolinil-csoport. A szubsztituált alkil- vagy arilcsoportok lehetnek még alkil- vagy aril-szulfidok vagy szulfonok (RSO_2NH-) és R-O-CO- és RCO--csoportok, ahol R jelentése alkil- vagy aril-csoport. A szubsztituált alkil- vagy arilcsoport jelentése lehet még RCOO--csoport is.

A poláros polimerekkel való elkeveréshez előnyösen olyan poliglutárimineket alkalmazunk, amelyek képletében R_1, R_2 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, vagy metilcsoport és R_3 jelentése hdirogénatom, vagy rövidszénláncu (1-4 szénatomos) alkilcsoport, de kevésbé poláros polimerek, igy például poliolefinek esetében előnyös az olyan glutárimidek alkalmazása, amelyek képletében R_3 jelentése hosszabb szénláncu alkilcsoport, igy például 10-20 szénatomos alkilcsoport. A polimer vagy a polimerek, amelyek glutárimid-csoportokat tartalmaznak lehetnek teljesen imidizáltak is, azaz ezek igen ksi mennyiségben tartalmaznak az imidcsoporttól eltérő csoportból származtatott egységet. Más monomerekből származtatott egységek szintén jelen lehetnek. Az imid egységek százalékos mennyisége előnyösen 10-100 tömeg%, még előnyösebben 40-100 tömeg%. Minél magasabb az imid-tartalom, annál nagyobb mértékben lehet a kompatibilizált keverékek különböző tulajdonságait, igy például a hő

okozta torzulást befolyásolni.

Az imid-polimerekben még jelenlévő más egységek lehetnek például a következők: metakrilát-éterek, igy például alkil-, aril-, alkaril-, aralkil-, cikloalkil- vagy heterociklusos észterek, továbbá alkil-, aril-, alkaril-, aralkil-, cikloalkil- vagy heterociklusos észterek, továbbá szubsztituált alkil-, aril-, alkaril-, aralkil-, cikloalkil- vagy heterociklusos észterek. Előnyös egység a metil-metakrilát.

További monomerekből származó egységek is jelen lehetnek, igy például a következők: akrilsav-észterek, igy például etil-akrilát, metil-akrilát, butil-akrilát, továbbá telitetlen anhidridek, igy például maleinsavanhidrid, itakonsavanhidrid, továbbá telitetlen savak, igy például metakrilsav, akrilsav, akril-oxi-propionsav, továbbá más anhidridek vagy savak, igy például metakrilsavanhidrid vagy metakrilsav, amelyek az imid-előállitásnál képződnek telitetlen amidokból, igy például metakrilamidból. Jelen lehetnek még továbbá a következő monomerek is: igy például vinil-aromás monomerek, igy például sztirol, α-metil-sztirol, akrilonitril, vinil-észterek. Olyan monomerek, amelyek nem képesek résztvenni az imidizálási reakcióban, nem lehetnek jelen olyan mennyiségben, amely lényegében megakadályozhatná a ciklizálódást vagy az imid-kialakulást. Igy például az olyan kopolimerek, amelyek sztirol-tartalma nagy, például 75% és relative kevés metil-metakrilát egységet tartalmaznak, igy például ezek mennyisége 25% alatti, igen kevés imid-egységet képeznek és ily módon nem alkalmasak a találmány szerinti felhasználásnál.

A poliglutárimid molekulatömege (Mw vagy tömegeloszlás

szerinti molekulatömeg) általában 10000 feletti érték. Az alsó érték azért szükséges, hogy megfelelő lánc összekeveredést érjünk el a poláros polimerek elkeverésénél, valamint maximális üvegesedési hőmérséklet növekedést boztositsunk. A felső határként előnyösen 500000 molekulatömegü polimereket alkalmazunk. Ennél magasabb értékeknél a polimer folyóképessége korlátozott és nehéz a matrix polimerek kompatibilitását biztositani. Különösen előnyösen 70000 és 100000 közötti átlagos molekulatömegü polimereket alkalmazunk. Minazonáltal, bizonyos előnyös kompozíciókat előállithatunk az előnyös molekulatömegen kivül eső tartományu polimerkkel is.

Bár a három-, négy- vagy több komponensü keverékek bármilyen arányban elkeverve a találmány oltalmi körébe tartozotnak, a poliglutárimid különösen hatásos olyan esetben kompatibilizáló szerként való felhasználásra, ha viszonylag alacsony mennyiségben, igy például 1-30 tömeg%-ban a matrix polimerek keverékére számolva, alkalmzzuk. Ennél alacsonyabb mennyiségben való alkalmazás esetén észrevehető hatás nem mutatkozik, mig magasabb mennyiség esetén a poliglutárimid adalékanyag költsége megnövekszik és a kivánt hatás már nem növelhető tovább. Mindazonáltal, bizonyos keverékeknél, ahol különösen nagy hőállóságot kivánunk elérni, nagyobb mennyiségben alkalmazzuk a poliglutárimidet, ezekenél a poliglutárimid például 50 tömeg% vagy még magasabb mennyiségben is jelen lehet.

A találmány értelmében felhasználásra kerülő poliglutárimideket a szakterületen ismert módon állitjuk elő. Igy például tulnyomó részt metakrilsavból álló polimereket vizes közegben

primer aminokkal, ammóniával, karbamiddal vagy szubsztituált karbamidokkal kezelünk, a metakrilamid polimereket a megfelelő aminokkal melegitünk, a tulnyomó részt alkil-metakrilát-egységeket tartalmazó polimereket ammóniával vagy egy aminnal kezelünk vizes szuszpenzióban vagy szerves oldószerben, ciklusos metakrilsavanhidrid-egységeket tartalmazó polimereket ammóniával vagy alkalmas primer aminnal kezelünk. Előnyösen a 4 246 374 számu amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leirás szerint járunk el, amikoris a metakrilsav-észter egységeket tartalmazó polimert ammóniával vagy aminnal kezelünk extruderben olyan körülmények között, amikor az amin vagy ammónia olvadék formában reakcióba lép és imid képződik és a felesleges amint vagy az egyéb reakció melléktermeket az olvadékból vákuumban eltávolítjuk. Bizonyos keverék oldószerekben végzett előállitásnál igen jó optikai tulajdonságu glutárimid polimereket lehet előállitani.

A fentiek szerinti Kopchik által kidolgozott eljárás lehetővé teszi az R_3 imidcsoport természetének befolyásolását, a kapott termékben a jelenlévő sav- vagy anhidridcsoportok mennyiségének adott esetben végzett teljes vagy részleges redukálását, és ily módon olyan poliglutárimideket lehet nyerni, amelyek különösen alkalmasak kompatibilizálási célra. Az eljárás lehetővé teszi továbbá a sav- és/vagy anhidridcsoportok számának szabályozását a poliglutárimid polimerben, amennyiben ez szükséges a matrix polimerrel való reaktivitás szempontjából, hogy a kompatibilitás fokozható legyen. A találmány értelmében a savcsoportok redukálása alatt azt értjük, hogy a termékből a sav- és savanhidridcsoportokat részlegesen, teljesen

vagy lényegében eltávoltijuk.

A glutárimid polimerekkel kompatibilizált keverékekeben számos különböző matrix polimert alkalmazhatunk. Ezek a matrix polimerek lehetnek első matrix polimerek, második matrix polimerek, vagy harmadik matrix polimerek. A matrix polimer általában poláros kell, hogy legyen, ami azt jelenti, hogy a polimer láncon oxigén-, nitrogén- vagy kénatomot tartalmazó funkcionális csoportnak vagy csoportoknak kell jelen lenni. Előnyösek a következő csoportok: karbonil-, karbonil-oxi-, hidroxi-, karbonsav-, mono- vagy diszubsztituált amincsoportok. A tisztán alifás vagy aromás polimerek, mint például a polietilén, polipropilén vagy polisztirol, amelyek ilyen funkciós csoportot nem tartalmaznak, a legtöbb poliglutárimiddel inkompatibilisek és kompatibilizáló szerként vagy hosszu alifás oldalláncot tartalmazó, igy például cetil-aminból származtatott poliglutárimidet, vagy megfelelő számu egy vagy több vinil-aromás monomer egységet tartalmazó glutárimid polimert igényelnek, ez utóbbi lehet például 75 metil-metakrilát/25 α-metil-sztirol imidizált kopolimerje, vagy pedig olyan poliglutárimidre van szükség, amely a nem-poláros polimerrel kompatibilis polimerhez kémiailag kötődik. Az, hogy ezt hogyan lehet kivitelezni kompatibilizáló gyanta alkalmazásával, amely egy olefin polimerből, igy például polipropilénből, polietilénből, vagy etilén/propilén kopolimerből és poliglutárimid-egységete tartalmazó polimerből szegmentált kopolimer, a jelen bejelentéssel egy napon benyujtott függő szabadalmi bejelntésben van ismertetve.

A matrix polimerként felhasználásra kerülő poláros poli-

merek közül igen sokról ismert, hogy a poliglutárimidekkel kompatibilis, amely kompatibilitás vagy reakció nélkül jött létre, vagy pedig a matrix polimer és a poliglutárimid közötti kémiai kombináció révén. Ez a kémiai kombináció bekövetkezhet idő, hő és nyiróhatásra a keverési müveletek alatt, különösen, ha a keverést olyan extruderben végezzük, amelyből az alacsony molekulatömegü melléktermék eltávolitható és ily módon nagy konverzió érhető el. Vannak esetek, amikor katalizátort is lehet alkalmazni, amely egyrészt vagy elősegiti a kapcsolási reakciót, vagy lehetővé teszi, hogy a meglévő reakció nagyobb konverzióval menjen végbe. Ilyen katalizátorok, amelyek elsősorban a kapcsolási reakciót segitik elő, például a kis mennyiségben alkalmazott erős bázisok, igy például a nátrium-hidroxid.

A kémiai vagy ojtási reakció, azaz a reakció, amelynél a poliglutárimid és a matrix polimer kémiai kapcsolódása jön létre, végezhető a poliglutárimid és bármelyik vagy az összes választott matrix polimer között, bár általában csupán egy matrix polimer rendelkezik a megfelelő reakcióképes funkciós csoportokkal.

Az ilyen kapcsolási reakcióknál különösen előnyösek az olyan poliglutárimidek, amelyekben a savcsoportokat nem csökkentettük, amelyek tehát sav és/vagy anhidrid csoportokat tartalmaznak, amelyek reakcióba képesek lépni például a poliamidok terminális amincsoportjaival vagy a poliészterek terminális hidroxilcsoportjaival.

A találmány oltalmi körébe tartoznak azok a keverékek is amelyekben a matrix polimerekről feltehető, hogy poliglutárimid

jelenléte nélkül is kompatibilisek, de amelyek tulajdonságai tovább javithatók poliglutárimid alkalmazásával, amely növeli a kompatibilitás értékét, valamint javit egyéb előnyös tulajdonságokat is, igy például a magasabb felhasználási hőmérsékletet, az üveghez való kötődés mértékét és más hasonlókat.

Különösen előnyös matrix komponensek a poliamidok, különösen az alifás poliamidok, igy például a nylon 66 (polihexametilén adipamid), nylon 12 (polidodecil-laktám), nylon 6 (polikaprolaktám). Különösen előnyös matrix polimer a polikaprolaktám. További előnyös matrix polimerek a poliészterek, különösen az aromás poliészterek, igy például az alifás glikolokból és tereftálsavból vagy izoftálsavból nyert poliészterek. Ezen polimerek között megmelitjük például a következőket: poli(etilén-glikol) tereftalát (PET), poli(1,4-butilénglikol) tereftalát (PBT), ciklohexán-dimetanol-tereftalát, valamint ezen glikolok és savak kopolimerjei.

További előnyös matrix polimerek a polikarbonátok, amelyek a következő szerkezettel rendelkeznek: -Ar-O-C(O)-O- amely képletben Ar jelentése arilcsoport, amely két szabad vegyértékkel rendelkezik a karbonátkötések kialakitásához és amelyet például dihidroxi-aromás csoportokból, igy például 1,4-dihidroxi-benzolból, p-p'-izopropilidén-difenolból vagy p,p'-szulfonil-difenolból származtatunk.

További előnyös matrix polimerek az akrilonitril-sztirol kopolimerek vagy önmagukban vagy butadién-alapu elasztomerekkel kombinálva, mint például az ABS (akrilonitril-butadién-sztirol) gyanták.

További előnyös matrix polimer a poli(vinil-klorid), amely

lehet vinil-klorid homopolimer vagy legalább 80 tömeg% vinil-kloridot és más komonomert, igy például vinil-acetátot, vinilidén-kloridot vagy etilént tartalmazó kopolimer. A poliglutárimid felhasználható a poli(vinil-klorid) valamely más harmadik polimerrel való kompatibilissá való tételére.

A poliglutárimidek alkalmazhatók poli(vinil-klorid) kompatibilissé tételére valamely más polimerrel. Igy például a PVC gyártók célja olyan PVC termékek előállitása, amelyek fokozott hőállósággal rendelkeznek és igy például alkalmasak különböző vinil-boritóanyagok előállitására, forró anyagokkal való feltöltésre, elektronikus tokozatok, stb. előállitására. A 4 255 322 számu amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leirás szerint a poliglutárimid + PVC keverékek alkalmasak ilyen felhasználásra. Különböző felhasználási területeken szükséges az is, hogy már viszonylag alacsony terhelési körülmények között növeljék a belógással vagy nyomással szembeni ellenállást, igy például már saját súlyánál történő belógással szemben is ellenállók legyenek, mint például az a vinil-burkolóelemek esetében szükséges, vagy pedig mint azt alacsony terhelési vizsgálatoknál, mint például a Vicat-féle lágyulási hőmérséklet meghatározásnál kimutatható, amelynél 10 N terhelést alkalmaznak. Bizonyos, a PVC-vel inkompatibilis adalékok, mint például bizonyos vinil-aromás terpolimerek, igen jó ellenállást mutatnak alacsony terhelés melleti belógással szemben, de ezek a bimer keverékek általában optikailag nem tiszták, a nagyobb terhelésnél mutatkozó hővel szembeni ellenállás nem olyan, mint az például glutárimiddel elérhető.

Igy a poliglutárimdiet tartalmazó terner keverékek

fokozott ellenállást mutatnak hővel szemben, a rendszer fokozottan kompatibilis és ugyanakkor az átlátszósága is jobb. Egy előnyös keverék például 100 rész poli(vinil-kloridot), 10-phr (parts per hundred of PVC) poli(N-metil-dimetil-glutárimidet) és 10-20 rész α-metil-sztirol/metil-metakrilát/etil-akrliát (24/74/2) keveréket tartalmaz.

Azok a kompoziciók, amelyek matrix polimerjei vinil-alkoholból formálisan levezethető egységeket, azaz $-CH_2-CHOH-$egységeket tartalmaznak és amelyek vinil-acetát homo- vagy kopolimerből hidrolizissel nyerhetők, nem tartoznak a találmány oltalmi körébe. Azon kompoziciók, amelyekben az első matrix polimer egy aromás polikarbonát, igy például bisz-fenol A polikarbonát, és a másik matrix polimer vagy egy sztirol-akrilonitril kopolimer, amely még akrilonitril-butadién-sztirol (ABS) ojtott kopolimert is tartalmaz, szintén a találmány oltalmi körén kivül esnek. Abból, hogy ilyen speciális terner kompoziciók léteznek, nem lehetett következtetni arra, hogy a poliglutárimidek előnyösen és széles körben alkalmazhatók a kompatibilizálás elősegitésére az egymással elkeverhető anyagok széles körénél.

A találmány szerinti terner és kvaterner keverékek tartalmazhatnak továbbá olyan adalékokat, amelyek elősegitik a keverékek ütéssel szembeni ellenállását, azaz az ütésállóságát. Ezen adalékok mennyisége általában 5-30 tömegrész 100 tömegrész keveréket számolva, bár ennél magasabb vagy ennél alacsonyabb mennyiségben is felhasználhatók. Az ütésállóságot befolyásoló adalékanyagokat a többi komponenssel általában a feldolgozási vagy formálási müveletnél keverjük el. Az ütésállóságot befo-

lyásoló anyagok tartalmazhatnak megfelelő hőstabilizátorokat, igy például fenolos antioxidánsokat, tiovegyületeket, szerves foszfor vegyületeket.

Az ütésállóságot befolyásoló adalékanyagok közé tartoznak továbbá a gumik, igy például a butadién-bázisu kopolimerek, etilén-propilén és etilén-propilén-dién gumi kopolimerek, akrilsav kopolimerek, igy például poli(butil-akrilát) és más hasonló anyagok. Ezen anyagok általában mag/kagyló szerkezetüek, vagy többrétegü elasztomerek, amelyeket emulzióban állitanak elő és a mag vagy az első réteg egy valamely fentiekben emlitett gumi-polimer és a kagyló vagy a külső réteg egy kemény de a keverék valamely komponensével kompatibilis polimer. A külső réteg tartalmazhat továbbá reakcióképes helyeket, amelyek a keverék legalább egyik komponensével reakcióba képesek lépni, igy például tartalmazhatnak sav vagy savanhidrid csoportokat, amelyek a polikaprolaktám terminális amincsoportjával reagálnak. Az ütésállóságot befolyásoló anyagok lehetnek továbbá metil-metakrilát polimerekből és poli(butil-akrilát)-ból álló rétegelt polimerek, sztirol-akrilonitril bevonatu butadién polimerek, metil-metakrilát és butadién-sztirol ojtott kopolimerek, sztirol-akrilonitril és etilén-propilén-gumi ojtott kopolimerek, és más hasonlók. A glutárimid polimereket tartalmazó kompatibilizált keverékek tartalmazhatnak továbbá még módositószerként üveg vagy más erősitő szálakat, vagy különösen töltő és erősitőszereket, igy például talkumot vagy más ásványi anyagot, kormot, üvegtesteket vagy fémrészeket. Általában a glutárimid komponens igen jó adhézióval rendelkezik az üveghez és más szervetlen töltőanyaghoz. Ezen keverékek tulajdonságai-

nak további módositását érhetjük el lánggátló anyagok, habositószerek, antioxidánsok, hőstabilizálók, pigmentek, csusztatóanyagok, antisztatizáló anyagok, különböző vezetőképes anyagok, szinezőanyagok, UV stabilizáló anyagok vagy más hasonló adalékok bekeverésével. A komponenseket egymással egyidejüleg is elkeverhetjük, de eljárhatunk ugy is, hogy az imid polimert először az egyik matrix polimerrel, majd azt követően a másik komponenssel keverjük el.

A nylon polimerek más termoplasztikus gyantákkal, igy például sztirol/akrilonitril, ABS, poli(alkilén-tereftalát), valamint polikarbonát polimerekkel alkotott keveréke vagy terner kombinációja nagy olvadék viszkozitást biztosit, különösen alacsony nyiróhatás esetén és ily módon ezek a keverékek alkalmasak hővel történő formázásra valamint fuvással végzett formázásra és igy igen előnyösen alkamazhatók például a következő területeken: autoipari célok, igy pl. gumiabroncsok, belső kárpitok, szerszám-, gép- és computer-házak, kerékpár abroncsok, tekebábuk, teniszütőkeretek és más szabadidő felszerelések előállitása.

A poliamid keverékekhez hasonlóan alkalmazhatók a különböző poliészter keverékek, igy például a poli(etilén-tereftalát), poli(butilén-tereftalát) és más hasonló anyagok hőre lágyuló müanyagokkal alkotott keverékei, amelyeket a találmány szerinti imid polimerekkel kompatibilizálunk. Ezen keverékek fokozott olvadék szilárdsággal, rugalmassági modulusszal, hőállósággal, valamint vizállósággal rendelkeznek és ily módon előnyösen alkalmazhatók csomagolási célokra, valamint üreges öntéseknél.

A találmány szerinti kompatibilizáló hatásu poliglutárimi-

deket, különösen azokat, amelyek poli(N-metil)-dimetil-glutárimid szegmenseket tartalmaznak, elkeverhetjük más, egyéb hőre lágyuló polimer-kombinációkkal is, amelyek lehetnek keverék polimerek, kopolimerek vagy ojtott vagy blokkpolimerek, igy például a következők (a következő felsorolásban "-" jelölés keverék polimereket, a "/" jelölés kopolimereket és a "//" jelölés ojtott vagy blokk polimereket jelent): butadién/sztirol/metakrilsav, sztirol/metakrilsav és metakrilsav többrétegü polimerek, poliamidok, poliamid-többrétegü polimerkeverékek, etilén/vinil-acetát, sztirol/akrilinitril, sztirol/akrilnitril--többrétegü polimerkeverék, sztirol/akrilnitril/etilén/propilén/dién gumikeverékek, α-metil-sztirol/akrilnitril, α-metil--sztirol/sztirol/akrilnitril, α-metil-sztirol/metil-metakrilát/etil-akrilát, butadién//akrilnitril/sztirol, polikarbonát, polikarbonát-többrétegü polimer keverékek, poli(butilén-tereftalát), poli(butilén-tereftalát)-polikarbonát keverékek, poli(butilén-tereftalát)-polikarbonát kopolimerek, poli(butilén-tereftalát)-többrétegü polimer keverékek, poli(butilén-tereftalát)/politetrahidrofurán, poli(vinil-klorid), poli(vinil-klorid)-többrétegü polimer keverékek, poli(vinil--klorid)-metakrilát keverékek, klórozott poli(vinil-klorid), akrilnitril/metakrilát-többrétegü polimer keverékek, akrilnitril/metakrilát/sztirol, epiklórhidrin/biszfenol-A kopolimerek, (ez tuóbbiakat fenoxi gyantaként is nevezik), poli(etilén-tereftalát) vagy más poli(alkilén-tereftalát), poli(etilén-tereftalát)-glikol, poli(etilén-tereftalát)-polikarbonát keverékek, polikaprolakton, poliarilát, biszfenol-A és izoftálsav és/vagy tereftálsav kopoliésztere, polimetakrilátok, poliace-

tát, szitrol/maleinsavanhidrid, sztrilol/maleimid, poli(vinilidén-fluorid), poli(vinilidén-fluorid)-többrétegü polimer keverékek, cellulózok, poli(etilén-oxid), poliamid imidek, poliéter-észterek, poliéter-észteramid és poliéter-amid, poli(fenilén-szulfid), poli(fenilén-oxid), poliszulfon, poli(fenilén-oxid)-polisztirol keverékek, poli(fenilén-oxid)--nagy ütésállóságu polisztirol keverékek, poli(vinilidén-klorid), poli(vinilidén-klorid)/metakrilnitril, poli(vinilidén--klorid)/metakrilát, poli(vinil-acetát), poli(éter-éter-keton), poli(éterimid), hőre lágyuló polimimdek, poliuretánok, valamint egyéb polimerek. Random és blokkopolimerek, amelyek különböző funkciós csoportokat tartalmaznak szintén alkalmazhatók és a fentiek szerinti polimerek, valamint ezek bármilyen keverékéből és imid kompatibilizálóból kvaterner vagy ennél több komponensü keverékek egyaránt készithetők.

A kompatibilizáló eljárásnál a matrix polimert elkeverjük a kompatibilizáló szerrel és adott esetben más egyéb komponensekkel, igy például töltőanyagokkal, szálakkal, ütésállóságot befolyásoló adalékokkal, más adalékokkal, katalizátorokkal, majd az igy nyert keveréket intenziv keverés mellett hőközléssel homogenizáljuk, amelyek során a polimer komponensek alacsony viszkozitása révén jelentős homogenizálódás megy végbe, valamint kapcsolási reakciók is végbemennek anélkül, azonban hogy bármelyik komponens bomlásnak vagy szintelenedésnek indulna, majd az igy kapott keveréket vagy táblává vagy pelletté vagy más további megmüveléshez alkalmas formává alakitjuk, vagy pedig a kapott keveréket közvetlenül formázzuk például filmmé, lemezzé vagy valamilyen más öntéssel formázható termékké.

Az intenziv kezeléshez Banubry keverőket, Brabender tipusu keverőket vagy más hasonlókat alkalmazunk, de a keverést végezhetjük hengerek között is, vagy pedig egy vagy két csigás extruderben, amely utóbbi az előnyös készülék.

Bizonyos adalékanyagokat a keverékhez a keverék olvadt állapotában adagolunk, miközben azokat pelletté, lemezzé, huzallá vagy más hasonlóvá dolgozzuk fel, ha az adagolást a szigorubb keverési körülmények alkalmazása után végezzük. Ilyen adalékok a kenőanyagok, a hőstabilizáló anyagok, pigmentek vagy festékek. A találmány szerinti, imid polimerekkel kompatibilizált matrix polimer keverékek a legkülönbözőbb felhasználási területeken alkalmazhatók. Ezen keverékek jó szilárdsággal, hőállósággal, feldolgozhatósággal, igy például jó olvadék szilárdsággal, termo formázhatósággal, továbbá alacsony nedvesség abszorpcióképességgel, előnyös felületi tulajdonsággal, kémiai ellenállóképességgel, kuszószilárdsággal, lángállósággal rendelkeznek, továbbá speciális adalékanyagokkal az időjárás állóságuk, valamint a különböző sugárzásokkal szembeni ellenállóképességük is biztositható. A feldolgozásukat extruderes fröccsöntéssel, lemez vagy film termoformázással, film vagy lemez orientációval, üreges öntéssel vagy más hasonló módon végezzük.

Autóipari területen a következők előállitásánál alkalmazhatók a találmány szerinti polimer keverékek: autóbuszoknál, személy- és teherautóknál, motorbicikliknél müszerfalak, müszerállványok, belső kárpitbevonatok, szegélyek, ablak szegélyek, légtelenitő szelepek, szemellenzők, gumiabroncsok, spoilerek, fejtámaszok, védőrácsok, kartácsok, betétek, háttám-

lák, buktatható panelek, lökháritók, külső és belső szegélyek, fogantyuk, övek, karosszériák, különböző motorházon belüli eszközök, igy például folyadék-tartályok, elosztó-fedelek, szelep--boritók, lengéscsillapitók, stb.

Nem-autóipari területeken például a következő termékek, alkatrészek eszközök előállitásánál alkalmazhatók: ablakok, ajtók, ablak- és ajtókeretek, boritóelemek, csövek, különböző csatornák, légkondicionáló berendezéshez való csövek, csapok, ajtó- és ablakboritók, keritések, tömitések, fa vasuti talpfát helyettesitő eszközök, müanyag téglák, betonadalékok, hardware-házak, doboz-zsanérok, tengelyek, zár-mechanizmusok, elektromos szerelőlapok, és gyermekek érintésétől védett dugaszolóaljzatok, WC- és fürdőszoba-egységek, továbbá különböző müszaki területeken alkalmazható eszközök, igy például computer-dobozok, keyboard-ok, TV-dobozok, hütőszekrények, ajtóboritók, mosógép-lemezek, hordozható szekrények, elektromos szigetelőanyagok, szerszámházak, szerszámfogantyuk, igy pl. furókhoz, csiszolószerszámokhoz, fürészekhez, elektronikai és elektromos területen áramköri lapok lámpák, computer-alkatrész tartólemezek, sztereo-berendezések dobozai, hangszerdobozok, zongorabillentyük, gitár-pengetők, hulladéktárolók, kamerák, hordozható magnók, VCR-dobozok, hóágyukhoz való boritások, mosógép-csövek, aktatáskák, bőröndök, kézitáskák, redőnyök, szivattyu-alkatrészek, összerakható butorok, edények, növénytárolók, nyitott táskák, stb.

Bizonyos keverékek teljesen vagy közel fényáteresztők, és ily módon felhasználhatók bevonatok, italtárolók, nagy intenzitásu világitó készülékek, lencsék, laboratóriumi eszközök,

áttetsző vagy átlátszó orvosi eszközök, áttetsző vagy átlátszó élelmiszercsomagolók, stb. előállításához.

A keverékek nem-szövött anyagokká is feldolgozhatók, ezek alkalmasak ruhák, lepedők, szalagok, szőnyeg hátsóboritók, babahajak, hálók, cigaretta-filterek, szijazatok, kötelek, zsinegek, futószőnyegek, stb. előállításához.

A különböző játékokat, szabadidő-eszközöket, babákat, játékautókat és hasonlókat, továbbá bicikli- és tricikli-alkatrészeket, épitészeti érintkezési elemeket, boritott mágneseket, szörfdeszkákat, csónaktesteket, uszodai eszközöket, uszodai boritókat, frisbeeket, siléceket, lesiklóléceket, szánkókat, játékdeszkákat ismert módon módon állitjuk elő.

A találmány szerinti keverékek előnyösen alkalmazhatók élelmiszeripari területeken is, igy élelmiszerek és italok tárolására, csomagolófóliák és védőeszközök, igy pl. zsákok, zacskók, fagyálló, hegeszthető vagy mikrohullámos sütőben is alkalmazható fóliák, tálcák stb. céljára. A keverékekből készült filmek lehetnek mono- vagy biaxiálisan orientáltak is.

A találmányt a következő nem korlátozó példákkal közelebbről illusztráljuk. A példákban a megadott mennyiségek, valmaint %-ok minden esetben tömeg egységet vagy tömeg%-ot jelentenek, hacsak másképp nem jelöljük.

1. példa

A példában bemutatjuk egy nagy ütésállóságu keverék előállitását, amelynél kis mennyiségü poliglutárimidet adagolunk polikaprolaktám és ABS polimer keverékéhez.

25000 átlagos molekulatömegü polikaprolaktámot 12 órán át 85°C hőmérsékleten vákuumban szárítunk (a továbbiakban PCL).

Poli(N-metil)-dimetil-glutárimidet (57 t% ciklusos imid egység, 1,83 t% kopolimerizált metakrilsav egység, molekulatömeg 90000) állitnuk elő Kopchik módszere szerint poli(metil-metakrilát)--ból és monometil-aminból kindulva (a továbbiakban a jelölése PGI-1). A sztirol-akrilometril ojtott kopolimer 70 t% gélfázist és 30 t% szilárd fázist tartalmaz, amely utóbbi sztirol-akrilnitril kopolimer, amely 22,5 t% 167000 átlagos molekulatömegü akrilnitrilt tartalmaz, a gélfázis pedig sztirol-akrilnitril kopolimer és polibutadién ojtott kopolimere, amely 50% gumi fázist és 46 t% butadiént tartalmaz. Ezt az anyagot 12 órán át 75°C hőmérsékleten száritjuk bekeverés előtt, jelölése ABS-A. A kisérletnél a PCL mennyisége állandóan 60%, a fentmaradó rész PGI-1 és ABS-1. A keverékeket Killion tipusu egycsigás extruderben (átmérő 25,4 mm, nagy nyiróhatás, kompressziós arány 3/1) keverjük el olvadék formájában. Az extrudálással kapott pelleteket ismételten extrudáljuk az egyenletes eloszlás érdekében. A huzószilárdság és ütésállóság meghatározásához szükséges mintatesteket fröccsöntéssel állitottuk elő Arburg All--rounder 305-210-700 tipusu csigás fröccsöntő berendezéssel, csigasebesség 260 fordulat/perc, fröccsöntési nyomás 100 bar, tartási nyomás 50 bar, fröccsöntési idő 5 mp, tartási idő 2 mp, hütési idő 45 mp, hütőviz hőmérséklete 70°, hengerhőmérséklet 240-260°C. A Notched Izod ütésállóságot az ASTM D256 előirásai szerint végeztük 3,18 mm-es próbatesteken, szobahőmérsékleten. A törőerőt Instron Model 1137 feszültségvizsgálóval mértük.

1. táblázat

Poliglutárimid hatása az ütésállóságra és törési szilárdságra polikaprolaktám/ABS keverék esetén

Példa	Keverék *			Nem-rovátkolt	Törési
száma	PCL	ABS	PGI	Izod ütésállóság	nyulás
1-a	60	40	0	7,6	40
1-b	60	38	2	18,0	105
1-c	60	36	4	17,4	185
1-d	60	34	6	16,3	---
1-e	60	33	8	16,3	165

* Tömeg%

2. példa

A kisérletnél különböző polimereket alkalmazunk a keverékek tanulmányozása érdekében. A legtöbb esetben a polimerek kereskedelmi forgalomban beszerezhetők és igy a stabilizátorok tipusa és mennyisége nem ismert. A legtöbb polimer feltehetően homopolimer. A sürüség értékeket, a folyási indexeket, valamint a belső viszkozitás értékeket ahol ismertük megadtuk, az alkalmazott anyagok általában öntésre alkalmas anyagok.

Az ABS-2 tipusu anyag feltehetően hasonló de nem azonos az 1. példa szerinti anyaggal, azaz egy sztirol/akrilnitril 79/21 kopolimer és polibutadién ojtott polimerje. A módositott akrilsav kereskedelmi keverék, amelyről ismert, hogy átlátszó, és amely metil-metakrilát/etil-akrilát kopolimer, amely butil-akrilát/sztirol kopolimer mag/kagyló módosító anyaggal van módositva és metil-metakrilátba ojtva.

A cilokhexil-metakrilát kopolimert ugy állitottuk elő, hogy a két monomer gázmentesitett keverékét poli(vinil-alkohol)

anyagu edényben 0,5 tömeg% n-dodecil merkaptán és szabad gyökös iniciátor jelenlétében kopolimerizáltuk 80°C hőmérsékleten egy éjszakán át, majd 4 órán át 120°C hőmérsékleten tartottuk. Ezután az edényt eltávolitottuk és a kapott polimert granuláltuk.

2. táblázat
Keverékekben alkalmazott polimerek

Név	Közelitő összetétel	Gyártócég	Röviditás	Választott tulajdonság
Tyril	S/AN-75/25	Dow	SAN	d=1,08 g/cm^3 folyási index=0,75 g/perc
Carodel	Poli(etilén-tereftalát) 3% izoftalátsav	ICI	PET	d=1,05 g/cm^3 belső viszkozitás =0,85
Merlon M50	Polikarbonát	Mobay	PC	d=1,20 g/cm^3 folyási index=0,6 g/perc (O)
Valox 310	Poli(butilén-tereftalát)	General Electric	PBT	d=1,48 g/cm^3
Lustran	S/AN-butadién, 21% AN	Monsanto	ABS-2	d=1,04 g/cm^3 folyási index=0,17 g/perc (1)
Capron	Poli(kaprolaktám)	Allied	PCL	MW=20000-30000 [NH_2]=50 meq/kg d=1,13 g/cm^3
Himont	Poli(propilén)	Himont	PP	Folyási index=0,4 g/perc
Petrothene LR734	Poli(etilén)	USI	LDPE	d=0,954 g/cm^3 folyási index=0,38 g/perc
Plexiglas DR	Módositott akrilsav	Rohm and Haas	PMMA	Folyási index=1 g/perc d=1,15 g/cm^3
Styron 666 APR	Poliszitrol	Dow	PS	Folyási index=9,1 g/perc d=1,04 g/cm^3
Ciklohexil-met akrilát-co-metil-akrilát	20% Ciklohexil-met-akrilát	Rohm and Haas	CHMA	NA
Kynar 740	Poil(vinil-fluorid)	Pennwalt	PVDF	d=1,78 g/cm^3 MW=45000

3. példa

A példában a különböző poliglutárimidek alkalmazását mutatjuk be, amelyek mindegyikét a Kopchik féle módszerrel állitottuk elő. A kiindulási metakrilsav polimer 20,3 mm átmérőjü ellenirányban forgó ikercsigás extruderbe tápláltuk be, amely egy plasztifikáló és a polimer olvasztására szolgáló eszközzel, továbbá egy hozzá csatlakoztatott ammónia vagy amin adagoló, nyomás alá helyezhető szerkezettel (ez a zóna azon estekben, amikro a sav-csökkentésre nincs szükség, csupán szállitó zónaként szolgált) az alkilezőszer adagolására szolgáló, továbbá az illékony komponensek vagy a visszamaradt amin eltávolitására szolgáló, valamint adott esetben az alkilezőszer felesleg adagolására szolgáló szerkezettel és a reakciótermékek, valamint az olvadt polimer huzal formájában való eltávolitására szolgáló eszközzel volt ellátva. A berendezés részletesen a 4 727 117 számu amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leirás 21-27. példájában van ismertetve.

A PI9 jelü mintát α-metil-sztirol/metil-metakrilát/etil-akrilát 24/76/2 terpolimerből (MW kb. 110000) állitjuk elő. A PI-2,3,6,7,8,10 és 11 jelü mintákat kb. 150000 átlagos molekulatömegü poli(metil-metakrilát) homopolimerből nyerjük. A többi PI jelü mintákat hasonló, de 90000 átlagos molekulatömegü polimerből nyerjük. A PI-11 jelü mintát difenil-oldatban cetil-aminnal állitjuk elő. A PI-7 és PI-8 jelü mintákat metil-amin helyett ammóniával nyerjük. A PI-6 jelü mintát teljes mértékben savmentesitettük dimetil-karbonát alkalmzásával, a PI-7 jelü mintában az eredeti savmennyiséget 50%-al csökkentettük.

3. táblázat
Poliimid adalékok

Pld.	%N	Össz	Szabad savtart.%	Anhidrid % savtart.%	Vicat (°C)
PI12	6,5	4,5	2,9	1,6	151
PI3	4,8	2,79	1,83	0,96	144
PI4	4,87	2,66	1,99	0,67	142
PI5	4,87	2,21	1,73	0,67	142,5
PI6	6,20	0,41	0,07(a)	0,34	140
PI7(b)	2,3	N	N	N	144
PI8(b)	4,5	N	N	N	170
PI9	3,1	5,1	4,1	1,0	154
PI10(c)	N		~10~20		188
PI11(d)	0,24	3,3	0,7	2,6	45
PI12	4,9	3,1	2,0	0,9	*
PI13	7,6	6,7	5,9	0,8	171

*Analizis folyamatban

(a) Dimetil-karbonáttal kezelve

(b) ammónia imidizáló szer

(c) ciklohexil-amin imidizáló szer

(d) cetilamin imidizáló szer

N= nem vizsgált

4-11. példák

Ezekben a példákban a polikaprolaktám (nylon-6) és egy másik termoplasztikus polimer keverék imid polimerrel való kompatibilizálását mutatjuk be. Amennyiben másképp nem jelöljük, ugy jártunk el, hogy a nylon-6 (PCL) és a másik termoplasztikus müanyag keverékéből készült pelleteket imidizált akrilsav pelletekkel kevertük el, majd a kapott polimer keveréket egycsigás 25,4 mm-es Killion extruderben (L/D=30) konstans hőmérsékleten extrudáltuk. (Az extruder henger egy gravitációs adagolózónából, két reakciózónából, és két szerszámzónából áll). A reakciózónát követően egy rövid vákuumzóna is van, amely lehetővé teszi az etxrudálás során keletkező illékony melléktermékek elvezetését. Miután az extru-

der elérte a konstans hőmérsékletet, átöblitettük akrilsav olvadékkal, majd a gravitációs adagolózónán keresztül a kontroll vizsgálat szerinti anyagot (ez imid anyagot nem tartalmaz) adagoltuk be és hagytuk 2-3 percen át a készülében. Az anyagot ezután 100 fordulat/perc csigasebesség mellett vákuumban (kb. 633 Hgmm) extrudáltuk, majd az extrudált huzalokat 1,2 m hosszu vizfürdőben lehütöttük, majd pelletizáltuk. A reakciózóna hőmérséklete 200-286°C volt, mig a beadagoló és szerszámzóna hőmérséklete 200-235°C.

A mechanikai vizsgálatokhoz (ASTM előirás) a mintatesteket fröccsöntéssel állitottuk elő Newbury Injection Molding berendezésen 218-222°C hengerhőmérséklet és legalább 400 frodulat/perces csigasebesség mellet. A fröccsöntési nyomást 2070 kPa értéken, mig az utónyomást 690 kPa értéken tartottuk . Az olvadék képzési hőmérséklet 90-95°C. Az össz ciklusidő 45 mp, ezen belül 15 mp a fröccsöntési idő, kb. 50 g méretü minták esetében. Az igy kapott Izod, Dynatup mintákat az ASTM előirásainak megfelelően 50% relativ nedvességtartalom mellett 24 órán át kondicionáltuk mielőtt a huzási és ütőszilárdsági vizsgálatokat elvégeztük.

4. példa

A kapott eredmények szerint a huzási és szakadási értékek jelentős javulást mutatnak a nylon-6/SAN 3/2 arányu keverékéhez adagolt imid tömeg%-ának függvényében, mig ezen anyagok modulusa viszonylag az összetételtől független. Az ütésszilárdsági vizsgálatok szerint az anyagok ütőszilárdsága a PI3 imid adagolásakor növekedett. A nem rovátkolt Izod értékek 839%-os növekedést mutattak a kontroll mintához viszonyitva 10% PI3

adagolása esetén. Hasonló növekedést állapitottunk meg a rovátkolt Izod értékek esetében is. A Dynatup vizsgálatoknál a törés bekövetkeztéig való terhelhetőség lineárisan növekedett az imidtartalommal. Ezen tulmenően az extrudált huzal külső megjelenése is jobb volt a PI3 adalék esetén. A nem kompatibilizált keverék igen alacsony olvadék szilárdságot, nagy felületi durvaságot és jelentős duzzadást mutatott a szerszám mérethez képest. A PI3 adagolásával az emlitett duzzadás megszünt, az olvadék szilárdság növekedett és a lehütött huzalok felületet sima és egyenletes volt. A részlegesen sav-csökkentett poliglutárimidek (PI12) alkalmazásával a nyulási tulajdonságok javultak.

5. példa

Az elvégzett vizsgálatok szerint a nylon-6/polipropilén 1/1 arányu keverékének tulajdonságai 10 t% PI10 adalék hatására jelentős mértékben javultak. Igy javult a folyási feszültség a modulus, a rovátkolt Izod, valamint a DTUFL tulajdonságok értéke, mig a szakadási nyulás értéke csökkent. Meglepetésszerüen a 3. példa szerinti metilimid némiképpen hasonló tulajdonságu, bár ez a polipropilénnel inkompatibils.

6. példa

Az elvégzett vizsgálatok szerint a nylon-6/ABS 9/1 keverékek mechanikai és termomechanikai tulajdonságai 20 t% PI3 adagolásával jelentásen javulnak. Bár a szakadási nyulás némiképpen csökken, a folyási feszültség a modulus, a nem rovátkolt Izod érték, terhelés alatti szakadás, valamint a DTUFL érték 1,82 MPa-nál jelentős mértékben emelkedett. Hasonló eredményeket kaptunk a nem rovátkolt Izod értékekre is.

7. példa

Az elvégzett vizsgálatok szerint a nylon-6/PBT 1/1 arányu keverékek mechanikai és termomechanikai tulajdonságai jelentősen javultak PI3, PI2 vagy PI13 imid adalék jelenlétében. A szakadási nyulás növekedése 400%-os volt, 5% PI2 és 887%-os 5% PI13 jelenlétében. A szilárdság mindegyik imid adalék esetében növekedett és függtelen volt az összetételtől és/vagy az imid tipusától, mig a modulus értékek közel konstans értéket mutattak mindenféle összetételnél és imid tipusnál. A nem rovátkolt Izod értékek jelentős mértékben növekedtek mindegyik imid adalék esetében és hasonló növekedést állapitottunk meg a rovátkolt Izod értékeknél is. Az 1,82 MPa-nál mért DTUFL értékek minden imidtartalmu kompoziciónál növekedtek, a maximális értéket 43°C értéken 20 t% mennyiségü PI13 esetében értük el.

A keverékek szivósságának fokozódását figyeltük meg EXL-3330 vagy KM-330 kereskedelmi forgalomban beszerezhető ütésállóságot módositó anyagok esetében, amelyeket PVC-hez és nagy akrilát tartalmu magot és poli(metil-metakrilát) kagylót tartalmazó müszaki gyantákhoz alkalmaznak. A szivósság növekedése nem volt jelentős KM-653, valamint MBS modifikáló anyagok esetében, amelyeket poliészter modifikáláshoz árulnak.

8. példa

A polikarbonát és nylon keverékek esetében az EXL-3386 jelü mag/kagyló tipusu butil-akrilát/metil-metakrilát ütésállóságot módositó anyag került alkalmazásra, amelyet a 259097 számu európai szabadalmi leirás szerint állitanak elő.

Megállapitottuk, hogy bizonyos esetekben nagyobb ütésállóság emelkedés volt megfigyelhető a találmány szerinti poliglu-

tárimiddel kompatibilizált keverékek esetében, mint az olyan bimer keverékeknél, amelyek az emlitett ütésállóságot módositó anyagot tartalmazták. Megállapitottuk továbbá, hogy az akrilsav ütésállóságot módositó szerek és az imid kompatibilizáló szer együttes hatása igen jelentős mértékben fokozta a keverék szivósságát.

9. példa

Megállapitottuk a PI2 jelü adalék hatásosságát, de ugyanakkor meglepő volt, hogy a magasabb imidizációs foku PI13 jelü minta kisebb kompatibilizáló hatást mutatott PCL és poli(etilén-tereftalát) esetében.

10 és 11. példák

Az elvégzett kisérlet szerint növekedett a kapott huzal egyenletessége, valamint a DTUFL érték, ugyanakkor más tulajdonságokban nemigen következett be változás. Ezt annak tulajdonitjuk, hogy a 24% α-metil-sztirol csoportot tartalmazó imidizált PI9 jelü minta nem kompatibilis a polisztirol matrix polimerrel.

11 és 12. példák

Az elvégzett kisérletek szerint fokozott kompatibilitás figyelhető meg metakrilsav homopolimer (ütésállóság módositó anyag) és metakrilsav kopolimer (nem ütésállóságot befolyásoló anyag) és bizonyos poliglutárimidek között.

13-15. példák

Ezekben a példákban további terner keverékeket mutatunk be, amely az egyik matrix keverékként polikaprolaktámot és kompatibilizáló szerként glutárimid polimereket tartalmaz. A 13. példa tanulsága szerint a polikaprolaktám-poli(vinilidén-

-fluorid) keverékek ütésállósága növekedett. A 14. példa szerint a nylon-poliacetál 1/1 keverékek ütésállósága bizonyos glutárimidek jelenlétében megnövekedett, bár nagy mértékben imidizált minták, amelyekben a sav-csökkentés nem lett elvégezve, káros hatásuak voltak az ütésállóságra, de ugyanakkor a hővel szembeni ellenállás fokozódott.

A 15. példa szerint a polikaprolaktám és fenoxigyanták kompatibilis keverékének szivóssága és hőállósága növekedett glutárimid polimer jelenlétében.

16-20. példák

A példákban három matrix polimerből álló keverék poliglutárimiddel végzett kompatibilizálását mutatjuk be. Mindegyik példában az egyik matrix polimer polikaprolaktám volt.

Hacsak másképp nem jelöljük, a terner keverékek esetében nylon-6 (PCL) polimert egy második, harmadik hőre lágyuló komponenssel kompatibilizáltunk imidizált akrilsav (20%) pelletek adagolásával, amelyet a szintén pelletizált keverékhez adagoltunk és a kapott kvaterner keveréket egycsigás 1" Killion extruderben (L/D=30) extrudáltunk konstans hőmérsékleten. Az extruder henger kialakitása, a reakciózónák átöblitése, valamint az extrudált huzal hütése és a pelletezés azonos volt a 4-11. példáknál leirtakkal. Az extruder reakciózónájának hőmérséklete 200-271°C értékü, mig az adagoló és szerszámzóna hőmérséklete 200-235°C volt.

A mechanikai vizsgálatokhoz (ASTM előirások) szükséges mintákat fröccsöntéssel állitottuk elő Newbury Injection Molding berendezés segitségével, a 4-11. példákban leirtak szerint. A kapott mikrohuzási, Izod és Dynatub mintákat

az ASTM előirásainak megfelelően 50% relativ nedvességtartalom mellett 24 órán át tároltuk a huzási és ütésállósági vizsgálatok elvégzése előtt.

16. példa

Az elvégzett kisérletek szerint a nylon-6/SAN/PC 3/2/3 arányu keverékének mechanikai és termomechanikai tulajdonságai 20 t% poliimid PI2 adalék jelenlétében javultak. A huzási tulajdonságok 206%-os javulást mutattak a szakadási nyulás esetében és 1150%-ot a modulus esetében. A nem rovátkolt Izod minták esetében közel ötszörös növekedést mértünk az ütésőlló-ságra. Hasonló eredményeket kaptunk a nem rovátkolt Izod kisérletek esetén. A terhelés alatti szakadás 350%-al javult, mig az 1,82 MPa esetében mért hőállóság 30°C fölé emelkedett. A fenti körülmények között, de T-142 adalék nélkül extrudált minták olvadékszilárdsága kicsi volt, a szerszám utáni duzzadás nagy, és a hütés után nyert felület pedig durva volt. Az imid adalék adagolása után ezek a tulajdonságok javultak.

A 17. és 18. példák szerint a DTUFL értékek javultak, mig a többi tulajdonság a PCL, ABS és PBT (poli(butil-tereftalát) esetében nem változtak.

A 19. és 20. példák szerint mindezen tulajdonságok javultak és különösen javult a nylon-6, ABS és polikarbonát-tartalmu két különböző arányu terner keverék hőállósága.

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
4. Nylon-6/SAN (3/2)	t% imid						
a	0	45	47,6	1959	100,0	66,7	92,4
b	PI3,1%	58	51,8	2041	407,0	74,1	89,1
c	PI3,2%	59	51,0	1917	550,0	68,5	89,5
d	PI3,4%	93	50,0	1897	669,4	75,7	86,8
e	PI3,6%	96	50,5	1883	348,2	82,8	90,9
f	PI3,10%	>100	51,8	1959	839,0	100,0	90,4
g	PI12,1%	10	65,4	2234	567,1	62,7	89,0
h	PI12,2%	144	66,3	2324	663,6	62,7	89,0
i	PI12,4%	267	66,7	2255	657,7	66,3	88,6
j	PI12,6%	267	67,7	2248	720,8	60,7	91,9
k	PI12,10%	246	69,4	2359	454,2	59,6	91,9
l	PI6,10%	3	0	2455	230,6	91,8	89,5

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék - 5. Nylon-6/poli-propilén (1/1)	t% imid						
a	0	13	24,5	1421	200,3	51,9	53,5
b	PI10,10%	8	35,6	1662	230,0	51,7	62,9
c	PI13,20%	7,3	39,6	1945	226,8	40,0	84,3
-Keverék - 6. Nylon-6/ABS (9/1)	t% imid						
a	0	326	41,0	1628	1346,0	181,6	60,4
b	PI3,20%	302	43,7	1814	2740,7	518,9	89,0

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
7. Nylon-6/PBT (1/1)							
	t% imid						
a	0	3	0	2007	411,3	375,0	58,4
b	PI3,5%	123	54,4	2138	1168,6	322,4	68,4
c	PI2,5%	120	54,0	2076	1558,3	358,3	67,0
d	PI13,5%	266	54,3	2117	1227,2	555,4	62,0
e	PI2,20%	187	57,2	2269	695,9	518,7	99,2
f	PI13,20%	181	56,8	2248	726,1	518,1	101,1
g	PI2,8%	174	41,1	1827	892,0	255,0	70,0
	EXL 3330,15%						
h	PI2,8%	152	44,0	1834	2067 (függ.)	389,0	68,1
	15% KM 330						
h	PI2,8%	154	44,0	1958	1083	361,0	61,1
	15% KM 653						

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
8. Nylon-6/PC (1/1)							
	t% imid						
a	0	74	53,5	2145	11,7 (rovátkolt)	46,3	104,1
b	PI2,1%	149	52,0	1862	14,3 (rovátkolt)	43,1	110,0
c	PI2,10%	147	54,6	2014	60,4 (rovátkolt)	214,4	120,0
d	PI2,20%	132	57,9	2228	10,6 (rovátkolt)	42,1	116,3
e	PI2,16,7% KM 330, 16,7%	129	48,8	1931	165,4 (rovátkolt)	448,1	119,5
f	PI2,16,7% EXL 3330, 16,7%	128	48,3	1917	145,2 (rovátkolt)	449,2	119,7
g	KM-330	124	42,1	1634	78,5 (rovátkolt)	285,7	107,3
h	PI2, 16,7% KM653, 16,7%	123	46,1	1869	420,3 (rovátkolt)	386,0	109,6
i	PI2, 16,7% EXL-3386, 16,7%	125	47,2	2007	117,7		
j	EXL-3386, 20%	118	33,7	1538	54,6 (rovátkolt)		
k	PI12, 10%	151	59,5	2483		68,9	109,6
l	PI12, 20%	137	64,1	2607		65,6	112,2

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
9. Nylon-6/PET (1/1)							
	t% imid						
a	0	3	0	2297	93,5	32,7	73,1
b	PI2, 5%	138	60,3	2372	284,1	32,7	73,4
c	PI2, 10%	138	59,2	2593	324,7	75,6	73,5
d	PI13, 5%	3	0	2110	225,9	61,2	72,6
e	PI13, 10%	2	0	2441	122,8	61,2	71,6
-Keverék -							
10. Nylon-6/PS (1/1)							
	t% imid						
a	0	3,34	0	2338	371	57,5	85
b	PI9, 10%	3,26	0	2565	230	59,0	91
c	PI2, 10%	3,90	0	2469	254	44,0	90

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
11. Nylon-6/PMMA (1/1)							
	t% imid						
a	0	37	41,4	1483	37,6 (rovátkolt)	52,1	74
b	PI8, 20%	138	53,0	2034	63,7 (rovátkolt)	232,6	90
c	PI12, 20%	47	53,0	1910	42,9 (rovátkolt)	74,1	93
-Keverék -							
12. Nylon-6/CHMA (7/3)							
	t% imid						
a	0	184,3	38,0	1745	238,5	86,1	90,1
b	PI10, 5%	53,5	56,8	2041	240,0	N	N
c	PI4, 5%	130,6	54,7	1683	667,8	85,7	89,6

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
13. Nylon-6/PVDF (3/2)							
	t% imid						
a	0	266	51	2048	359,3	370	59
b	PI3,10%	282	55	2337	1234,1 (rovátkolt)	273	59
c	PI3, 20%	341	50	2055	1587,8	50	
d	PI12, 20%	333	52	2255	982,6	129	57
-Keverék -							
14. Nylon-6/poliacetál (1/1)							
	t% imid						
a	0	160,3	41,9	2021	710,2	61,6	72,8
b	PI13, 10%	127,5	45,2	2179	437,6	7,2	106,3
c	PI2, 10%	159,2	48,3	2352	1869 (80% duktilis) 950,5 (20% merev)	64,7	107,6
d	PI12, 10%	182,9	51,6	2400	1858 (80% duktilis) 950,5 (20% merev)	70,1	

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
15. Nylon-6/fenoxi (1/1)							
	t% imid						
a	0	147,1	59,2	2407	2346 (70% duktilis) 1062,7 (20% merev)	403,6	70,2
b	PI2, 10%	200	64	2670	3449 (80% duktilis) 350,8 (20% merev)	107	80
-Keverék -							
16. Nylon-6/SAN/PC (3/2/3)							
	t% imid						
a	0	18	0	233	90,6	204,7	73,1
b	PI2, 20%	127	70,2	2690	480,4	704,0	104,7
-Keverék -							
17. Nylon-6/SAN/PBT (3/2/3)							
	t% imid						
a	0	2,9	0	2428	65	65,0	88,0
b	PI4, 20%	4,1	0	2697	357	69,0	99,0

4. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási § szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
18. Nylon-6/ABS/PBT (9/1/9)							
	t% imid						
a	0	2,9	0	2021	496	63,0	71,1
b	PI4, 20%	6,8	62,1	2214	592	56,0	99,0
-Keverék -							
19. Nylon-6/ABS/PC (3/2/3)							
	t% imid						
a	0	138,5	55,5	2372	399,1	50,8	87,8
b	PI2, 20%	140,6	64,2	2593	673,6	53,5	96,6
-Keverék -							
20. Nylon-6/ABS/PC (9/1/9)							
	t% imid						
a	0	22,2	60,4	2338	430,9	46,7	86,7
b	PI2, 20%	131,5	65,7	2566	513,6	55,1	99,3

21. példa

A kisérletnél poli(vinil-klorid) homopolimer (Fikentscher K érték 58), amely lemezes és üreges termékek előállitására alkalmas, valamint egy PVC-vel inkompatibilis terpolimer, amely α-metil-sztirol/metil-metakrilát/etil-akrilát 24/74/2 arányu keveréke és molekulatömege 110000, és egy 90000 molekulatömegü poli(N-metil-dimetil-glutárimid) keverékét, amelyet a szabad sav- és anhidridtartalom csökkentése érdekében dimetil-karbonáttal reagáltatunk. Az összetétel a következő:

Komponens	pph
Oxy 190 PVC (K°58)	100
TM-181 (ón-stabilizátor)	2
Irisol-N (1% PVC-ben) (szinező)	0,06
Aldo MS csusztató	0,6
OP Wax csusztató	0,2
K-120ND feldolgozást elősegitő adalék	1
K-175 csusztató-feldolgozást elősegitő adalék	1
BTA-733 MBS ütésállóságot befolyásoló	16
Üzemi hőm.-et módositó anyag	20 - 40

A kisérletnél a poliglutárimidet (jele Modifier 1) és az α-metil-sztirol terpolimer (jele Modifier 2) előzőleg elkevertük, mielőtt a PVC-hez adagoltuk volna. Az előkeverést, illetve előformázást egycsigás extruderben végeztük, amelyben a keverőcsiga átmérője 20,3 mm és a szerszám átmérő 20,3 mm volt. A fütőzóna hőmérséklete 232°C, a csiga sebesség 100 fordulat/perc

volt. A PVC keverék minden komponensét szárazon elkevertük, majd olaj fütésü kéthengeres keverőben 185°C hőmérsékleten 6 percen át őröltük. A kapott lemezeket eltávolitottuk, majd nyomás alatti öntéssel 165x254x3,2 mm-es lemezeket formáztunk 3 percen át 105°C hőmérsékleten alkalmazott 53000 kg nyomással, majd 2 percen át 185°C hőmérsékleten 370000 kg nyomás alkalmazásával, majd 6 percen át 70°C hőmérsékleten való tartással. Az igy kapott lemezeket ezután 60,3x101,6 mm-es darabokra végtuk, az optikai tulajdonságok vizsgálatához. Négy mintát vizsgáltunk és a kapott eredményeket az alábbi táblázatban foglaljuk össze. Az átlátszóságot vizuálisan értékeltük, az 1 érték volt a leg átlátszóbb. A 21-d példa szerinti javult átlátszóság a 21-b példához vizsonyitva azt mutatja, hogy a poliglutárimid jelenléte fokozza a kompatibilitást.

		Átlátszóság:
Példa 21-a	Módositó anyag nincs (kontroll)	enyhén homályos, 1
Példa 21-b	Modifier 2, 20 pph	opak, 4
Példa 21-c	50:50 Mod.1:Mod 2 keverék:20 pph	homályos, 2
Példa 21-d	50:50 Mod.1:Mod 2 keverék:40 pph	homályos, 3

22-24. példák

Az elvégzett három kisérletben bemutatjuk a poli(butilén--tereftalát) és egy másik matrix polimer keverék kompatibilitásának javulását poliglutárimid jelenlétében. A 22. példában poli(butilén-tereftalátot) (PBT) sztirol-akrilnitril (SAN) kopolimerrel keverünk el és a keverék szilárdsági tulajdonságai, valamint hőállósága javult, bár az ütésszilárdság csökkent. A 23. példa szerint, amelyben ABS polimer a másik matrix polimer, lényeges javulás figyelhető meg a hőállóságban, bár az

ütésállóság csökkent. A 24. példában a PBT/polikarbonát keverék legtöbb tulajdonsága meglepetészerüen romlik, bár a terner keverék sürübb lett. Mivel ebben a keverékben nagy mértékben imidizált, nagy molekultömegü poliglutárimidet alkalmaztunk, megállapitható volt, hogy a molekulatömeg és feltehetően az imidizáció mértékének csökkentésével jobb eredményt lehet elérni.

25-26. példák

Ezen kisérleteknél bemutatjuk a PBT/SAN/polikarbonát keverékek kompatibilizálást különböző arányban adagolt poliglutárimid jelenlétében. A lényeges tulajdonságok nem változtak, ugyanakkor a hőállóság minden esetben nőtt.

27-28. példák

Ebben a példában bemutatjuk a poliglutárimidek alkalmazását poli(etil-tereftalát) és egy másik, sztirol/akrilnitril egységeket tartalmazó matrix polimerből álló keverékeknél. A 27. példában a keverékben gumifázis nem volt jelen, a keverék tulajdonságai nem javultak a vizsgált poliglutárimidek jelenlétében. A gumitartalmu ABS mintánál a 28. példában bizonyos kombinációk vagy az ütőszilárdság vagy a hőállóság esetében mutatnak javulást.

29-30. példák

Ezen kisérleteknél a PET és más müszaki gyanták keverékeit vizsgáltuk. Glutárimid jelenlétében a 29. példa szerint a poliacetál esetében a hőállóság javul és csak kis mértékben romlanak egyéb tulajdonságok. A 30. példa szerint fenoxigyanta esetében a legfontosabb hatás, hogy a nyulási szilárdság és ugyanakkor a huzási szilárdság is nő. A terner keverékek különösen a

PI3 tartalmu keverékek jelentős mértékben átlátszóak fényre (Hunter értékek az átlátszóságra). 3,2 mm nagyságu lemezeken a következő értékeket nyertük:

a) 17%-os transzmisszió,

b) 22%

c) 49%

d) 26%

e) 74%

31-32. példák

Ezen kisérleteknél matrix polimerként poli(biszfenol-A--karbonátot) más néven poli(p,p'-izopropilidén-biszfenol--karbonát) alkalmaztunk. A 31. példában a sztirol/akrilnitril keverékben némiképpen javult a nyulási szakadás értéke, valamint a nyomószilárdság. A 32. példában a polipropilénes keverék esetében, amelynél egyik komponens sem kompatibilis, javulás mutatkozott a szivósságban, de ugyanakkor csökkent a hőálóság értéke.

33-34. példák

A kisérletnél a keverékekben teljesen vagy részlegesen sav-csökkentett poliglutárimideket alkalmaztunk. A 33. példában felhasznált poliglutárimid teljesen sav-csökkenett volt, ebben az esetben javult a nyulási szakadás értéke, és a nyomószilárdság. A 34. példában alkalmazott PI13A jelü poliglutárimid abban különbözött a PI13A jelü poliglutárimidtől, hogy annak a savtartalmát teljes mértékben dimetil-karbonáttal végzett reakcióval csökkentettük le.

5. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
22. PBT/SAN (3/2)							
	t% imid						
a	0	125,1	69,8	2683	407	59,9	91,0
b	PI3, 10%	140,9	74,7	2828	357	54,2	95,4
-Keverék -							
23. PBT/ABS (9/1)							
	t% imid						
a	0	198	52	2214	2279	470,2	60
b	PI3, 20%	201	57	2414	992	115,9	87
-Keverék -							
24. PBT/PC (1/1)							
	t% imid						
a	0	183	59	2124	defrom.	514,0	109
b	PI3, 10%	16	63	2462	636	80,6	109

5. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
25. PBT/SAN/PC (3/2/3)							
	t% imid						
a	0	143	69	2607	1908	547,7	98
b	PI4, 20%	129	74	2600	1802	585,7	104
-Keverék -							
26. PBT/SAN/PC (9/1/9)							
	t% imid						
a	0	166	62	2290	defrom.	525,5	106
b	PI4, 20%	117	67	2427	defrom.	536,8	110
-Keverék -							
27. PET/SAN (3/2)							
	t% imid						
a	0	69	69	2634	330	85,2	90
b	PI4, 10%	141	69	2703	286	62,5	88
c	PI4, 20%	74	68	2655	226	63,2	89
d	PI12,10%	3	0	2703	252	78	89

5. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
28. PET/ABS (1/1)							
	t% imid						
a	0	242	46,3	2117	1693 (80% duktilis) 367,9 (20% merev)	387,9	77,4
b	PI2, 10%	200	51,1	2407	1009 (100% duktilis)	165,0	82,5
c	PI13, 10%	188	53,2	2434	1009 (100% duktilis)	164,0	77,6
d	PI6, 10%	201	51,1	2407	1218 (80% duktilis) 624,8 (20% merev)	333,3	77,2
e	PI14, 10%	52,1	50,1	2393	233,9	86,7	74,1
f	PI14, 5%	105,6	50,8	2386	375,9	92,4	80,0
	PI14, 5%						
g	PI12, 5%	205	51,5	2372	1330 (100% duktilis)	156,6	84,6
	PI6, 5%						

5. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
29. PET/poliacetil (1/1)							
	t% imid						
a	0	315	59,3	2641	1826 (60% duktilis) 310,3 (40% merev)	72,7	83,4
b	PI12, 10%	300	62,3	2807	1506 (20% duktilis) 1031 (80% merev)	68,8	96,2
-Keverék -							
30. PET/fenoxi (1/1)							
	t% imid						
a		81	62,8	2540	1287 (75% duktilis) 860,0 (25% merev)	248,1	N
b	PI2, 10%	98	64,3	2720	395,2	94,8	72,1
c	PI12, 10%	171	62,8	2610	2851 (100% duktilis)	107,0	70,8
d	PI14, 10%	132	62,8	2660	120,7	107,0	69,8
e	PI3, 10%	165	65,0	2821	2274 (60% duktilis) 769,0 (40% merev)	132,2	70,1

5. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
31. PC/SAN (3/1)							
	t% imid						
a	0	139	69,0	2903	67,8 (rovátkolt)	478,6	123,3
b	PI4, 20%	149	72,7	2793	80,7 (rovátkolt)	539,5	118,8
c	PI2, 20%	143	72,2	2903	44,0 (rovátkolt)	496,3	123,3
-Keverék -							
32. PC/PP							
	t% imid						
a	0	7	37,7	1830	56,2 (rovátkolt)	31,9	121,5
b	PI13, 20%	25	40,1	1620	90m1 (rovátkolt)	45,1	104,3
-Keverék -							
33. SAN/PVDF (3/2)							
	t% imid						
a	0	3	0	3090		55	95
b	PI6, 10%	35	72	3158		52	95

5. táblázat

Nylont és imidizált akrilsavat tartalmazó többkomponensü polimer keverék tulajdonságai

Példa száma		Nyulási szakadás %	Folyási feszültség (MPa)	Modulus (MPa)	Izod (nem-rovátkolt) J/m	Dynatup terhelés (kg)	DTUFL (1,82 MPa °C)
-Keverék -							
34. Fenoxi/ABS (1/1)							
	t% imid						
a	0	105,6	52,0	2448	2472,3 (duktilis)	476,7	76,1
b	PI12, 10%	111,4	54,8	2552	2798,2 (duktilis)	515,6	82,8
c	PI13, 10%	105,6	55,0	2517	2274 (duktilis)	505,5	81,5

35. példa

Ebben a példában a PET, PCL és kereskedelmi forgalomban beszerezhető, funkciós csoportot nem tartalmazó ütésszilárdságot módositó anyagokból álló keverékeket mutatjuk be, ezek fokozott szilárdsággal rendelkeznek. Ezen keverékek esetében a glutárimid és a PCL közötti reakció végbemenetelét még nátrium-hidroxiddal katalizáltuk, de az elvégzett vizsgálatok tanulsága szerint a vizsgált tulajdonságokon javulás nem következett be.

A kisérletnél alkalmazott PI2 jelü poliglutárimidről ismert, hogy a polikaprolaktámmal szemben reakcióképes és ismert volt, hogy a nátrium-hidroxid ezt a rendszert katalizálni képes. Az Acryloid KM-330 jelü anyag egy mag/kagyló tipusu poli(butil-akrilát)//poli(metil-metakrilát) anyag, amely mint PVC ütésállóságot módositó anyag ismert, mig az Acryloid KM-653 jelü anyag egy mag/kagyló tipusu poli(butadién-sztirol)//poli(metil-metakrilát) anyag PVC-nél való ütésállóság módositásra. Egyik anyag sem tartalmaz funkcionális csoportot, amely a polikaprolaktám terminális amincsoportjával reakcióba léphet. Az adott esetben alkalmazott nátrium-hidroxidot az etanolos oldatból elpárologtattuk mielőtta keveréket formáztuk volna.

Amennyiben ütésállóságot módositó anyag nem volt jelen, a nem-rovátkolt ütésállósági szilárdság növekedett a poliglutárimid hatására. Ha ütésállóságot módositó anyag jelen volt és poliglutárimid is jelen volt, az ütésállóság lényegesen növekedett. Katalizátor alkalmazása egyetlen egy esetben sem növelte tovább az ütésállóságot.

Tömeg % Példa száma 35.	PCL	PET	Ütésállóság módosító *	PI2	NaOH (ppm)	Rovátkolt Izod, J/m	Nem-rovátkolt Izod, J/m
a	50	50	--	--	--	20	357
b	50	50	--	--	500	20	330
c	45	45	--	10	--	23	626
d	45	45	--	10	500	23	305
e	42,5	42,5	15(A)	--	--	27	265
f	38,25	38,25	15(A)	8,5	--	72	1495(**)
g	38,25	38,25	15(A)	8,5	500	45	950
h	42,5	42,5	15(B)	--	--	28	302
i	38,25	38,25	15(B)	8,5	--	43	593(**)
j	38,25	38,25	15(B)	8,5	500	36	854

(*) (A) KM-330 akrilsav módosító; (B) KM-653 butadién ütésállóság módosító

(**) Merev törés; duktilis törést szintén észleltünk

Szabadalmi igénypontok

1. Kompatibilis polimerkeverék, amely a következőket tartalmazza:

a) egy (I) általános képletnek megfelelő egységeket tartalmazó poliglutárimid - a képletben R_1 és R_2 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-20 szénatomos alkilcsoport, R_3 jelentése hidrogénatom, alkil-, cikloalkil-, aril-, alkaril- vagy aralkil-csoport, szubsztituált alkil-, szubsztituált cikloalkil-, szubsztituált aril-, szubsztituált alkaril-, szubsztituált aralkil-csoport, vagy szubsztituált heterociklusos csoport,

b) egy első matrix polimer, amely a poliglutárimiddel kompatibilis,

c) egy második matrix polimer, amely kompatibilis a poliglutárimiddel és adott esetben inkompatibilis az első matrix polimerrel,

azzal a megkötéssel, hogy egyik matrix polimer sem tartalmaz vinil-alkoholból formálisan levezethető egységet, továbbá azzal a megkötéssel, hogy ha az egyik matrix polimer egy aromás polikarbonát, a másik matrix polimer sztirol és akrilnitril egységeket tartalmazó polimertől eltérő polimer.

2. Az 1. igénypont szerinti kompozició, amely még legalább egy további matrix polimert tartalmaz, amelyben nincsenek vinil-alkoholból formálisan levezethető egységek, és amely további matrix polimer kompatibilis a poliglutárimiddel, adott esetben inkompatibilis vagy az első és/vagy a második matrix

polimerrel.

3. Az 1-2. igénypontok bármelyike szerinti kompozició, amelyben a poliglutárimid nem-sav-csökkentett vagy csak részlegsen sav-csökkentett.

4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti kompozició, amelyben az emlitett (I) általános képletben R_1 és R_2 jelentése hidrogénatom, vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport, előnyösen R_1, R_2 és R_3 jelentése egyaránt metilcsoport.

5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti kompozició, amelyben a poliglutárimid átlagos molekulatömege 100000 vagy e feletti érték.

6. Az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti kompozició, amely még egy vagy több valamely következő komponenst is tartalmaz: legalább egy komponens, amely legalább egy a keveréket alkotó valamely másik komponenssel kompatibilis, legalább egy töltőanyag, szálas szilárdságnövelő anyag.

7. Az 1-6. igénypontok bármelyike szerinti kompozició, amelyben a poliglutárimid kémiailag kapcsolódik egy vagy több matrix polimerhez.

8. Az 1-7. igénypontok bármelyike szerinti kompozició, amelyben az első polimer egy vinil-klorid egységeket, előnyösen poli(vinil-klorid) egységeket tartalmazó polimer, egy poliamid, előnyösen polikaprolaktám, egy aromás poliészter, előnyösen poli(etilén-tereftalát) és/vagy poli(butilén-tereftalát) egy aromás polikarbonát, amely előnyösen p,p'-izopropilidén-biszfenolból van előállitva, vagy sztirol-akrilnitril kopolimert tartalmazó kopolimer vagy ojtott kopolimer, előnyösen sztirol-akrilnitril kopolimer vagy ABF polimer.

9. Az 1-8. igénypontok bármelyike szerinti kompozició, amelyben a második matrix polimer egy biszfenol-epiklórhidrin kopolimer, poli(vinilidén-fluorid), poliolefin, előnyösen polipropilén, egy sztirol és akrilnitril egységeket tartalmazó kopolimer vagy ojtott kopolimer, előnyösen ABS polimer vagy kopolimer, aromás poliészter, előnyösen poli(etilén-tereftalát) vagy poli(butilén-tereftalát), aromás polikarbonát, előnyösen p,p'-izopropilidén-biszfenolból előállitva, poliacetál, előnyösen formaldehidből nyert poliacetál, alkil-metakrilát egységeket tartalmazó polimer, előnyösen metil-metakrilát vagy ciklohexil-metakrilát, vagy vinil-aromás monomer és alkil-metakrilát monomer és alkil-metakrilát egységeket tartalmazó kopolimer, előnyösen α-metil-sztirol-metil-metakrilát kopolimer.

10. A 2-9. igénypontok bármelyike szerinti készitmény, amelyben a további matrix polimer sztirol-akrilnitril kopolimert tartalmazó kopolimer vagy ojtott kopolimer.

11. Az 1-10. igénypontok bármelyike szerinti készitmény, öntött termék, lemez vagy film formájában.

12. Eljárás polimerkeverékek kompatibilizálásra, **azzal jellemezve**, hogy az 1-11. igénypontok bármelyike szerinti kompoziciót hő- és nyiróhatás alkalmazásával homogenizáljuk és matrix polimerként két egyébként egymással inkompatibilis polimert és annyi poliglutárimidet alkalmazunk, amely elegendő a polimer matrixok kompatibilizálására, előnyösen 1-20 tömeg% mennyiséget, majd az igy kapott homogén keveréket extrudálással vagy öntéssel pelleté vagy lemezzé formázzuk.

13. Eljárás polimerkeverékek kompatibilizálásra, **azzal jellemezve**, hogy valamely 1-11. igénypont szerinti kompoziciót

hővel és nyiróhatással homogenizálunk és a poliglutárimidet olyan mennyiségben alkalmazunk, amely elegendő a polimer keverék kompatibilizálására, amely polimerkeverékben legalább két, a poliglutárimiddel kompatibilis polimert alkalmazunk, amely kompatibilitást ugy hozzuk létre, hogy legalább az egyik polimert ojtási reakcióval a matrix polimerhez kapcsoljuk, majd a kapott keveréket extrudálással vagy öntéssel formázzuk.

14. A 13. igénypont szerinti eljárás, **azzal jellemezve**, hogy az ojtási reakciónál katalizátort alkalmazunk.

A meghatalmazott:

DANUBIA
Szabadalmi és Vállalkozási Iroda Kft.

-1 oldal ábra-

1050

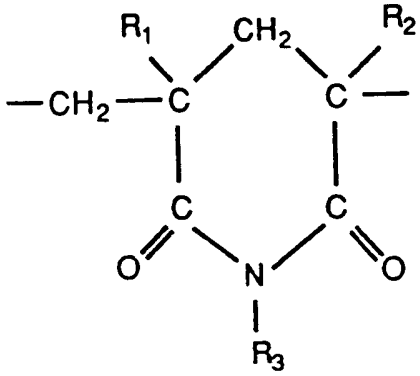
131/91

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

1/1

A

59949



(I)

DANUBIA
Szabadalmi és Vállalkozási Iroda Kft.
11.