

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

290 401

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1991 - 1420

(22) Přihlášeno: 14.05.1991

(30) Právo přednosti:
14.05.1990 IT 1990/20288

(40) Zveřejněno: 17.12.1991
(Věstník č. 12/1991)

(47) Uděleno: 22.05.2002

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 17.07.2002
(Věstník č. 7/2002)

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁷:

C 08 K 7/22

C 08 K 9/04

C 08 J 3/22

C 08 L 23/02

(73) Majitel patentu:

HIMONT INCORPORATED, New Castle
County, DE, US;

(72) Původce vynálezu:

Barbi Giampaolo Ing., Ferrara, IT;
Costantini Enrico, Bologna, IT;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr. advokát, Žitná 25, Praha 1,
11504;

(54) Název vynálezu:

**Koncentrát alespoň jednoho aditiva, pigmentu
nebo plniva nebo jejich kombinace**

(57) Anotace:

Koncentrát alespoň jednoho aditiva, pigmentu nebo plniva nebo jejich kombinace, který je použitelný při zpracování polymerů nebo kopolymerů olefinů, přičemž tento koncentrát je ve formě nevytlačovaných částic, kde každá částice obsahuje: (A) matici sestávající z nevytlačované částice olefinového polymeru nebo kopolymeru o porositě vyšší než 18 % a s podílem 90 % pórů s průměrem větším než 1000 nm, přičemž porozita je vyjádřena v procentuálním podílu dutin z celkového objemu částice, měřeno rtuťovou porozimetrií při tlaku do 0,25 MPa, (B) alespoň jedno aditivum, pigment nebo plnivo nebo jejich kombinaci, které jsou uloženy na povrchu a/nebo uvnitř pórů matrice (A).

CZ 290401 B6

Koncentrát alespoň jednoho aditiva, pigmentu nebo plniva nebo jejich kombinaceOblast techniky

5

Vynález se týká koncentrátů aditiv, pigmentů nebo plniv nebo jejich kombinací, které mohou být použity při zpracování polymerů, zejména olefinových polymerů.

10

Dosavadní stav techniky

Z dosavadního stavu techniky je známo, že pro získání lepší disperze aditiv, pigmentů a plniv v konečných polymerních produktech a pro optimalizaci vlastností, dodaných těmto konečným produktům, je výhodné a někdy nutné přidat aditiva, pigmenty a plniva do polymeru ve formě vhodně připravených koncentrátů.

Uvedené koncentráty se obvykle získávají dispergací silných koncentrátů aditiv, pigmentů a plniv v materiálech, které jsou kompatibilní s polymerními materiály, tvořícími konečné produkty. Aby byl tento proces co nejekonomičtější, koncentráty by měly obsahovat co nejvyšší možné množství aditiva (v tomto popisu se bude tento termín používat pro obecné označení aditiv, pigmentů a plniv nebo jejich kombinací s výjimkou případů, kde výše uvedené rozlišení je zřejmé), přičemž se umožní, aby bylo dosaženo účinné dispergace aditiva v případech, kdy se tyto koncentráty zředí v polymerních materiálech, aby se získaly konečné produkty.

Pro tento účel se v dosavadním stavu techniky nejobvykleji používá řešení, které sestává ze společného vytlačování aditiva s polymerem kompatibilním s polymerními materiály, které tvoří konečný produkt, čímž se získá koncentrát ve formě pelet.

Tyto pelety se připravují takovým způsobem, že mohou být použity přímo v provozech zpracovávajících polymery.

Na druhé straně se v oblasti polymerizace olefinů zavádějí v současné době určité postupy, při nichž se mohou vytvářet polymerní částice mající pravidelný tvar, zejména formu kuliček, a kontrolovanou distribuci velikostí částic.

Tyto polymerní částice vzhledem k jejich vysoké tekutosti a nepřítomnosti jemných částic mohou být použity přímo ve zpracovatelských provozech polymerů, přičemž představují ekonomickou alternativu k použití pelet. Dále nejsou potřebné jednošnekové extrudéry pro dopravu kapalných nebo nízkotavných aditiv. Nad koncentrací 5 až 7 % hmotnostních aditiva se vyskytuje prokluzování šneků, které vede k rozdílné kvalitě a nízkému výtěžku při vytlačování.

Dále je třeba vzít v úvahu to, že vytlačování často vede k degradaci, a tudíž ke ztrátám určitého množství použitého aditiva při přípravě koncentrátů. Tudíž se silně pocítuje potřeba získání koncentrátů aditiv přímo z výše uvedených polymerních částic, čímž se eliminuje stupeň vytlačování.

Z dosavadního stavu techniky existuje řešení podle EP 0290 149, které se týká částéčkového pevného materiálu, který je tvořen alkoholátem halogenidu hořčíku, přičemž tyto částice pevného materiálu jsou v podstatě kulové a jejich povrch je přinejmenším 15 m²/g. Na rozdíl od výše uvedeného se předmětný vynález týká koncentrátu použitelného pro zpracování polymerů nebo kopolymerů olefinů ve formě nevytlačovaných částic, přičemž každá částice obsahuje maticí sestávající z nevytlačované částice olefinového polymeru nebo kopolymeru s definovanou porozitou a alespoň jedno aditiv, pigment nebo plnivo. Hodnoty porozity v tomto dokumentu EP 02 90 149 byly měřeny metodou standardní rtuťové porozimetrie, která ovšem poskytuje

značně nadhodnocené hodnoty. V předmětném vynálezu bylo použito měření pomocí nízkotlaké rtuťové porozimetrie, která poskytuje hodnověrnější výsledky.

Dále je známo řešení podle EP 0197631, ve kterém se chrání kompozice obsahující směs nenapěněného porézního termoplastického prášku a 1 až 80 % hmotnostních mikrobiocidní látky, přičemž tato mikrobiocidní látka je obsažena v koncentraci asi dvacetkrát větší než je normální používaná koncentrace tohoto mikrobiocidu, a tento mikrobiocid je udržován v pórech tohoto termoplastického prášku. Koncentráty těchto biocidních látek podle tohoto dokumentu se získají absorbováním uvedených biocidních látek v kapalném stavu do těchto porézních polymerních částic. Rovněž i v tomto případě byla porozita měřena rtuťovou absorpcí, která poskytuje nadhodnocené výsledky oproti metodě použité v předmětném vynálezu.

V patentu Velké Británie č. GB 863 732 se popisuje postup dispergování aditiv v olefinických polymerech smícháváním těchto aditiv s polymerními částicemi ve vločkovité expandované formě mastikací při teplotě nižší než je teplota měknutí polymeru, a potom roztavením polymeru. Ani v tomto dokumentu se nepopisuje vytvoření nevytlačovaného koncentrátu.

Podstata vynálezu

Vynález se týká koncentrátu alespoň jednoho aditiva, pigmentu nebo plniva nebo jejich kombinace, který je použitelný při zpracování polymerů nebo kopolymerů olefinů přičemž tento koncentrát je ve formě nevytlačovaných částic a jeho podstata spočívá v tom, že každá částice obsahuje:

(A) matici sestávající z nevytlačované částice olefinového polymeru nebo kopolymeru o porozitě vyšší než 18 % a s podílem 90 % pórů s průměrem větším než 1000 nm, přičemž porozita je vyjádřena v procentuální m podílu dutin z celkového objemu částice, měřeno rtuťovou porozimetrií při tlaku do 0,25 mPa,

(B) alespoň jedno aditivum, pigment nebo plnivo nebo jejich kombinaci, které jsou uloženy na povrchu a/nebo uvnitř pórů matrice (A).

Ve výhodném provedení je v případě tohoto koncentrátu matrice (A) kulovitá částice mající porozitu v rozmezí od 18 do 40 %.

Dále je podle vynálezu výhodný koncentrát, ve kterém polymer tvořící matici (A) je vybrán ze skupiny zahrnující krystalický polypropylen, polyethylen nebo krystalické kopolymery propylenu s ethylenem a/nebo olefiny $\text{CH}_2 = \text{CHR}$, kde R představuje alkylovou skupinu obsahující 2 až 8 atomů uhlíku, obsahující více než 85 % hmotnostních propylenu.

Složka (B) je ve výhodném provedení přítomna v množství v rozmezí od 5 do 50 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost koncentrátu, podle ještě výhodnějšího provedení v rozmezí od 10 do 30 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost koncentrátu.

Výše uvedená aditiva se ve výhodném provedení podle vynálezu vyberou ze skupiny zahrnující stabilizátory, zpracovatelské ko–adjuvans a modifikátory.

Výše uvedené stabilizátory jsou ve výhodném provedení podle vynálezu vybrány ze skupiny zahrnující antikyseliny, světelné stabilizátory a antioxidanty.

Podle předmětného vynálezu je výhodný koncentrát, ve kterém zpracovatelské ko–adjuvans a modifikátory jsou vybrány ze skupiny zahrnující nukleační činidla, kluzné prostředky, antiblokační prostředky, mazadla a antistatická činidla, modifikátory molekulové hmotnosti a modifikátory reologie, spojovací prostředky, silikonové oleje a jiná aditiva a na bázi silikonů,

zhášedla a prostředky zvyšující odolnost vůči vzplanutí, nadouvadla, plastifikátory, prostředky proti zákalu a biocidní prostředky.

- Podle předmětného vynálezu je možno získat určité koncentráty, které jsou přímo získány z nevytlačovaných polymerních částic a které mají nutné a žádoucí vlastnosti pro koncentrát, zejména:

- (1) vysoký obsah aditiva;
- (2) schopnost tvorby dobré disperze aditiva při zředění tohoto koncentrátu v polymeru, který má být zpracován;
- (3) možnost přímého použití v provozech transformace polymerů
- (4) dobrá stabilita při skladování a odolnost během transportu.

Dále, protože zde neexistuje potřeba vytlačování, koncentrát podle tohoto vynálezu má nižší krystalinitu a nižší tavnou teplotu, takže se taví při nižší teplotě než je teplota u vytlačovaných polymerních koncentrátů. Má se za to, že to pomáhá dispergaci v polymeru, který má být zpracován.

Nevytlačované částice olefinových polymerů a kopolymerů mající porozitu vyjádřenou v procentuálním podílu dutin vyšší nebo rovnou 15 %, které tvoří výše uvedenou matici (A) jsou uváděny na trh firmou HIMONT ITALIA S.r.l. Nevytlačované částice, jak je zde použito, znamenají polymerizované nebo nezpracované částice.

Zvlášť výhodné pro přípravu koncentrátů podle tohoto vynálezu jsou kulovité částice, které mají porozitu mezi 18 a 40 %, obvykle mezi 18 až 29 %, například mezi 20 až 28 %.

Olefinové polymery, které tvoří polymerní částice, jsou výhodně vybrány ze skupiny krystalických homopolymerů α -olefinů obsahujících 3 až 10 atomů uhlíku, zejména se jedná o polypropylen s isotaktickým indexem vyšším než 90, polyethylen a krystalické kopolymery propylenu s ethylenem a/nebo jedním $\text{CH}_2 = \text{CHR}$ olefinem, kde R je alkylová skupina s 2 až 8 atomy uhlíku, obsahujícím více než 85 % hmotnostních propylenu.

Výhodně kulovité částice vyrobené z výše zmíněných olefinových polymerů mají měrný povrch (BET) mezi 10 až 20 m^2/g a průměrný průměr mezi 50 až 7000 mikrometry, přičemž rozdělení velikosti pórů je takové, že více než 90 % pórů má průměr větší než 1000 nm.

Výrazy „aditiva“, „plniva“ a „pigmenty“ se míní běžně používané termíny v tomto oboru pro označení látek, které se přidávají do polymerů během jejich zpracování. Výraz „aditivum“, obvykle zahrnuje zejména dále uvedené kategorie látek:

(1) Stabilizátory Příklady stabilizátorů jsou:

(A) antikyseliny, jako jsou například stearáty, karbonáty a syntetické hydrotalcity (blíže viz publikace Encyclopedia of Chemical Technology, Vol. 12, str. 239);

(B) světelné stabilizátory, například „UV absorbenty“, jako jsou benzofenony, benzotriazoly, uhlíkové saze; „zhášedla“, obvykle vybíraná z Ni organických komplexů; HALS (stericky bráněné aminové světelné stabilizátory);

(C) antioxidanty, například fenoly, fosforitany, fosfonity a sloučeniny, které synergicky účinkují s antioxidanty jako jsou thioestery nebo thioethery;

- (D) tepelné stabilizátory.
- (2) Zpracovatelské koadjuvans a modifikátory:
- 5 (E) nukleační prostředky, například dibenzylidensorbitol, organické karboxylové kyseliny a jejich soli, jako je kyselina adipová a kyselina benzoová, benzoát sodný a adipát sodný;
- (F) „kluzné prostředky“ jako je například erukamid a oleamid;
- 10 (G) „prostředky proti slepování“, jako je SiO_2 a syntetické zeolity;
- (H) maziva a antistatické prostředky (například glycerylmonostearát, vosky a parafinové oleje a ethoxylované aminy), aditiva pro uvolnění z formy a činidla podporující tečení;
- 15 (I) modifikátory molekulové hmotnosti a reologie, jako jsou peroxidy;
- (J) spojovací prostředky;
- (K) silikonové oleje a jiná aditiva na bázi silikonů;
- 20 (L) zhašedla a aditiva dodávající odolnost vůči vzplanutí (retardanty hoření);
- (M) nadouvadla;
- 25 (N) plastifikátory;
- (O) prostředky proti zamlžování;
- (P) biocidní prostředky:
- 30 Mezi plniva je možno zahrnout například talek, uhličitany a slídy. Mezi pigmenty je možno zahrnout organické a anorganické látky jako jsou uhlíkové saze, TiO_2 , oxidy chrómu, ftalokyaniny. Mezi barviva je možno zařadit pro účely vynálezu nejrůznější látky v nejširším významu tohoto termínu.
- 35 Pro určité aplikace může být žádoucí vyrobit koncentráty obsahující kombinace výše uvedených aditiv, plniv a pigmentů, jako jsou kombinace různých stabilizátorů nebo plniv a pigmentů.
- 40 V závislosti na fyzikálním stavu látek, které jsou použity jako aditiva, pigmenty nebo plniva, se mohou použít různé variace postupu přípravy těchto koncentrátů.
- Jestliže se použijí kapalné látky při teplotě místností, mohou být přidávány jako takové nebo v kombinaci s odpovídajícími ředidly do polymerní matrice těchto koncentrátů.
- 45 Jestliže se použijí látky, které se taví při teplotách nižších, než je teplota měknutí polymeru, který tvoří matici těchto koncentrátů, mohou být tyto látky přidávány v roztaveném stavu.
- Podle vynálezu je výhodné použít látky, které jsou kapalné nebo když jsou roztaveny, mají viskozitu nižší než 10 Pas. Jestliže látky, které tvoří aditiva, plniva nebo pigmenty jsou tuhé a mají teplotu tavení vysokou, mohou být přidávány v práškovité formě do polymerních částic za pomoci kapalných smáčecích a povrchově aktivních prostředků, jako jsou parafinové oleje a kapalné ethoxylované aminy, čímž se dosáhne dobré adheze. Je výhodné použít prášků o velikosti částic menších než 10 mikrometrů.
- 50

V každém případě koncentráty podle tohoto vynálezu mohou být připraveny velmi jednoduše dávkováním základních polymerních částic a alespoň jednoho aditiva, pigmentu, plniva nebo jejich kombinací do normálních mísičů pro prášky a jejich smícháním po požadovanou dobu zdržení.

5

Výhodné mísiče jsou ty, které mají rychlost asi 150 otáček za minutu (mísiče s vnitřními objemy asi 130 l), až do 500 otáček za minutu (pro mísiče s menším vnitřním objemem až do asi 10 l), které jsou tepelně regulovány. Použití tepelně regulovaných mísičů se zvláště doporučuje, aby se optimalizovala a kontrolovala viskozita kapalin a tavitelných látek.

10

V obvyklém případě jsou k získání koncentrátů podle tohoto vynálezu s nejlepšími výsledky dostatečné doby zdržení v mísičích několik minut.

Příprava koncentrátů může být kontinuální nebo diskontinuální.

15

Mísiče jsou vybaveny rozstřikovacími dávkovači pro kapaliny a násypnými dávkovači pro pevné látky. Látky, které mohou být dákovány v roztaveném stavu, se normálně roztaví v autoklávech pod atmosférou dusíku.

20

Jestliže se použije výše uvedených postupů, je možno získat koncentrace aditiv, pigmentů nebo plniv nebo jejich kombinací až do 20 až 30 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost koncentrátu. Samozřejmě tyto maximální hodnoty nejsou nijak limitující, neboť v případech, kdy se pracuje například s plnivem, které mají vysokou specifickou hmotnost, je možno dosáhnout koncentrací kolem 50 % hmotnostních.

25

Minimální hodnota koncentrace je závislá na použitých aditivech, plnivech nebo pigmentech (nebo jejich kombinaci) a na koncentraci těchto látek, které se má dosáhnout v konečných produktech. V některých případech je možné jít dolů na koncentrace 5 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost koncentrátu.

30

Optimální hodnoty koncentrace jsou ukázkově od 10 do 3 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost koncentrátu.

35

Jak již bylo uvedeno výše, k získání koncentrátů podle předmětného vynálezu mohou být látky, které jsou uloženy na polymerních částicích, uloženy na částicích samotných a/nebo v jejich pórech.

U výše popsanych postupů je možné získat koncentráty s výtěžností až 100%, pokud se týče použitých aditiv, plniv nebo pigmentů (nebo jejich kombinací).

40

Příklady provedení vynálezu

Následující příklady jsou uvedeny pro znázornění a ne pro omezení předloženého vynálezu.

45

Vlastnosti polymerů a koncentrátů uvedených v příkladech byly určeny podle následujících metod:

– isotaktický index procento hmotnosti polymeru nerozpustného v xylenu při teplotě místnosti (25 °C) (v postatě odpovídá hmotnostním procentům v polymeru nerozpustného ve vroucím n-heptanu);

50

– MIL (index toku taveniny) ASTM D 1238 podmínka L

– měrný povrch B. E. T. (zařízení, které bylo použito,

55

je SORPTOMATIC 1800–C. Erba);

– sypná hmotnost DIN 53194

Porozita vyjádřená jako procenta dutin se určuje absorpcí rtuti pod tlakem. Objem absorbované rtuti odpovídá objemu pórů.

Použitý přístroj je dilatometr s kalibrovanou kapilárou (o průměru 3 mm) C D3 (C. Erba) připojený k nádrži rtuti a vysokovakuovému rotačnímu čerpadlu (1 Pa).

Zvážené množství vzorku (asi 0,5 g) se zaveden do dilatometru. Přístroj se pak vakuuje do vysokého vakua ($< 13,3$ Pa) a nechá se stát po dobu asi 10 minut. Pak se dilatometr připojí k nádrži s rtutí a rtuť se nechá pomalu proudit, dokud nedosáhne hladiny označené na kapiláře ve výšce 10 cm. Pak se ventil, který spojuje dilatometr s vakuovým čerpadlem, uzavře a zařízení se natlakuje dusíkem (2,45 kPa). Vlivem tlaku rtuť penetruje do pórů a čím je větší porozita materiálů, tím více poklesne hladina rtuti. Jakmile se míra v kapiláře, kde je nová hladina rtuti, stabilizuje a změří se, objem pórů se vypočte následovně:

$$V = R^2 \cdot \pi \cdot H,$$

kde R je poloměr kapiláry v cm,

H je rozdíl hladin v cm mezi počáteční a konečnou hladinou sloupce rtuti.

Objem vzorku je dán rovnicí:

$$V_1 = \frac{P_1 - (P_2 - P)}{D}$$

kde P je hmotnost vzorku v gramech,

P_1 je hmotnost dilatometru plus rtuti v gramech,

P_2 je hmotnost dilatometru plus rtuti plus vzorku v g,

D je hustota rtuti (při 25 °C = 13,546 g/cm³).

Porozita v % je dána výrazem:

$$X = \frac{100 \cdot V}{V_1}$$

Aby bylo možné kontrolovat výtěžek koncentráту s ohledem na přidané aditivum, zvláště když je aditivum tuhá látka, je lepší prosívat koncentrát po dobu 10 minut sítem s 1mm oky. Tímto způsobem se aditivum, které nebylo uloženo na polymerních částicích základní hmoty, odstraní.

Příklad 1

7 kg krystalických polypropylenových částic (isotaktický index asi 97), které mají průměrný průměr 2 mm, porozitu 25 %, měrný povrch 13 m²/g a sypnou hmotnost 0,36, se nadávkuje do Henshelova rychlomísíče termoregulovaného na asi 70 °C a udržuje se při 500 otáčkách

za minutu po dobu 3 minut. Pak se do mísiče nastříkají 3 kg Atmer 163 (ethoxyamin vzorce N,N-bis(2-hydroxyethyl)alkyl(C13-15)amin) při 70 °C.

- 5 Atmer 163 se použije jako antistatický prostředek. Po 5 minutách míchání se získá koncentrát se 30 % hmotnostními Atmer 163 ethoxyaminu.

Výtěžek vzhledem k aditivu je 100 %.

10 Příklad 2

Do Lodige mísiče termoregulovaného při teplotě místnosti se nadávkuje 18 kg stejného polymeru jako v příkladu 1 a pak se během asi 30 sekund 2 kg Luperox 101 (5-dimethyl-2,5-bis-(terc.butylperoxy)hexanu).

- 15 Rychlost mísení je 150 otáček za minutu. Po 5 minutách se koncentrát vypustí a bylo zjištěno, že obsahuje 10 % hmotnostních Luperox 101 peroxidu. Výtěžek vzhledem k nadávkovanému aditivu je 100 %.

- 20 Takto získaný koncentrát se zředí na 0,3 % hmotnostní v krystalickém polypropylen (isostatický index I.I. 97), který má MIL 0,4 g/10 min., za použití Henshelova GEN/MEC Turbo 10 intenzivního mísiče pro prášky. Směs získaná tímto způsobem se vytlačuje v dvojšnekovém extrudéru při 250 °C (teplota taveniny), čímž se získají granule, které mají MIL rovné 10,1 g/10 min.

25

Příklad 3

- 30 Do Lodige mísiče termoregulovaného při 70 °C se nadávkuje 16 kg náhodného propylen/ethylen kopolymeru obsahujícího 2,2 % hmotnostní ethylen a majícího porozitu 23 %, měrný povrch 10 m²/g a sypnou hmotnost 0,37 a udržuje se při 150 otáčkách za minutu po dobu 5 minut.

Pak se přidají 4 kg Tinuvinu 770 vzorce bis(2,2,6,6-tetra-methyl-4-piperidyl)sebakátu při teplotě asi 80 °C, přičemž uvedený sebakát byl předtím roztaven při 120 °C.

35

Po 5 minutách se mísič ochladí a koncentrát se vypustí. Koncentrát obsahuje 20 % hmotnostních sebakátu. Výtěžek vzhledem k přidanému aditivu je 100 %.

- 40 Takto získaný koncentrát se zředí v mísiči pro prášky na 2 % hmotnostní krystalickým polypropylenem (I.I. 97), který má index toku taveniny 1,8 g/10 min. Výsledná směs se pak zapracuje do fólie na plastifikační MK II LAB výtlačné lince a získají se fólie o tloušťce 60 mikrometrů.

- 45 Tyto fólie se podrobí stárnutí na světle v Atlas měřicím zařízení vlivu počasí C 65, společně s fóliemi získanými stejnými postupy, ale kde krystalický polypropylen byl aditivován koncentrátem vytvořeným vytlačováním.

- 50 Vytlačovaný koncentrát byl připraven vytlačováním dvojšnekovým extrudérem při 220 °C za použití směsi Tinuvin 770 sebakátu a stejného polymeru, jaký byl použit pro nevytlačovaný koncentrát, v takových množstvích, že výsledný vytlačovaný koncentrát obsahuje tutéž koncentraci Tinuvin 770 jako sebakát v nevytlačovaném koncentrátu.

- 55 Podmínky použité pro měřicí zařízení vlivu počasí jsou následující: křemenný/borito-křemičitanový filtr, teplotní černý panel = 63 °C, světelný cyklus sucho-děšť cyklus 102-18 minut, vlhkost 60 %.

Za těchto podmínek byly mechanické vlastnosti (pevnost v tahu a protažení při přetržení) pro oba typy fólií sníženy o 50 % po 1000 hodinách.

5

Příklad 4

Do Lodige mísiče tepelně regulovaného při 70 °C se naplní 17,65 kg polypropylenu ve formě kulovitých částic, které mají stejné vlastnosti jako polypropylen v příkladu 1, ale s porozitou 29 % a udržují se tam při 150 otáčkách za minutu po dobu 5 minut.

10

Pak se naplní do mísiče 1 850 g kapalné směsi stabilizátorů udržovaných při teplotě 120 °C.

Směs byla připravena odděleně smícháním:

15

500 g Irganox 1010

250 g Irganox 1076

600 g Sandostab P-EPQ

50 g parafinového oleje OB55/AT/ROL/.

20

Po 4 minutách od konce aditivace se přidá 500 g stearátu vápenatého, udržuje se za míchání po dobu 10 minut a takto získaný koncentrát se pak vypustí. Tento koncentrát má celkovou koncentraci aditiv rovnou 11,75 % hmotnostních.

25

Irganox 1010 a 1076 jsou fenolické antioxidanty prodávané firmou CIBA Geigy a jsou to v příslušném pořadí sloučeniny pentaerythritol-tetra[3-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenyl)-propionat] a oktadecyl-3-(3,5-di-terc.butyl-4-hydroxyfenyl)propionat.

30

Sandostab P-EPQ je prodáván firmou Sandoz a hlavně sestává z fosfonitu o složení tetra-(2,5-di-terc.butyl-fenyl)-4,4-difenylendifosfonit.

Příklad 5

Do Henshel mísiče tepelně regulovaného při 70 °C se nadávkuje 8,75 kg částic polymeru jako v příkladu 4 a udržuje se za míchání po dobu 5 minut.

35

Pak se přidá 250 g Atmer 163 ethoxyaminu (použitého v tomto případě jako smáčedla) a o 2 minuty později 1 kg Millard 3905 dibenzylidensorbitolu vyráběného firmou Milliken.

40

Po 5 minutách míchání při 70 °C až 80 °C se koncentrát takto získaný vypustí. Po prosátí je obsah aditiva 9,5 % hmotnostního. Výtěžek vzhledem k aditivu, které bylo nadávkováno, je 95%.

45

Za použití mísiče pro prášky se výše uvedený koncentrát zředí na 5 % hmotnostních v propylenethylenovém náhodném kopolymeru, obsahujícím 2,5 % ethyleny a s krystalizační teplotou (DSC 98 °C).

Tlakovým vstřikováním směsi takto získané byly připraveny destičky o tloušťce 1 mm. Výsledná krystalizační teplota je 110,7 °C.

50

Za použití stejného postupu, ale zředěním vytlačovaného koncentráту dibenzylidensorbitolem se získá krystalizační teplota 110,3 °C.

Příklad 6

5 Za použití postupu a složek z příkladu 5 s výjimkou použití 15,5 kg polymerních částic, 500 g parafinového oleje OB 55/AT jako smáčecího prostředku a 4 kg IMI/L (IMI) talku namísto dibenzylidensorbitolu.

Výsledný koncentrát obsahuje 16 % hmotnostních talku s výtěžkem 80% po prosátí.

10

Příklad 7

Byl použit postup a složky z příkladu 5 s výjimkou použití 8,75 kg polymerních částic, 1 kg Sicotan K 211 1 (BASF) kadmiové žluti místo dibenzylidensorbitolu a 250 g Atmer 163 ethoxy-
15 aminu jako smáčedla.

Výsledný koncentrát obsahuje 10 % hmotnostních pigmentu s výtěžkem 100% po prosátí.

20 Příklad 8

Byl použit postup a složky jako v příkladu 7 s výjimkou použití Sandorin 2 GLS ftalokyaninového organického pigmentu.

25 Byl získán koncentrát s 9,5 % hmotnostními pigmentu, s výtěžkem asi 90% po prosátí.

Ve všech příkladech jsou nevytlačované koncentráty ve formě kulovitých částic, které mají suchý vzhled a tekutost mezi 9 až 12 sekundami.

30 Tekutost se určí, jakmile 100 g polymeru proteče nálevkou, jejíž výpustní otvor má průměr 9,5 mm a stěny jsou skloněny 20° od vertikály.

35

PATENTOVÉ NÁROKY

40 1. Koncentrát alespoň jednoho aditiva, pigmentu nebo plniva nebo jejich kombinace, který je použitelný při zpracování polymerů nebo kopolymerů olefinů, přičemž tento koncentrát je ve formě nevytlačovaných částic, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že každá částice obsahuje:

(A) matici sestávající z nevytlačované částice olefinového polymeru nebo kopolymeru o porozitě vyšší než 18 % a s podílem 90 % pórů s průměrem větším než 1000 nm přičemž
45 porozita je vyjádřena v procentuálním podílu dutin z celkového objemu částice, měřeno rtuťovou porozimetrií při tlaku do 0,25 mPa,

(B) alespoň jedno aditivum, pigment nebo plnivo nebo jejich kombinaci, které jsou uloženy na povrchu a/nebo uvnitř pórů matrice (A).

50

2. Koncentrát podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že matrice (A) je kulovitá částice mající porozitu v rozmezí od 18 do 40 %.

3. Koncentrát podle nároku 2, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že polymer tvořící matici (A) je
55 vybrán ze skupiny zahrnující krystalický polypropylen, polyethylen nebo krystalické kopolymery

propylenu s ethylenem a/nebo olefiny $\text{CH}_2=\text{CHR}$, kde R představuje alkylovou skupinu obsahující 2 až 8 atomů uhlíku, obsahující více než 85 % hmotnostních propylenu.

5 4. Koncentrát podle některého z předcházejících nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že složka (B) je přítomna v množství v rozmezí od 5 do 50 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost koncentrátu.

10 5. Koncentrát podle nároku 4, **vyznačující se tím**, že obsah složky (B) je v rozmezí od 10 do 30 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost koncentrátu.

6. Koncentrát podle nároku 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že aditiva ze skupiny zahrnující stabilizátory, zpracovatelské ko–adjuvans a modifikátory.

15 7. Koncentrát podle nároku 6, **vyznačující se tím**, že stabilizátory jsou vybrány ze skupiny zahrnující antikyseliny, světelné stabilizátory a antioxidanty.

20 8. Koncentrát podle nároku 6, **vyznačující se tím**, že zpracovatelské ko–adjuvans a modifikátory jsou vybrány ze skupiny zahrnující nukleační činidla, kluzné prostředky, antiblokační prostředky, mazadla a antistatická činidla, modifikátory molekulové hmotnosti a modifikátory reologie, spojovací prostředky, silikonové oleje a jiná aditiva na bázi silikonů, zhášedla a prostředky zvyšující odolnost vůči vzplanutí, nadouvadla, plastifikátory, prostředky proti zákalu a biocidní prostředky.

25

Konec dokumentu
