

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2002-549**
(22) Přihlášeno: **13.02.2002**
(30) Právo přednosti: **16.02.2001 DE 10107228**
(40) Zveřejněno: **16.10.2002**
(Věstník č. 10/2002)
(47) Uděleno: **08.06.2011**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **20.07.2011**
(Věstník č. 29/2011)

(11) Číslo dokumentu:

302 574

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:
C09C 1/50 (2006.01)
C08K 3/04 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:
DE 19 521 565 A; WO 94/05732 A; US 6 056 933 A.

(73) Majitel patentu:
Evonik Carbon Black GmbH, 63457 Hanau, DE
(72) Původce:
Freund Burkhard Dr., Erfstadt, DE
(74) Zástupce:
Čermák a spol., JUDr. Karel Čermák, advokát, Národní
32, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:
**Saze, způsob jejich přípravy, jejich použití a
kaučukové směsi**

(57) Anotace:
Jsou popsány saze s CTAB-povrchem 10 až 35 m²/g a absorpcí DBP 40 až 180 ml/100 g. Hodnota ΔD₅₀ je větší než 340 nm a hodnota M distribuce velikosti agregátů je větší než 2. Saze se připravují v retortovém sazovém reaktoru, v němž se kapalná a plynná surovina vstříkují v zúženém místě radiálními tryskami a hloubky vniknutí radiálních trysek pro olej a radiálních trysek pro plyn jsou rozdílné. Saze mohou být použity jako ztužovací saze v kaučukových směsích nebo v extruzních profilech. Kaučukové směsi obsahují kaučuk, uvedené saze a popřípadě vysráženou kyselinu křemičitou, organosilan a/nebo další kaučukové pomocné prostředky.

CZ 302574 B6

Saze, způsob jejich přípravy, jejich použití a kaučukové směsi

Oblast techniky

5

Vynález se týká sazí, způsobu přípravy těchto sazí, jejich použití, jakož i kaučukových směsí.

Dosavadní stav techniky

10

Průmyslově nejdůležitější způsoby přípravy sazí spočívají na oxidační pyrolýze sazových surovin obsahujících uhlík. Při tom se sazové suroviny za přítomnosti kyslíku při vysokých teplotách neúplně spalují. K této třídě způsobů přípravy sazí patří například metoda retortových sazí, metoda plynových sazí nebo metoda lampových sazí. Jako sazové suroviny obsahující uhlík se převážně používají vícejaderné aromatické sazové oleje. Proud produktů oxidační pyrolýzy se skládá z odpadních plynů obsahujících vodík a oxid uhelnatý a v nich suspendovaných jemných částic sazí, které se od odpadního plynu oddělují ve filtračním zařízení. Takto získané saze se potom pro lepší manipulaci konfekcionují jako perličkové saze většinou v procesu granulování zamokra nebo za sucha. Vlhkost sazí pocházející z výrobního procesu se závěrečným sušením snižuje pod 1 % hmotn.

20

Průmyslově vyrobené saze se používají z více jak 90 % jako plnidlo a jako ztužovadlo při přípravě gumárenských směsí. Důležitou oblastí použití jsou vysoce plněné těsnicí profily v automobilovém průmyslu. Přitom výraz profil = tvarování výřezu běhounu pneumatiky. Typické gumárenské směsi tohoto druhu obsahují 20 až 40 % hmotn. syntetického kaučuku, s výhodou EPDM, 20 až 50 % hmotn. sazí, minerální olej a další pomocné látky jako síru nebo peroxidy jako vulkanizační prostředky.

25

Saze ovlivňují svými specifickými vlastnostmi viskozitu směsi, vstřikovací rychlost a rychlost bobtnání po vytlačení, disperzi plniva, tuhost, trvalé přetvoření tlakem a další vlastnosti takových těsnicích profilů. Pro takové profilové směsi je vyžadována nízká bobtnavost po vytlačení, vysoká vytlačovací rychlost, dobrá dispergovatelnost při předem dané tuhosti. Toto umožňuje zvláště hospodárnou přípravu profilu.

30

Důležitou charakteristikou je specifický povrch, zejména CTAB-povrch, který je mírou pro kaučukově působící povrchový podíl sazí. S klesajícím CTAB-povrchem stoupá vstřikovací rychlost a dispergovatelnost.

35

Dalším důležitým parametrem sazí jsou DBP-absorpce jako míra výchozí struktury a 24M4-DBP-absorpce jako míra zbytkové struktury ještě přetrvávající po mechanickém namáhání sazí. Vysoká čísla DBP vedou k dobré dispergovatelnosti a nižšímu bobtnání pro vytlačení.

40

Pro profilové směsi jsou vhodné saze, které vykazují CTAB-povrchy mezi 10 a 50 m²/g a DBP-hodnoty absorpce mezi 80 a 160 ml/100g.

45

Z EP 0609433 jsou známy retortové saze s nízkým jodovým číslem a vysokou hodnotou DBP.

Nevýhodou známých sazí, i přes nízké specifické povrchy a velkou strukturu, je špatná dispergovatelnost u stále více kritičtějších receptur, které jsou založeny na částečně krystalických EPDM-typech, a ta ekonomicky podmiňuje přibývajícím kratší doby mísení.

50

Úkolem předkládaného vynálezu je připravit saze, které jsou v gumárenských profilových směsích při vysokých stupních plnění rychleji a lépe dispergovatelné než obvyklé saze, a které současně ovlivňují rychlou extruzi a nízké vstřikové bobtnání.

Podstata vynálezu

Uvedený úkol splňují saze s CTAB-povrchem od 10 do 35 m²/g a DBP-absorpcí od 40 do 180 ml/100 g, podle vynálezu, jehož podstatou je, že hodnota ΔD_{50} distribuce velikosti agregátů je větší než 340 nm a hodnota distribuce velikosti agregátů je větší než 2.

Všechny hodnoty distribuce velikosti agregátů se týkají hmotnostního rozdělení.

Hodnota M (podíl D_w a D_{mod}) distribuce velikosti agregátů je tedy větší než 2, s výhodou větší než 2,15, zejména výhodně větší než 2,3.

Standardní odchylka distribuce velikosti agregátů je s výhodou větší než 300 nm. Poměr $D_{75\%}/D_{25\%}$ distribuce velikosti agregátů je s výhodou větší než 2,4. Poměr $\Delta DBP/DBP$ je s výhodou větší než 0,24.

Přitom může být s výhodou větší než 0,35, zvláště výhodně větší než 0,45.

Poměr $(\Delta DBP \cdot 100)/DBP^2$ je s výhodou větší než 0,29 (ml/100g)⁻¹, s výhodou větší než 0,30 (ml/100 g)⁻¹. Sazemi mohou být saze retortové.

Uvedený úkol dále splňuje způsob přípravy sazí podle vynálezu v retortovém sazovém reaktoru, obsahujícím podél osy reaktoru spalovací zónu, reakční zónu a přerušovací zónu, produkováním proudu horkého odpadního plynu ve spalovací zóně úplným spalováním paliva v plynu obsahujícím kyslík a vedením odpadního plynu ze spalovací zóny reakční zónou do přerušovací zóny, vmísením sazové suroviny do horkého odpadního plynu v reakční zóně a zastavení tvorby sazí v přerušovací zóně rozprašením vody, podle vynálezu, jehož podstatou je, že kapalná a plynná surovina se vstříkuje v zúženém místě radiálními tryskami a hloubky vsunutí radiálních trysek pro olej a radiálních trysek pro plyn jsou rozdílné.

Sazové suroviny tedy jsou vstříkovány radiálními tryskami. Může být použito 2–64, s výhodou 8–32, zvláště výhodně 12–16 radiálních trysek. Poměr olejových radiálních trysek k plynovým radiálním tryskám může činit 4:1 až 1:4, s výhodou 1:1. Olejové trysky a plynové trysky mohou být uspořádány střídavě. Hloubka vniknutí olejových radiálních trysek a plynových radiálních trysek může přitom být, jak již bylo uvedeno, rozdílná.

Kapalná sazová surovina se může rozprašovat tlakem, parou, stlačeným vzduchem nebo plynou sazovou surovinou. S výhodou je možno přivádět jak plynou, tak také kapalnou sazovou surovinu v zúženém místě současně.

Tím se v sazích nacházejí podíly, které se tvoří z plynu a takové, které se tvoří z kapaliny.

Překvapivě působí použití relativně malých plyných množství jako suroviny v zúženém místě výrazné snížení specifického povrchu sazí. Specifické povrchy menší než 20 m²/g jsou tím při mírných olejových množstvích připravené podle vynálezu relativně jednoduše a bez hrubých zrn. Navíc může zemní plyn namísto jiné techniky pyrolýzy ve srovnání se sazovým olejem způsobit obzvlášť široké rozdělení velikosti agregátů.

Jako míra k označení přebytku vzduchu se často užívá tak zvaný faktor K. U faktoru K se jedná o poměr množství vzduchu, kterého je třeba ke stechiometrickému spálení paliva, k množství vzduchu skutečně přivedeného ke spalování. Faktor K rovný 1 znamená tedy stechiometrické spálení. Při přebytku vzduchu je faktor K menší než 1. Přitom se mohou použít jako u známých sazí faktory K mezi 0,2 a 0,9. S výhodou lze pracovat s faktory K mezi 0,2 a 0,5.

Jako kapalnou sazovou surovinu lze použít kapalně alifatické nebo aromatické, nasycené nebo nenasycené uhlovodíky nebo jejich směsi, destiláty z černouhelného dehtu nebo zbytkové oleje, které vznikají při katalytickém krakování frakcí zemního oleje respektive při přípravě olefinů krakováním ropy nebo zemního oleje.

5

Jako plynnou sazovou surovinu lze použít plynné alifatické, nasycené nebo nenasycené uhlovodíky, jejich směsi nebo zemní plyn.

10

Popsaný způsob se neomezuje na určitou geometrii reaktoru. Může být naopak přizpůsoben různým typům reaktorů a velikostem reaktorů.

15

Jako rozprašovače sazové suroviny mohou být použity jak čistě tlakové rozprašovače (jednolátkové rozprašovače), tak také dvoulátkové rozprašovače s vnitřním nebo vnějším mícháním, přičemž jako rozprašovací medium se může použít plynná sazová surovina. Dříve popsaná kombinace kapalně suroviny s plynnou surovinou se tedy může realizovat například použitím plynné suroviny jako rozprašovacího media pro kapalnou sazovou surovinu.

20

K rozprašování kapalně sazové suroviny se mohou použít dvoulátkové rozprašovače. Zatímco u jednolátkových rozprašovačů může změna prosazení vést též ke změně velikosti kapek, může být velikost kapek u dvoulátkových rozprašovačů ovlivněna dalece nezávisle na prosazení.

25

Při současném použití sazového oleje a plynných uhlovodíků, jako například methanu, jako sazové suroviny, se mohou plynné uhlovodíky odděleně od sazového oleje sadou plynových trysek vstříkovat do proudu horkého odpadního plynu.

30

Uvedený úkol konečně splňují kaučukové směsi podle vynálezu, jehož podstatou je, že obsahují kaučuk, saze podle vynálezu, a rovněž vysráženou kyselinu křemičitou, organosilan a/nebo další kaučukové pomocné prostředky.

35

Pro přípravu kaučukových směsí podle vynálezu jsou vhodné kromě přírodního kaučuku také syntetické kaučuky. Preferované syntetické kaučuky jsou například popsány v práci W. Hofmann, Kautschuktechnologie, Genter Verlag, Stuttgart 1980. Zahrnují mimo jiné polybutadien (BR),

polyizopren (IR),

kopolymerizáty styren/butadien s obsahem styrenu 1 až 60, s výhodou 5 až 50 % hmotn. (SBR),

kopolymerizáty izobutylen/izopren (IIR),

40 kopolymery butadien/akrylonitril s obsahy akrylonitrilu 5 až 60, s výhodou 10 až 50 % hmotn. (NBR),

kopolymerizáty ethylen/propylen/dien (EPDM),

jakož i směsi těchto kaučuků.

45

Kaučukové směsi podle vynálezu mohou dále obsahovat další kaučukové pomocné produkty jako mimo jiné urychlovače reakce, zpomalovače reakce, ochranné prostředky proti stárnutí, stabilizátory, zpracovatelské pomocné prostředky, změkčovadla, vosky, oxidy kovů, jakož i aktivátory jako triethanolamin, polyethylenglykol, hexantriol, které jsou v kaučukovém průmyslu známy.

50

Kaučukové pomocné látky se používají v obvyklých množstvích, které se řídí kromě jiného podle účelu použití. Obvyklá množství jsou například množství 0,1 až 50 % hmotn., vztaženo na kaučuk.

Jako zesíťovadla mohou sloužit: síra, organické donory síry nebo tvůrci radikálů. Kaučukové směsi podle vynálezu mohou navíc obsahovat urychlovače vulkanizace.

5 Příklady pro vhodné vulkanizační urychlovače jsou merkaptobenzthiazoly, sulfenamidy, guanidiny, thiuramy, dithiokarbamáty, thiomocoviny a thiokarbonáty.

Urychlovače vulkanizace a zesíťovadla mohou být použity v množství 0,1 až 10 % hmotn., výhodně 0,1 až 5 % hmotn., vztaženo na kaučuk.

10 Smísení kaučuků s plnidlem, rovněž i s kaučukovými pomocnými prostředky a organosilany, se může provádět v běžných mísicích agregátech, jako jsou válce, hnětače a směšovací extrudéry. Obvykle se takové kaučukové směsi připravují v hnětacích strojích, přičemž se nejdříve v jednom nebo několika po sobě následujících termomechanických směšovacích stupních přimísí kaučuky, saze podle vynálezu, rovněž kyselina křemičitá a organosilan a kaučukové pomocné látky při 100
15 až 170 °C. Přitom může pořadí přidávání a časový okamžik přidání jednotlivých komponent působit rozhodujícím způsobem na vlastnosti získávaných směsí. Tato takto získané kaučuková směs se potom obvyklým způsobem smísí v hnětacím mísiči nebo na válci při 40 až 110 °C se síťovacími chemikáliemi a zpracovává se na tak zvanou surovou směs pro následné kroky procesu, jako je například tvarování a vulkanizace.

20 Vulkanizace kaučukových směsí podle vynálezu se může provádět při teplotách 80 až 200 °C, s výhodou 130 až 180 °C, popřípadě pod tlakem 1 MPa až 20 MPa.

25 Kaučukové směsi podle vynálezu jsou vhodné k přípravě tvarovaných těles, například pro výrobu vzduchových pneumatik, oběžných ploch pneumatik, plášťů kabelů, hadic, pohonných řemenů, dopravních pásů, potahů válců, pneumatik, podrážek bot, těsnících kroužků, profilů a tlumičových prvků.

30 Saze podle vynálezu mají výhodu ve zlepšené disperzi, sníženém vstřikovacím bobtnání a zlepšené hospodárnosti vzhledem k vysokému stupni plnění.

Saze podle vynálezu se vyznačují v nízkoviskózních gumárenských směsích obzvláště příznivým disperzním chováním.

35 Přehled obrázků na výkresech

Vynález bude blíže vysvětlen prostřednictvím příkladu provedení znázorněného na výkresu, na kterém představuje

40 obr. 1: Podélný řez retortového sazového reaktoru

45 Příklady provedení vynálezu

Řada sazí podle vynálezu byla připravena v sazovém reaktoru znázorněném na obrázku 1.

Obrázek 1 znázorňuje podélný řez retortovým reaktorem. Sazový reaktor se skládá ze spalovací komory, ve které se vyrábí horký procesní plyn pro pyrolýzu sazového oleje spalováním zemního
50 plynu za přísunu přebytku vzdušného kyslíku.

Přísun spalovacího vzduchu a paliva se provádí otvory 1 v čelní stěně spalovací komory. Spalovací komora probíhá kónicky k zúženému místu. Sazová surovina je vstřikována radiálními tryskami 2 v zúženém místě. Po proniknutí zúženým místem expanduje reakční směs do reakční
55 komory.

V přerušovací zóně se tryskou 3 pro zhášení vodou vstříkuje voda.

Rozměry použitých reaktorů jsou k dispozici z následujícího přehledu:

	I	II
největší průměr spalovací komory:	930 mm	1143 mm
délka spalovací komory až k zúženému místu:	2127 mm	1985 mm
délka kónické části spalovací komory:	1307 mm	1180 mm
průměr zúženého místa:	114 mm	260 mm
délka zúženého místa:	80 mm	320 mm
průměr reakční komory:	875 mm	1400 mm
maximální pozice zhášecí vodní trysky (trysek) ¹⁾	9705 mm	14 750 mm
¹⁾ měřeno před vstupem do zúženého místa (+: po vstupu, -: před vstupem)		

K přípravě sazí podle vynálezu se jako palivo používá zemní plyn a sazový olej s obsahem uhlíku 91,3 % hmotn. a obsahem vodíku 7,98 % hmotn.

Reaktorové parametry pro přípravu sazí podle vynálezu jsou uvedeny v tabulce 1. Byly připraveny šestery různé saze (saze R1 až R6). Podmínky přípravy se odlišují zejména pokud jde o množství vstříkovaného sazového oleje a zemního plynu v zúženém místě.

Připravené saze byly před charakterizací a zpracováním do gumárenských směsí běžným postupem konfekcionovány za mokra na perličky.

Tabulka 1

Reaktor	I					II	
	Jednotka	R1	R2	R3	R4	R5	R6
Parametr reaktoru							
Spalovaný vzduch	Nm ³ /h	1800	1800	1800	1800	6800	5300
Teplota spalovaného vzduchu	°C	492	490	496	520	640	520

Palivo (zemní plyn)	Nm ³ /h	67	67	67	67	108	155
Sazový olej	kg/h	730	830	675	780	3950	3150
Teplota sazového oleje	°C	148	116	118	121	170	170
Zemní plyn v zúženém místě	Nm ³ /h	10	10	10	10	140	160
Aditivum (K ₂ CO ₃)	g/l	-	-	15	-	-	-
Zhášecí pozice ¹⁾	mm	9705	8290	9705	8290	14750	14750

¹⁾ Měřeno před vstupem do zúženého místa.

- 5 Analytické charakteristiky připravených sazí byly zjištěny podle následujících norem a jsou uvedeny v tabulce 2:

	CTAB-povrch:	ASTM D-3765
	jodové číslo	ASTM D 1510
10	STSA	ASTM D 4820/5816
	DBP-absorpce:	ASTM D-2414
	24M4-DBP-absorpce:	ASTM D-3493

15 Hodnota Δ DBP se spočítá odečtením hodnoty 24M4-DBP-absorpce od hodnoty DBP-absorpce.

Pro měření distribuční křivky velikosti agregátů se používala disková centrifuga BI-DCP s diodou s červeným světlem firmy Brookhaven. Tento přístroj byl speciálně vyvinut pro měření distribučních křivek velikosti agregátů jemnozrnných pevných látek z extinkčních měření a je vybaven automatickým měřicím a vyhodnocovacím programem ke zjištění rozdělení velikosti agregátů.

25 K provedení měření byl nejprve připraven disperzní roztok ze 200 ml ethanolu, 5 kapek roztoku amoniaku a 0,5 g Tritonu X-100 a doplněn demineralizovanou vodou na 1000 ml. Dále byla zhotovena spinová kapalina z 0,5 g Tritonu X-100, 5 kapek roztoku amoniaku a doplněna demineralizovanou vodou na 1000 ml.

Potom bylo 20 mg sazí smícháno s 20 ml disperzního roztoku a suspendováno v chladicí lázni po dobu 4,5 minut ultrazvukovým výkonem 100 Watt (80 % pulsů) v roztoku.

30 Před začátkem vlastního měření byla centrifuga poháněna 30 minut při počtu otáček 11000 min⁻¹. Na rotující kotouč byl nastříknut 1 ml ethanolu a pak opatrně podvrstven 15 ml spinové kapaliny. Asi po jedné minutě bylo nastříknuto 250 μ l sazové suspenze a nastartován měřicí program přístroje a spinová kapalina byla převrstvena v centrifuze 50 μ l dodekanu. U každého měřeného vzorku bylo provedeno dvojí stanovení.

35

Vyhodnocovací křivky hrubých dat se potom provádí výpočtením programem přístroje za zohlednění korekce rozptýleného světla a s automatickým přizpůsobením základní linie.

- 5 Hodnota ΔD_{50} je šířka distribuční křivky velikosti agregátů při poloviční výšce píku. Hodnota D_w je střední hodnota hmotnosti rozdělení velikosti agregátů. Hodnota D_{mod} je velikost agregátů s největší četností (maximum píku distribuční křivky velikosti agregátů). Hodnota M je podíl D_w a D_{mod} . Poměr D 75%/25% se vypočte z podílu průměru částic, u kterého je 75 % částic menších a 25 % větších a průměru částic, u kterého je 25 % částic menších a 75 % částic větších, vztaženo na sumy hmotnostního rozdělení velikosti agregátů.

10

Tabulka 2

Saze		I				II	
		R1	R2	R3	R4	R5	R6
CTAB	m ² /g	20	17	19	25	18	18
Jodové číslo	mg/g	18	16	16	24	14	14
STSA	m ² /g	19	16	18	24	16	16
DBP	ml/100g	141	118	79	149	131	138
CDBP	ml/100g	76	76	60	79	73	75
ΔDBP	ml/100g	65	42	19	70	68	73
$\Delta DBP/DBP$		0,46	0,36	0,24	0,47	0,52	0,53
$\frac{\Delta DBP \times 100}{DBP^2}$	(ml/100g) ⁻¹	0,33	0,30	0,30	0,32	0,40	0,38
D_w	nm	523	555	558	429	511	497
D_{mod}	nm	153	161	317	195	223	213
Hodnota M		3,42	3,45	2,2	2,94	2,29	2,33
ΔD_{50}	nm	576	621	512	437	398	350
s	nm	307	326	287	267	304	317
D 75%/25%		2,54	2,57	2,58	2,48	2,45	2,49

15

Referenční saze I jsou EB 160, konvenčně připravené retortové saze firmy Degussa AG.

Lipoxol 4000 (PEG) od firmy Hüls AG je polyethylenglykolový aktivátor.

20

Parafinový olej od firmy Sun Oil Company (Belgie) N. V. je olejové změkčadlo.

MBT (Vulkazit Mercapto C) od firmy Bayer AG je vulkanizační urychlovač.

TBzTD (PerKacit TBzTD) od firmy Akzo Chemie GmbH je druhý vulkanizační urychlovač.

- 5 Renocure TP/S od firmy Rhein Chemie Rheinau GmbH je vulkanizační urychlovač.

Kaučukové směsi byly připraveny v hnětacím mísiči podle předpisu mísení uvedeném v tabulce 4.

10

Tabulka 4

Stupeň 1	
Nastavení	
mísicí agregát	Werner & Pfleiderer GK 1,5 E
počet otáček	60 min ⁻¹
tlak razníku	0,55 MPa
prázdný objem	1,58 l
stupeň plnění	0,56
průtoková teplota	70 °C
Mísicí postup	

0 až 1 min	Buna EP G 5455, saze, ZnO, kyselina stearová, parafinový olej
1 min	čištění, Lipoxol 4000
1 až 5 min	mísení
5 min	vyjmutí
teplota vsádky	110 až 130 °C
skladování	24 h při pokojové teplotě
Stupeň 2	
Nastavení	
mísicí agregát	Werner & Pfleiderer GK 1,5 E
počet otáček	50 min ⁻¹
tlak razníku	0,55 MPa
prázdný objem	1,58 l
stupeň plnění	0,54
průtoková teplota	70 °C
Postup mísení	
0 až 2 min	vsádka stupně 1, MBT, TBzTD, síra, Rhenocure TP/S
2 min	vyjmutí
teplota vsádky	90 až 105 °C

V tabulce 5 jsou shrnuty metody pro gumárenské testy.

5

Tabulka 5

Fyzikální testování	Norma/Podmínky
ML 1+4, 100 °C	DIN 53523/3, ISO 667
zkouška tahem na kruhu, 23 °C	DIN 53504, ISO 37
pevnost v tahu (MPa)	
hodnoty napětí (MPa)	

tažnost (%)	
tvrdost podle Shorea A, 23 °C (SH) DIN 53 505	
zkouška odrazové pružnosti kuličkou	
ASTM D 5308, 23 °C (%)	
disperse Phillips ()	ISO/DIS 11345
disperse drsnost/topografie	podle DE-PS 19917975

V příkladu je porovnávána referenční směs C1 se směsí C2, která obsahuje saze R1 podle vynálezu.

5

Tabulka 6 ukazuje výsledky gumárensko-technologické zkoušky. Směsi byly vulkanizovány 12 minut při 170 °C.

10 Tabulka 6

		C1	C2
ML (1+4)	(MU)	48	49
tvrdost podle Shorea A	(SH)	56	56
pevnost v tahu	(MPa)	8,7	8,2
hodnota napětí 100 %	(MPa)	2,3	2,1
hodnota napětí 300 %	(MPa)	7,3	6,7
tažnost	(%)	380	390
zkouška odrazové pružnosti kuličkou	(%)	59,3	60,1
disperse Phillips	()	6	8
disperse drsnost/topografie			
Ra	[μm]	0,764	0,234
Pc	[1/cm]	30	1
počet píků 2-5 μm	[-]	224	16
počet píků 5-10 μm	[-]	71	5
počet píků 10-15 μm	[-]	10	0
počet píků > 15 μm	[-]	5	0
plocha píků	[%]	9	0,8

Jak jednoznačně vyplývá z dat v tabulce 6, je disperze směsi C2 se sazezi podle vynálezu oproti referenční směsi C2 výrazně zlepšena.

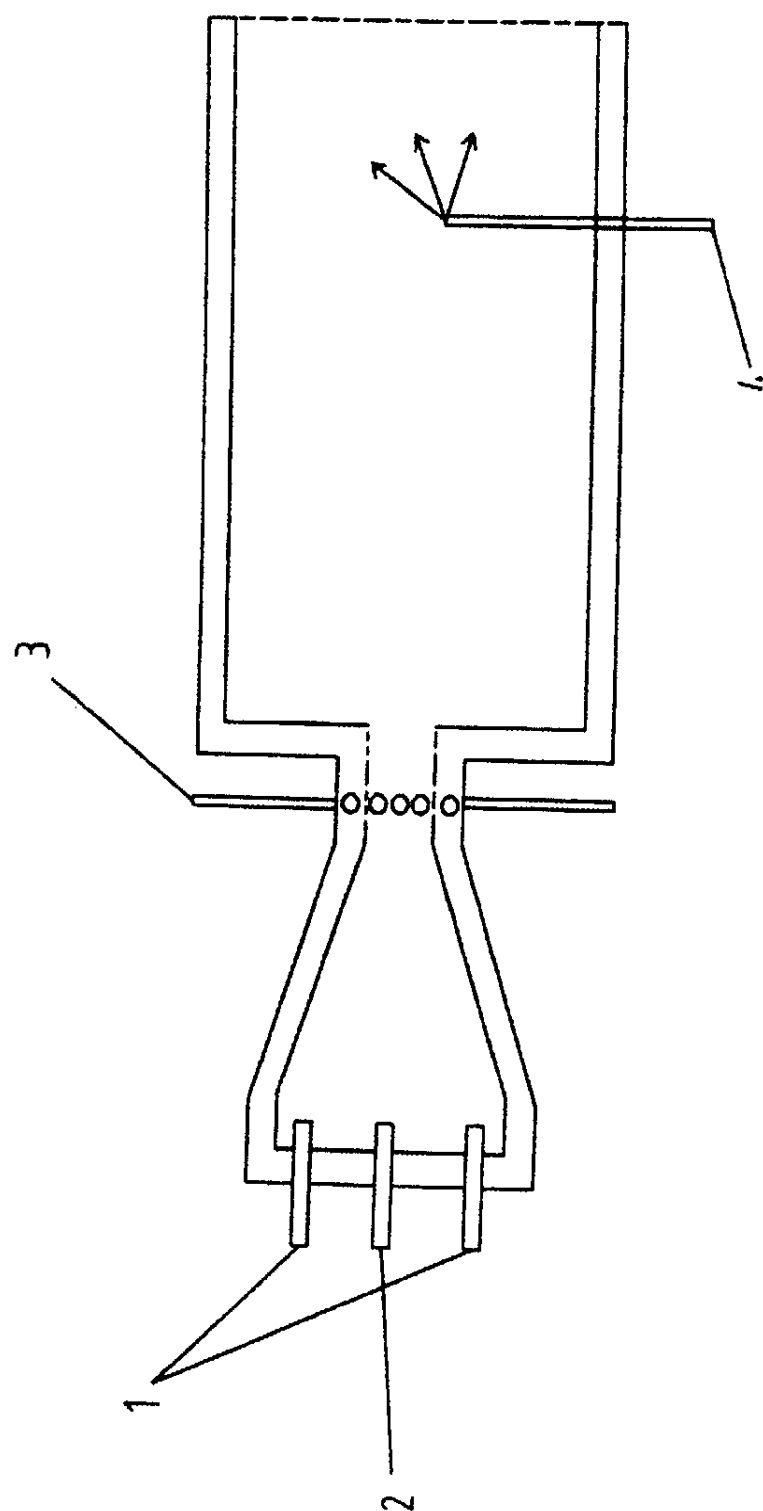
5

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Saze, s CTAB-povrchem 10 až 35 m²/g a DBP-absorpcí 40 až 180 ml/100 g, **v y z n a ě u - j í c í s e t í m**, že hodnota ΔD_{50} distribuce velikosti agregátů je větší než 340 nm a hodnota M distribuce velikosti agregátů je větší než 2.
2. Saze podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že standardní odchylka distribuce velikosti agregátů je větší než 300 nm.
3. Saze podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že poměr D 75%/25% distribuce velikosti agregátů je větší než 2,4.
4. Saze podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že poměr $\Delta DBP/DBP$ je větší než 0,35.
5. Saze podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že poměr $(\Delta DBP \cdot 100)/DBP^2$ je větší než 0,29 (ml/100g)⁻¹.
6. Způsob přípravy sazí podle nároku 1 v retortovém sazovém reaktoru, obsahujícím podél osy reaktoru spalovací zónu, reakční zónu a přerušovací zónu, produkováním proudu horkého odpadního plynu ve spalovací zóně úplným spalováním paliva v plynu obsahujícím kyslík a vedením odpadního plynu ze spalovací zóny reakční zónou do přerušovací zóny, vmísením sazové suroviny do horkého odpadního plynu v reakční zóně a zastavením tvorby sazí v přerušovací zóně rozprášením vody, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že kapalná a plynná surovina se vstříkuje v zúženém místě radiálními tryskami a hloubky vniknutí radiálních trysek pro olej a radiálních trysek pro plyn jsou rozdílné.
7. Použití sazí podle nároku 1 jako ztužovacích sazí v gumárenských směsích.
8. Použití sazí podle nároku 1 jako ztužovacích sazí v extruzních profilech.
9. Kaučukové směsi, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že obsahují kaučuk, saze podle nároku 1, a popřípadě vysráženou kyselinu křemičitou, organosilan a/nebo další kaučukové pomocné prostředky.

40

1 výkres



Obrázek 1

Konec dokumentu