



HU000028526T2

(19) **HU****MAGYARORSZÁG**
Szellemi Tulajdon Nemzeti Hivatala(11) Lajstromszám: **E 028 526**(13) **T2****EURÓPAI SZABADALOM**
SZÖVEGÉNEK FORDÍTÁSA

- (21) Magyar ügyszám: **E 06 753497** (51) Int. Cl.: **B29B 9/12** (2006.01)
(22) A bejelentés napja: **2006. 05. 05.** **B29B 13/02** (2006.01)
C08J 3/12 (2006.01)
(96) Az európai bejelentés bejelentési száma: **C08K 5/00** (2006.01)
EP 20060753497
(97) Az európai bejelentés közzétételi adatai: (86) A nemzetközi (PCT) bejelentési szám:
EP 1883516 A1 **2006. 11. 09.** **PCT/EP 06/004223**
(97) Az európai szabadalom megadásának meghirdetési adatai: (87) A nemzetközi közzétételi szám:
EP 1883516 B1 **2015. 10. 21.** **WO 06117235**

(30) Elsőbbségi adatok: 677829 P 2005. 05. 05. US 738489 P 2005. 11. 21. US	(73) Jogosult(ak): M&G USA Corporation, Apple Grove, WV 25502 (US)
(72) Feltaláló(k): SISSON, Edwin A., Medina, Ohio 44321 (US) FERRARI, Gianluca, I-30026 Portogruaro (VE) (IT)	(74) Képviselő: Danubia Szabadalmi és Jogi Iroda Kft., Budapest

- (54) **Elválasztó zónás gyantapellek oxigéncseréhez, és eljárás az említett gyantapellek termikus kezelésére**

Az európai szabadalom ellen, megadásának az Európai Szabadalmi Közlönyben való meghirdetésétől számított kilenc hónapon belül, felszólalást lehet benyújtani az Európai Szabadalmi Hivatalnál. (Európai Szabadalmi Egyezmény 99. cikk(1))

A fordítást a szabadalmas az 1995. évi XXXIII. törvény 84/H. §-a szerint nyújtotta be. A fordítás tartalmi helyességét a Szellemi Tulajdon Nemzeti Hivatala nem vizsgálta.

ELVÁLASZTÓ ZÓNÁS GYANTAPELLETEK OXIGÉNCSERÉHEZ, ÉS ELJÁRÁS AZ EMLÍTETT GYANTAPELLETEK TERMIKUS KEZELÉSÉRE

A találmány szerinti szakterület

A jelen leírás az 1. igénypont szerinti gyantapelletekre vonatkozik, amelyek legalább két elválasztott zónából állnak egymás melletti konfigurációban.

A találmány háttere

Sok ipari termék több komponensből áll, azok tulajdonságainak gazdaságos javítása érdekében. A több komponensű, hőre lágyuló és hőre keményedő anyagokból előállított termékeket általában egy végső olvasztó-keverő extrudáló készülékben gyártják, amely homogénen kombinálja a különböző komponenseket egy terméké, így például egy lappá, filmmé, szállá, palackká vagy egy fröccsöntött alkatrészé, amelyeket gyakran előformának hívnak. A terméket, különösen az előformát gyakran tovább feldolgozzák, így egy másik terméket, így például egy palackot, tálcát, poharat vagy táskát állítanak elő.

Mivel a csomagolási követelmények komplexebbé válnak, sok komponens szükséges a csomagolóanyag funkcionális tulajdonságainak javításához. A pára vagy specifikus vegyületek, így például az oxigén elzárása ezen tulajdonságok körében a fontosabbak közé tartozik. Az oxigéntől elzáró anyagok drágák, és ezért kívánatos azok költségének minimalizálása a végső csomagolásban.

Az oxigén áthatolás csökkent értékei érhetők el passzív vagy aktív elzáró technikák alkalmazásával. A passzív elzáró technikák csökkentik a pára vagy folyadék a csomagolásba való transzmisszió sebességét. Ezzel szemben az aktív elzáró technikák anyago(ka)t inkorporálnak a csomagolás falába, amely(ek) (eljárás követésével) reagál(nak) az érintett párával vagy folyadékkal, és ezáltal megakadályozzák azok áthatolását a tároló falán.

A jelenlegi csomagolások integrálják a passzív elzáró anyagot egy külön rétegbe a tároló falában. Ezt egy extrudáló alkalmazásával érik el, így megolvasztják fő komponensét, és kialakítják a terméket, míg egy második extrudáló készülék megolvasztja a záró anyagot, és injektálja a záró anyagot a termék egy külön rétegébe, amely kiképezi a tároló falát. Javíthatók például a passzív záró tulajdonságok, egy poliamid réteg inkorporálásával, és egy poliészter réteg inkorporálásával, így egy többrétegű tároló kialakításával, vagy homogénen összekeverhetők a poliészterrel, a poliamiddal a tároló falában szemben azzal, hogy a poliamidot egy külön rétegben helyezik el.

Az aktív záró technika egy komponens reagáltatását foglalja magában a tároló falában oxigénnel. Az ilyen reakció oxigéncseréként vált ismertté. Az 5,021,515; 5,049,624 és 5,639,815 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírások ismertetnek csomagolóanyagokat és eljárásokat, amelyek polimer

kompozíciókat használnak fel, amely kompozíciók képesek oxigéncserére; az ilyen kompozíciók körébe tartoznak: egy oxidálható szerves komponens, így például poliamidszerű *m*-xililén-adipamid (amelyet közönséges néven MXD6-ként említene) és egy fém oxidáció promótert (így például egy kobalt vegyületet).

Az 5,529,833 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás ismerteti más szerves kompozíciót, amely tartalmaz egy etilénesen telítetlen szénhidrogén oxigéncserélőt, amelyet egy promóter, így például egy átmenetifém katalizátor, és egy klorid, acetát, sztearát, palmitát, 2-etil-hexanoát, neodekanoát vagy naftenát ellenion katalizál. Tipikus fémek a következők köréből választottak: kobalt(II) 2-etil-hexanoát és kobalt(II) neodekanoát.

A 6,406,766; 6,558,762; 6,346,308; 6,365,247 és 6,083,585 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírások kitanítják az oxidálható komponens, így például polibutadién-oligomer funkcionálisítását, és annak reagáltatását a fő polimer mátrix, így például polietilén-tereftalát és/vagy annak kopolimerei (amelyet közönséges néven PET-nek hívnak) vázszerkezetébe. Egy ilyen kompozíció inkorporálható a tároló falába a tároló fal külön rétegeként vagy képezheti a teljes falat.

Az elemi vagy redukált fém cserélők képezik a másik aktív záró technikát. Ezen fémek, általában egy promóter, így például nátrium-klorid jelenlétében, nem reaktívak az oxigénnel, amíg azok nincsenek kitéve nedvességnek, amely kiváltja a reakciót. A fémcserélő előnye az, hogy egy fémalapú cserélőt tartalmazó pellet nem reagál az oxigénnel, ha csak nem kerül érintkezésbe nedvességgel, egy olyan komponenssel, amely a pelleten kívül van. A pellet kompozíció kívüli ágens alkalmazása a reakció iniciálására ezt egy indítható rendszerre teszi. Ez szemben áll a korábban ismertett szerves rendszerekkel, melyek akkor aktívak, amikor az összetevőket kombinálják, így előállítva a tárolót vagy pelletet. Megjegyezzük, hogy van néhány oxigénnel reaktív vegyület, amely rendelkezik mind egy inherens reaktivitással az oxigénnel, mind egy promótálható és/vagy kiváltható reaktivitással.

A szilárd fázisú polimerizáció hatékonyan növeli a molekulatömeget, amint azt mind a poliészterek, mind a poliamidok belső viszkozitása útján kimérték. A szilárd fázisú polimerizációs eljárásban a pelletet olyan hőmérsékleteknek teszik ki, amelyek alacsonyabbak annál a hőmérsékletnél, amelynél a pellet folyékonnyá válik. Ez a hőmérsékleti hatás egy kiváltó erő, így például egy közömbös gáz vagy vákuum jelenlétében következik be. A polimerizációs reakció melléktermékeit eltávolítják a pelletből így kikényszerítve egy egyensúlyi növekedést a polimer molekulatömegében. Mivel a poliészter és a poliamid egyaránt pelletezett a gyártás során, az 5,340,884 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás javasolja azok kombinálását annál a pontnál, ahol az egyik vagy a másik pelletet feldarabolják annak eredeti előállításánál. A poliészternek poliamiddal történő kombinálása, ahol az egyiket vagy másikat pelletékké darabolják, kiküszöböli az ezt követő extrudálási és vágási lépést. Azonban a poliészternek és a poliamidnak a kombinációja az első felvágási lépésnél megkívánja, hogy a következő poliészter-poliamid multikomponensű pelletet a kristályosítás hőfeldolgozási lépéseinek, szilárd fázisú polimerizációnak és szárításnak vessék alá, és az anyagok azt kibírják. Ezen termikus feldolgozási lépések bekövetkezhetnek 40°C hőmérséklettől azon hőmérsékletig, amely kismértékben alacsonyabb, mint az a hőmérséklet, amelynél a pellet folyékonnyá válik, így például 1°C-kal vagy még tipikusabban, kereskedelmi okokból, 5°C-kal azon hőmérséklet alatt, amelynél a pellet elfolyósodik.

Míg az 5,340,884 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás javasolja a poliészter és a poliamid kombinálását az első darabolási lépésben, megjegyzi, hogy a poliamid és a poliészter homogénen diszpergált kombinációi a mesterszerekben koncentrálnak, és az elővegyületek nem tehetők ki szilárd fázisú polimerizációs reakciókörülményeknek a poliamid molekulatömegének lebontása nélkül, és drámai színeltolódások előidézése nélkül. Az 5,340,884 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás ezt minimalizálja előkevert poliamid koncentrátnak alkalmazásával, a poliészterrel való összekeveréshez. Míg az előkevert koncentrátnak csökkenthet néhányat a rákövetkező hőfeldolgozási lépés hatásai közül, az nem igazán hatásos. A poliamid-poliészter koncentrátnak ugyanattól a problémától szenved, mint a külön poliészter-poliamid pelleték, amelyeket egyült száritanak.

A probléma megoldható a szerves cserélő rendszer esetében, ahol az oxidációs promótert akkor adják hozzá, amikor a polimerek már olvadáskéverésben vannak. A rendszer reaktív az oxigénnel, és bármely azt követő hőkezeléssel szemben, és még tárolás alatt is a megoldást oxigén kell végrehajtani.

Egy kristályosítási eljárásban az anyag a pelletben lényegében amorf formából a kristályos forma irányába mozdul el. A polimer pelleték általában amorf formájúak, de kristályosodnak, hő és idő hatására. A kristályosságot gyakran fejezik ki kristályossági százalékban, és azt gyakran interpolálják az anyag sűrűsége és az anyag amorf sűrűsége közötti különbség elosztásával a 100%-os kristályos sűrűség és az amorf sűrűség közötti különbséggel (0%-os kristályosság). Polietilén-tereftalátra vagy a polietilén-tereftalát kopolimerre az amorf sűrűség $1,335 \text{ gm/cm}^3$, a kristályos sűrűség $1,455 \text{ gm/cm}^3$, és a kifejezés ezért a százalékos kristályosságra egy adott mintára a következő:

$$(Ds-1,335)/(1,455-1,335)$$

ahol Ds a minta sűrűsége gm/cm^3 -ben kifejezve.

A kristályossági szintek szintén meghatározhatók differenciális pásztázó kalorimetriás eljárással (DSC vagy D.S.C.), amely a hő azon mennyiségére utal, amely ahhoz szükséges, hogy megolvassza az anyagot, a hő azon mennyiségére, amely ahhoz szükséges, hogy egy 100%-os kristályosságú mintát megolvasszon.

Az előkeverési oxigén reaktív komponensek a pelletbe ugyanazoktól a korlátoktól szenvednek, mint a poliészter-poliamid keverék. Az oxigén reaktív pelleték előkeverése különösen költséges, mivel az előkevert pelleték reaktívak az oxigénnel, és azok az oxigén távollétében alakítandók át, tárolandók és szállítandók. Az oxigén reaktív pelletéket ezért az oxigén távollétében csomagolják nitrogén alatt lezárt fóliaszakokba.

Továbbá, előkevert oxigén reaktív pellet nem működik poszttermikus kezelésekre, így például száritáshoz, kristályosításhoz vagy szilárd fázisú polimerizáláshoz. Egy poliészter és egy oxigén reaktív anyag előkeverékét száritani kell a végső olvadék keverése előtt. Ennélfogva a pelleteknek képesnek kell lenniük kiállni a száritási folyamatot. A forró levegővel történő száritás jelentősen kimeríti az oxigén-reaktív anyag kapacitását az oxigén elfogyasztására.

A 6,406,766 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás kitanítja, hogy a polimerizáció utáni eljárások, így például a száritás, a devolatilizáció, a kristályosítás és a szilárd fázisú polimerizáció csökkenti az oxigéncserélő kapacitást, és kitanítja, hogy az oxigéncserélő aktivitás elvesztése minimalizálható az ilyen

műveleteknek szigorúan az oxigén távollétében történő végrehajtásával, és a kopolimer oxigénnek való kitétségének korlátozásával az ilyen műveletek után.

Korlátai ellenére a jelenlegi ipari megközelítés előkever egy oxigén-érzékeny anyagot egy promóterrel/katalizátorral egy mésztörtőletben, amely tartalmazza a végtermék fő komponensét, így kialakít egy oxigén-reaktív anyagot, eljuttatja az oxigén-reaktív anyagot fóliaszákokba, és ezután megszáritja a mésztörtőletet nitrogén vagy vákuum jelenlétében, közvetlenül az előtt, hogy hozzáadná a végső olvadékkeverék extrudálási eljárásba.

Egy alternatíva külön pelleteket alkalmaz: egy pellet, amely tartalmazza az oxigén-érzékeny komponenst, és a másik pellet, amely tartalmazza a fő komponenst és a promótert. A komponensek pontos kimérése bonyolult, a rétegződés miatt, amelyet a pelletek specifikus sűrűsége és elektrosztatikus tulajdonságai okoznak, és az oxigén-érzékeny komponensnek a többi komponenssel való előkeverése és a promóter/katalizátor hozzáadása a végső olvadékkeverési lépés alatt kiküszöbölheti a tárolási költségeket, de újra előidézi a kimérési bonyodalmakat és a szeparált betáplálási rendszerek szükségességét.

Az 5,627,218 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás és az 5,747,548 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás ismerteti egy zónákkal rendelkező pelletet, ahol az interaktív vagy interreaktív komponenseket a pellet szeparált tárolóiban vagy zónáiban tartják a végső olvadékkeverési lépésig. Az interaktív/interreaktív komponensek kémiai reaktánsok, amelyeket termikus úton aktiválnak, hogy részt vegyenek egy kémiai reakcióban a pellet felhasználása során a fröccsöntési műveletben. A reakció típusát interaktívként osztályozzák vagy interreaktívak azok a komponensek, amelyek olyan reakciókkal rendelkeznek, amelyeket végre kell hajtani annak érdekében, hogy a termékek szabványosak legyenek, és a makromolekuláris növekedés korlátozott a fröccsöntés során annak megakadályozására, hogy a termék túl merevvé váljon a fröccsöntéshez. Ezzel szemben az 5,627,218 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás szerinti tároló zónás pellet kompozíció a reakciók lassúságát használja ki könnyű fröccsöntési töltet lehetővé tétele érdekében az előtt, hogy a reakció a könnyen folyó anyagokat kevésbé könnyen folyó anyagokká konvertálna. Az interreaktív/interaktív vegyületek reakciósebességei majdnem mindig lassúak. Olvadékkeverés után megkezdődnek a tárolt anyagok interreakciói. A pellet által tartalmazott reaktánsok reakcióidője általában hosszúak ahhoz az időhöz képest, amely a fröccsöntési vagy extrudálási eljárásához szükséges. A molekulaméretben bekövetkező növekedés és kötés-komplexitás javítja a fizikai tulajdonságokat, és nagymértékben azután történik, miután az anyagot a végső alakba formálták. Az öntés utáni térhálósodásnak megengedhető, hogy az lassan történjék, vagy egy kemencében történő térhálósítással azt bármely időpontban lehet befolyásolni.

A reaktív extrudálási feldolgozás tipikus a hőre keményedő műanyagokra. Bár elméletben bizonyos poliészter-poliamidok kismértékben reagálhatnak, amely folyamatot transzanimalásként ismerünk, a reakció igen gyors lenne és bizonyára nem építene molekulatömeget vagy növelne viszkozitást, sem nem folytatódna az olvadék-extrudálási lépés után. Ismert, hogy a polietilén-tereftalát nem reagál a poli-m-xililén-adipamiddal, az MXD6-tal.

Az 5,627,218 számú és az 5,747,548 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírások ismertetik, hogy az elválasztó zónás pelletek tartalmaznak egy több kémiai reaktáns, amelyeket termikusan aktiválnak, így azok részt vesznek egy kémiai reakcióban a pelletek felhasználása során egy fröccsöntési műveletben.

Szintén alkalmazhatók katalizátorok, amelyek fokozzák a reakciót. A legalább két kémiai reakción kívül a szabadalmak vonatkoznak nem kémiailag reaktív adalékanyagokra, így például megerősítő rostokra, színezőanyagokra, kenőanyagokra és hasonlókra.

Az olvadékkeverésig az interaktív/interreaktív komponensek külön tartásával egy egységes pelletet alkalmazunk, és elkerülhetők a komplikált betáplálási rendszerek, amelyek a végső olvadékkeverési lépéssel függenek össze. Sem az 5,627,218 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás, sem az 5,747,548 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás nem vonatkozik vagy ismerteti a zónás pelletfelhasználást, amikor a reakció egy alappelleten kívüli vegyülettel, így például oxigénnel történik.

A 6,669,986 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás ismerteti a tároló zónás pellet alkalmazását nem kristályosodó poliszterek szárításában való segédanyagként, körbevéve azokat egy kristályosítható poliszterrel, a blokképződés vagy összeolvadás meggátolására. Ennek végrehajtását a 6,669,986 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás kitanítja, hogy a komponenseknek kémiailag hasonlóknak kell lenniük, hogy használhatók legyenek a következő olvadék feldolgozás során. A 6,669,986 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás sem nem ismerteti, sem nem utal az elválasztó zónás pellet alkalmazására a termékeknek egy külső vegyülettel, így például a levegőben lévő oxigénnel való reakciójától való megvédésére.

A 6,669,986 amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás szintén ismerteti a pelletek összetevőinek víztől való védelmét, amikor a víz kiváltja a fémalapú oxigén-cserélő reakcióját. Amint azt korábban ismertettük, ez védelem egy kiváltó mechanizmustól, és a leírás nem ismerteti védelmet egy vegyülettel való reakciótól, vagy amikor a promóter pelleten belül van. Azonban a 6,669,986 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás nem ismerteti a komponensek védelmét oxigénnel való reagálástól.

Az 5,747,548 számú és a 6,669,986 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírások ismertetik egyaránt az elválasztó zónás vagy zónás pelletek típusait az 1. igénypont tárgyi köre szerint, és ismertetik, hogy hogyan lehet előállítani az ilyen elválasztó zónás vagy zónás pelleteket. A komponensek technika állása által nem említett példái azok a pellet-kompozíciók, amikor a komponensek közül legalább egy reagál a környezetében lévő vegyületekkel, így például a levegőben található oxigénnel.

A találmány rövid összefoglalása

Találmányunkkal ismertetünk egy eljárást és konfigurált termékeket legalább három vegyület egyidejű termikus feldolgozására, amikor a három vegyület tartalmaz egy oxigén-érzékeny komponenst, egy oxigénre közömbös komponenst és egy reakció-promótert, ahol az oxigén-érzékeny komponens egy első elválasztó zónában van jelen, és ahol az oxigénre közömbös komponens egy második elválasztó zónában van jelen, és az első elválasztó zóna és a második elválasztó zóna egymás melletti konfigurációban van kialakítva, ahol egyik zóna sem veszi körül a másik zónát a pellet egyetlen síkjában sem. A találmány szerinti pellet előnyös kiviteli alakja lényegében két elválasztó zónából áll, és előnyösebben csak két elválasztó zónából áll. Előnyösen ezen elválasztó zónák folytonos szerkezettel rendelkeznek.

A leírás feltár továbbá egy eljárást egy gyantapellet hőkezelésére, amely említett gyantapellet tartalmaz egy oxigén-érzékeny vegyületet, egy oxigénre közömbös vegyületet és egy reakció promótert, ahol az oxigén-érzékeny komponens az első elválasztó zónában van jelen, és ahol az oxigénre közömbös komponens egy

második elválasztó zónában van jelen, amely eljárás tartalmazza a gyantapellet olyan hőmérsékletre történő melegítését, amely a 40°C és azon hőmérséklet közötti tartományban van, amely hőmérséklet legalább egy 1°C-kal azon hőmérséklet alatt van, amellyel a pellet folyékonnyá alakul.

A rajzok rövid ismertetése

Az 1. ábra ismerteti egy gyantapelletet két elválasztóval vagy zónával mag-héj konfigurációban, amely nem a jelen találmány szerinti elrendezés;

a 2. ábra ismerteti egy gyantapelletet két elválasztóval vagy zónával mag-héj konfigurációban, amely nem a találmány szerinti, ahol a mag egy külső héjréteg által bekapcsolódott, körbevett vagy bezárt;

a 3. ábra ismerteti egy gyantapelletet három elválasztóval vagy zónával egy többretegű vagy szendvics konfigurációban;

a 4. ábra ismerteti egy három elválasztó zónával konfigurált gyantapelletet, amely nem a találmány szerinti, két koncentrikus réteggel, amely körbevesz egy magot;

az 5A, 5B, 5C ábrák ismertetik különböző, két elválasztóval rendelkező gyantapellet konfigurációk példáit, ahol az elválasztók egymás mellett fekszenek oly módon, amit egymás melletti konfigurációnak neveznek.

A találmány részletes ismertetése

Az alábbiakban részletesen ismertetett elválasztó zónás konfiguráció hasznos oxigén reaktív rendszerekhez, lehetővé téve számukra, hogy alávetettek legyenek rákövetkező poszttermikus kezelési műveleteknek egy oxigéntartalmú környezetben, így például levegőn, amely magában foglalja – korlátozás nélkül – a szárítást, devolatilizációt, kristályosítást, szilárd fázisú polimerizációt és tárolást.

Az elválasztó zónás konfiguráció pelletje tartalmaz legalább egy oxigénre közömbös polimert, így például egy poliszter, legalább egy oxigénre érzékeny komponenst, így például egy poliamidot vagy egy poliszter tartalmú polibutadién-monomereket, és legalább egy reakció promótert, így például egy kobaltvegyületet, amely amikor az említett reakció promótert érintkezésbe hozzuk oxigén-érzékeny komponenssel, iniciálhatja és/vagy katalizálhatja az oxigén-érzékeny komponensnek oxigénnel való reakcióját, és ezáltal az oxigén-érzékeny komponenst egy oxigénreaktív komponenssé alakítja.

A jelen leírás céljaira a komponens, amely reagál oxigénnel, egy oxigénreaktív komponensként vagy oxigén-cserélőként ismert. A komponensnek oxigénnel való reakcióját gyakran egy további komponens segíti elő, amely szintén jelen van a csomagolás falában. A promóter általában iniciálja és gyakran katalizálja az oxigén-érzékeny komponensnek oxigénnel való reakcióját. Miután az oxigén-érzékeny komponenst érintkezésbe hozzuk a promóterrel és oxigénnel reaktívá válik, az oxigén-érzékeny komponens egy oxigénreaktív komponenssé alakul. Az oxigén-érzékeny/oxigénreaktív komponens lehet szerves, szervetlen vegyület vagy egy fém redukált vegyérték állapotban.

Ezzel szemben az oxigénre közömbös kifejezés egy olyan komponensre utal, amely nem válik reaktívá oxigénnel, amikor azt érintkezésbe hozzuk a promóterrel olyan szintekig, amely az oxigén-érzékeny komponenst

oxigénreaktív komponenssé alakítja. Ez könnyen meghatározható az oxigén-érzékeny komponensnek a promóterrel történő kombinálása útján, és az oxigénfogyás mérése útján. A javasolt oxigénre közömbös komponens után csak a promóterrel kombináljuk, és az oxigén reaktivitást mérjük. Azt tapasztaltuk, hogy a legtöbb szerves vegyület bizonyos igen alacsony inherens reaktivitás mértéket mutat az oxigén irányában. Egy oxigénre közömbös komponensnek kis megnövekedett reaktivitást kell mutatnia oxigénnel a promóter jelenlétében. Jó iránymutatás, hogy az oxigénre közömbös komponens a promóter jelenlétében csak kétszeres reaktivitással rendelkezik oxigénnel, mint az oxigénre közömbös komponens a promóter hiányában. Míg az oxigénre közömbös komponens oxigénnel való reaktivitásának kétszerese elfogadható, az oxigén reaktivitás előnyös mértéke az, hogy az oxigénre közömbös komponens a promóterrel kevesebb, mint 20%-os, és előnyösen kevesebb, mint 10%-os növekedést mutasson, és előnyösen ne mutasson növekedést az oxigénfogyásban ahhoz képest, ami az oxigénre közömbös komponensnél a promóter nélkül tapasztalható. A kis mértékben nagyobb növekedést okozhatja a katalizátor, szennyezők vagy akár a promóter nyomnyi mennyiségei, amelyek önmagukban és önmaguktól reagálhatnak az oxigénnel egy kis mértékig.

Az 1. ábra szerinti alap koncepcionális kiviteli alakban az oxigénre közömbös polimer, az oxigén-érzékeny komponens és a promóter heterogén módon van elhelyezve a pellet zónáiban vagy elválasztó tereiben úgy, hogy elégtelen mennyiségű promóter van közvetlen érintkezésben az oxigén-érzékeny komponenssel ahhoz, hogy lényegesen iniciálja vagy katalizálja a reakciót az oxigénnel, de több, mint elegendő promóter van jelen ehhez akkor, amikor az összetevőket homogenizálják amikor azokat összekeverik a végső olvadék extrudálási lépés során.

A promóter és az oxigén-érzékeny komponens jelentősen heterogénen helyezhető el a pelletekben szemben azzal az esettel, amikor homogénen diszpergáltak vagy szolubilizáltak egymásban. Egy kiviteli alakban az oxigén-érzékeny komponens egy tároló zónába helyezük (lásd például az 5A, 5B és 5C ábrák szerinti 5A1, 5B1 és 5C1 elemeket), és a promóter diszpergálva van az 5A, 5B és 5C ábrák szerinti 5A2, 5B2 és C2 jelzésű oxigénre közömbös komponensbe, olyan mennyiségekben, amelyek elegendők az oxigén-érzékeny komponensnek az oxigénnel való reakciójának iniciálásához és/vagy katalizálásához, amikor a pelletet feldolgozzuk a végső olvadékkeverési lépésben. Ezzel a konfigurációval az oxigén-érzékeny komponensnek lényegében nem-reaktívnak kell maradnia oxigénnel, amíg azt kombináljuk a promóterrel a végső olvadékkeverés alatt. A találmány szerinti pellet ezáltal tárolható egy oxigéntartalmú környezetben, így például levegőn, és alávethető hőkezeléseknek oxigén jelenlétében, mivel az oxigén-érzékeny vegyület kis reaktivitást vagy a reaktivitás hiányát mutatja oxigénnel a végső olvadékkeverésig.

Az oxigén-érzékeny komponens lehet sokféle vegyület egyike. Az oxigénreaktív vegyület e konkrét kiviteli alak szerint egy oxigén-érzékeny komponens, amely megkíván egy reakció promótert az oxigénnel való reakció iniciálásához vagy katalizálásához. Az *Active Food Packaging*, M.L. Rooney ed., 1995, p74-110, szakirodalmi amelynek kitanítására a jelen leírásban referenciaként hivatkozunk, ismertet különböző típusú oxidálható szerves oxigén-érzékeny vegyületeket. Az oxigénérzékeny vegyületek általában etilénesen telítetlen szerves vegyületeket foglalnak magukban, és rendelkezhetnek legalább egy allil-hidrogénnel, amely oxigén jelenlétében lehasad, és egy promóter, amely egy iniciátor vagy katalizátor.

Ebben a kontextusban egy katalizátor lehet iniciátor, de egy iniciátor nem mindig katalizátor. Általában az oxigénnel való reakció igen lassú, vagy nem következik be az iniciátor vagy katalizátor jelenléte nélkül. Egy iniciátor lehet bármilyen, amely megkezdheti a vegyület gyors reakcióját oxigénnel. Egy katalizátor mind megkezdheti a reakciót, mind növelheti a reakciósebességet, de nem vesz részt a reakcióban.

A poliamidok, mint a poliolefinok, reaktívvá válnak oxigénnel egy átmenetifém katalizátor jelenlétében, és ezért oxigén-érzékeny komponensek is. Ennélfogva a poliamidok egyikét képezik az előnyös oxigén-érzékeny komponenseknek is. Konkrétan, a következőkben ismertetett poliamidok megfelelő oxigén-érzékeny komponensek. Az említett poliamidok körében az *m*-xililén adipamid csoport (MXD6) előnyös. A polibutadién, a polibutadién-oligomerek és terpének más példáit képezik az oxigén-érzékeny anyagoknak, amelyek promótál (iniciál és/vagy katalizál) egy átmenetifém katalizátor.

Az oxidálható szerves vegyületek más példái körébe tartoznak a polibutadién, a hidrogénezetlen polibutadién oligomerek, a polipropilén-oxid oligomerek és a metilcsoporttal rendelkező aromás vegyületek. A polibutadién sok formája működik, ideértve a magas cisz-, magas vinil- és szindiotaktikus mikrostruktúrákat.

Azon kívül, hogy fizikailag össze van keverve a fő komponenssel, az oxigén-érzékeny komponens kémiaiilag funkcionálizálható egy vagy több területen, és reagáltatható egy anyaggal, amely kompatibilis a fő komponenssel. A funkcionálizáció elhelyezhet például legalább egy karboxil-, hidroxil- vagy amincsoportot a vegyületrészen. Előnyösen két funkciós csoport fordul elő a molekula minden végén. A poliészterrel kompatibilis anyagok típusai a túlnyomórészt polikondenzátum szegmenszek reakciótermékei a következők köréből választva: poliészterek, amint azt az USA 21 CFR 177.1590 számú dokumentumban ismertetik, és poliamidok kismennyiségű oxigén-érzékeny komponens szegmensekkel a következők köréből választva: funkcionálizált polibutadién, hidrogénezetlen polibutadién oligomerek, polipropilén-oxid oligomerek és metilcsoportot tartalmazó aromás vegyületeket. Az USA 21 CFR 177.1590 számú dokumentum ismerteti a polikondenzátumokat mint poliészter elasztomereket, amelyeket az észterkicserélési reakció útján állítanak elő, amikor egy vagy több a következő ftalátok közül – dimetil-tereftalát, dimetil-orto-ftalát és dimetil-izo-ftalát – reagáltatva van alfa-hidro-omega-hidroxipoli(oxitetrametilén)-nel és/vagy 1,4-butándiollal úgy, hogy a kész elasztomer szám szerinti átlagos molekulatömege 20.000 és 30.000 között van. Ezen kondenzátumok leírhatók polikondenzátumokként is, amelyek egy vagy több ftalátból állnak a következő csoport köréből választva: tereftalát, orto-ftalát és izo-ftalát, amikor az említett polikondenzátum áll még egy vagy több glikólból a következő csoport köréből választva: alfa-hidro-omega-hidroxipoli(oxitetrametilén) és 1,4-butándiol, és a polikondenzátum 20.000 és 30.000 közötti szám szerinti átlagos molekulatömeggel rendelkezik. Az alfa-hidro-omega-hidroxipoli(oxitetrametilén) az 1,4-butándiol polimer formája. A monoetilén-glikol (etilén-glikol) és annak polimere szintén ismert polietilén-glikolként, és szintén alkalmazható.

Általában a legjobb kompatibilitást akkor kapjuk, amikor az oxigénkicserélő anyagot reagáltatjuk magával a fő komponenssel. Ezáltal az oxigén kicserélő anyagot tartalmazó molekulákat oxigén-érzékeny komponensekké tesszük, ahol a molekulák oxigén kicserélő anyag nélkül oxigénre közömbös komponensek maradnak. A 6,406,766 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás ismerteti, hogy ez hogyan hajtható végre. Mivel a 6,406,766 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás ismerteti a funkcionálizált polibutadién poliészter szegmenssé történő reagáltatását, annak felalálói a funkcionálizált polibutadiént

monomerként tekintik a poliészter szegmenshez. A jelen leírás céljaira a „funkcionalizált polibutadién” szakkifejezés ekvivalens a „polibutadién monomer” kifejezéssel, amely a 6,406,766 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban található. Előnyösen a funkcionalizált oxigén-cserélőt azonos típusú anyaggal mint fő komponenssel reagáltatjuk. Más szavakkal, a legjobb kompatibilitást polietilén-tereftaláttal akkor kapjuk, amikor a funkcionalizált oxigén-cserélőt reagáltatjuk polietilén-tereftaláttal vagy egy polietilén-tereftalát kopolimerrel.

A promóter egy iniciátor vagy katalizátor, és az bármely vegyület, amely megkezdí és/vagy felgyorsítja az oxigén-érzékeny komponensnek oxigénnel való reakcióját. A promóter általában egy átmeneti fém, legelőnyösebben egy kobaltsó, például kobalt-neodekanoát, és az nem fogy el az oxigén-érzékeny anyagnak az oxigénnel való reakciója által. Továbbá az oxigén-érzékeny komponens elegendően nem-reaktív az oxigén irányában, hacsak nem a promóter elegendő mennyiségekben van jelen. A promóter szintén megkíván egy, a pellethez képest külsőleges eseményt, így például sugárzó energiát (fény, UV-fény, mikrohullámú sugárzás) vagy érintkezést egy másik anyaggal, így például vízzel, így iniciálva a reakciót oxigénnel vagy felszabadítva az iniciátort.

A promóter mennyisége általában kísérletileg meghatározott a megkívánt oxigénfogyás mennyisége, az oxigén-érzékeny komponens típusa és promóter típusa alapján. Általános értelemben a promóter mennyisége 30 és 1000 ppm fémion között változik az oxigén-érzékeny komponensre számítva. Azonban az 50 és 500 ppm és 100 és 300 ppm fémion értékek az oxigén-érzékeny komponens tömegére számítva szintén ismertek, hogy elősegítik az oxigénnel történő reakciót.

Egy további kiviteli alak egy tároló zónás pellet nagy koncentrációjú oxigén-érzékeny komponenssel egy az oxigénre közömbös komponens olyan rétege mellett, amely réteg tartalmaz legalább egy kevés promótert. Például egy egymás melletti konfigurációjú pellet tartalmazhat egy első zónát, amely tartalmaz 95 térfogat% pelletet, amely tartalmazza az oxigén-érzékeny anyagot, így például egy poliamidot és/vagy a polibutadién struktúrát, és tartalmaz továbbá egy második zónát, amely a térfogat 5 térfogat%-át teszi ki, ahol a második zóna tartalmazza az oxigénre közömbös anyagot és a promótert. Bár a konfiguráció nincs korlátozva a következőre, a konfigurációk példái, amelyek a jelen találmány körébe esnek, a 3. ábra szerinti szendvicsformák, és az egymás melletti konfiguráció bármely variációja az 5. ábrán van bemutatva. Ezen pellet alávethető valamennyi termikus folyamatnak, a poliészter-pelletekkel vagy az hozzáadható az extrudáló készüléket tápláló szárítóhoz, és a pellet tárolható oxigéntartalmú környezetben anélkül, hogy iniciálná az oxigén-érzékeny komponensnek oxigénnel való reakcióját.

Egy kiviteli alak azon oxigén-érzékeny komponens, előnyösen egy poliamid, így például MXD6, hidrogénezetlen polibutadién oligomerek vagy hidrogénezetlen polibutadién oligomerek egy poliészter alapváza reagáltatva, elhelyezése a pellet egy komponensébe, és a kobalt promóter és poliészter elhelyezése a másik komponensébe. Az 1. ábra mutatja ezt a maghéj konfigurációt, a 2. ábra mutatja ezt a maghéjra, ahol a mag körbe van véve. A 3. ábra mutatja ezt egy szendvics-konfigurációban, és a 4. ábra mutatja a konfigurációt többféle konfigurációval. Az 5A, 5B és 5C ábrák mutatják az egymás melletti konfiguráció nem-korlátozó variációit. Az egymás melletti konfiguráció megkülönböztető tulajdonsága az, hogy eltérően az annuláris,

maghéj vagy bekapszulázott konfigurációktól, az egymás melletti konfigurációban egyik zóna sem veszi körül a másik zónát egyik képzeletbeli síkban sem, amelyet a pellet keresztmetszetéről képezzünk.

Amint azt a 3. ábrán és az 5A, 5B és 5C ábrákon bemutatjuk, annak nyilvánvalónak kell lennie, hogy ezen struktúrák kielégítik a fenti kritériumokat. Nincs olyan a pelleten keresztülhaladó sík, bármely irányban, amely tartalmazná mindkét zónát és rendelkezne egy zónával, amely teljes mértékben körbeveszi a másik zónát.

A tároló zónás konfiguráció alatt a promóter, általában egy kobalt vegyület a poliészter (oxigénre közömbös) fázisban marad a végső olvadékkeverési lépésig, amely időpontban az oxigén-érzékeny komponens diszpergálódik a poliészterben és közeli érintkezésbe került a kobaltsóval, ezáltal iniciálja és katalizálja az oxigénnek az oxigén-érzékeny komponenssel való reakcióját. Ennél a pontnál az oxigén-érzékeny komponens egy oxigénreaktív komponenssé válik.

A szakember felismeri, hogy a promóter mennyisége minimalizálható a promóter azon maximális szintjének meghatározásával, amely hozzáadható az oxigén-érzékeny komponenshez, amely még szignifikáns mértékben nem segíti elő az oxigénnel való reakciót, és a promóter azon összes mennyiségének meghatározásával, amely szükséges a reakció elősegítéséhez az oxigén-érzékeny komponensnek az oxigénre közömbös komponensben való teljes diszperziója alatt, és legalább a promóter megmaradó mennyiségének a poliészter héjba történő elhelyezésével.

Szintén érdemes megjegyezni, hogy a funkcionizált (hidrogénezetlen) oxigén-érzékeny/reaktív komponens két formában lehet jelen. Először az jelen lehet funkcionizált anyagként, amely még nem reagált a polimer alapvázba. Egy komponens reakciója az alapvázba egy másik tároló zónába a végső olvadékkeverés alatt következne be.

Az egyértelműség kedvéért megjegyezzük, hogy bizonyos kiviteli alakok lehetnek pelletek, amelyek szintén rendelkeznek interaktív/interreaktív komponensekkel a melléktermékeké történő reagáláson és/vagy oxigénnel kívül. Az oxigén-érzékeny vagy oxigénreaktív komponens lehet egy az interaktív/interreaktív komponensek körében említettek közül, vagy lehet azokon kívüli anyag. Egy jellemző egy oxigén-érzékeny komponensnek a pelleten kívüli vegyületekkel, így például oxigénnel való reakció promóterének a jelenléte, és hogy a promótert elválasztva tartjuk az oxigén-érzékeny vegyülettől, vagy hogy a promóter, amú érintkezésben van az oxigén-érzékeny vegyülettel, elegendően alacsony koncentrációja ahhoz, hogy ne iniciálja a reakciót oxigénnel úgy, hogy bármely kiviteli alak a kontroll pellethez képest 20%-kal csökkentse a pellet oxigén reaktivitásának sebességét szobahőmérsékleten ($23^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$). A kontroll pellet azonos közelítő méretű és összetételű pellet, de ahol a komponensek homogénen diszpergáltak.

A tároló zónás pellet struktúra oxigén reaktivitásának hiányát az 1. példasorozatban demonstráltuk. A PET-elzáró technika, az oxigén-érzékeny komponens (MXD6) és az oxigénreakció promótert (kobalt-neodekanoát) tartalmazó zónás struktúra (IC) oxigén reaktivitása hasonló a kontrolléhoz (IA), amely csak PET-et és oxigénérzékeny komponenset tartalmaz. Az első nap után elreagált oxigén mennyisége lényegében azonos a tároló zónás struktúráéval, amely nem mutat növekedést a fogyásban a bétanapos periódus alatt. Úgy véljük, hogy a kontroll hetedik napján az alacsony eredmény annak a ténynek köszönhető, hogy a mintát a gyártás után egy ideig nem helyeztük az ampullába. Ez idő alatti a kis mennyiségű belső oxigén reaktivitás már bekövetkezett.

Összehasonlításképpen az összehasonlító példa (IB) majdnem kétszeres mennyiségű oxigénnel reagált vagy oxigént fogyasztott el a hétnapos periódus alatt. Az oxigén kicserélő kapacitás megtartását az ID példában demonstráljuk, amely az IC zónás struktúra repelletezve valamennyi összetevő összekeveréséhez. Ezen a módon a komponenseket szeparáljuk, addig, amíg azok készen állnak a kombinálásra a lehetséges utolsó pillanatban, és az oxigén-érzékeny anyagot oxigén reaktív anyaggá alakítjuk.

Megjegyezzük, hogy a kísérleti eredményeket az 1. ábrának megfelelő mag-héj struktúrán hajtottuk végre, és hasonló eredményeket érünk el, amikor az 5A, 5B és 5C ábrák szerinti egymás melletti konfigurációkba fröccsöntjük a terméket.

A szárítás, kristályosítás és szilárd fázisú polimerizáció termikus eljárások, amelyek szintén előnyeit élvezik a jelen találmánynak. A jelen találmány szerinti termikus feldolgozás azon hőmérséklet alatt következik be, amelynél a pelletek tartalma elégségesen folyékonyá válik, hogy a zónák összekeveredését okozza. A pellet addig való melegítése, amíg a hőre lágyuló komponensek a pelletben folyékonyakká válnak, extrudálási eljárásaként ismert. Bár az extrudálási feldolgozás egy típusa a termikus feldolgozásnak, az nem típusa azon termikus feldolgozásnak, amelyet a jelen találmánnyal összhangban kivitelezünk, ezért az nem része a találmánynak. A jelen találmányban alkalmazva ezért az *„a pellet gyors felmelegítése annak érdekében, hogy a pellet tartalmának elégséges mennyisége folyékonyá váljon úgy, hogy a zónák összekeveredjenek”* fordulat nem olyan hőkezelés, amely részét képezi a találmánynak.

A következő kiviteli alakok demonstrálják, hogy az oxigénnel való reakció problémái a tárolás vagy hőkezelés során jelentősen csökkenthetők, vagy akár kiküszöbölhetők a komponenseknek egy elválasztós vagy zónás konstrukcióval rendelkező pellet zónáiba vagy tárolóiba való megfelelő elhelyezése útján. Egy kiviteli alakban az oxigén-érzékeny komponenseket nem-reaktívként tartjuk külső anyagokkal, így például oxigénnel a végső olvadékeverésig. Az 5,627,218 és 5,747,548 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírások számos technikát tanítanak ki tárolókkal rendelkező pelletek gyártására. Egy kiviteli alakban legalább két zóna vagy régió van a pelletben, általában egy mag és egy héj. Azonban az egymás melletti konfigurációhoz az anyagot két szálba vagy rétegbe fröccsöntik.

Valamennyi elválasztó zónás pelletet legalább két extrudáló berendezés alkalmazásával kapunk. Ha egy harmadik anyag vagy egy további zóna szükséges, egy további extrudáló berendezésre van szükség. Az első extrudáló berendezés biztosítja a folyadékbetáplálást, amely az első zónát képezi, amely lineárisan extrudált. A mag-héj elrendezéshez a magot a szál középpontjába helyezzük. Ugyanebben az időben egy második anyagot extrudálunk a második extrudáló berendezésben a második zónába. A mag-héj réteg elrendezésben a második zóna lenne héjréteg, amely koncentrikusan borítja be a magot. Az egymás melletti konfigurációkban az első zónát a második zóna mellé fröccsöntjük. A közézárt, egymás melletti konfigurációban, amint azt az 5B ábrán ismertetjük, az öntőformát úgy alakítjuk ki, hogy két közézárt szálát hozzon létre. A promóter elhelyezése attól függ, melyik zóna tartalmazza az oxigén-érzékeny anyagot. Míg előnyös, hogy a promóter teljes mennyiségét abba a zónába helyezzük el, amely nem tartalmazza az oxigén-érzékeny anyagot, amint azt a későbbiekben elmagyarázzuk, az is a találmányhoz tartozik, hogy a promóter mennyiségének egy részét abba a zónába helyezzük, amely az oxigén-érzékeny anyagot tartalmazza.

Az egymás melletti konfigurációban az első zónát ko-extrudálnánk a második zóna mellé vagy a közézzárásos struktúrában amint azt az 5B ábrán demonstráljuk.

A 6,669,986 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás ismerteti egy soklyukú öntőszerszámot egy mag-héj pellet előállítására. Az 1. ábra ismerteti a mag-héj tároló zónás pelletet, amely rendelkezik egy maggal (1), amely lényegében egy héjjal (2) van bevonva. Ebben a kiviteli alakban a poliésztert a külső héjba (2) extrudálnánk, és az oxigén-érzékeny anyagot (például MXD6, polibutadién-oligomerek) a magba (1) extrudálnánk. A szakember számára nyilvánvaló, hogy a szál állhatna több mint két annuláris koncentrikus rétegből, mint például a 4. ábrán. Ez végrehajtható lenne egy másik extrudáló berendezés és egy különböző szerszám alkalmazásával.

Az első lépés egy többrétegű szál extrudálása. A mag-héj konfigurációban egy komponenszt a pellet középpontjába extrudálunk, és a másik komponenszt a központi komponens köré extrudáljuk. Az egymás melletti konfigurációban a két zónát egymás mellé extrudáljuk. Az extrudált sokrétegű szálát egy pelletezővel vágjuk fel, igény szerint mielőtt vagy miután azt lehűtjük, és többrétegű pelletekké alakítjuk.

A szálát ezután lehűtjük. Például a szál egy hideg vízzel töltött víztartályba meríthető. A vízzel hűtött többrétegű szálát előnyösen a pelletező berendezésbe tesszük a felületi nedvesség elvároltása után, amelyet gyakran forgószáritó útján hajtunk végre.

A pelletező felvágja a többrétegű szálát meghatározott hosszra, egy forgó kés vagy hasonló alkalmazásával.

Általában körülbelül 2-8 mm külső átmérővel rendelkező többrétegű pelleteket állítunk elő. A jelen találmány szintén nem korlátozódik a szálakból előállított pelletekre. Például az 5,627,218 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban feltárt módon a hőre lágyuló polimerek fröccsönthetők rétegezett lapokba, amelyeket azután szintén kockaformára vágunk fel. A szendvics vagy rétegezett konstrukcióban, mint amilyen a 3. ábra is, általában három réteg van, amelyben középső réteg (33) szendvicsformában van az első külső réteg (31) és a második külső réteg (32) között.

A ko-extrudált egymás melletti szálak pellet azonos struktúra, mint a kétrétegű egymás melletti lap kockába vágva, az egyetlen különbség közöttük az előállítási út.

Az elválasztó zónák osztályozhatók első elválasztó zónaként, második elválasztó zónaként, és egymást követően jelölhetők minden egyes növekvő zónaszámmal. Például egy mag-héj elrendezés legalább két elválasztó zónával rendelkezik. A mag-héj elrendezés rendelkezhetne több zónával a koncentrikus gyűrűk számától függően. Az egymás melletti elrendezés rendelkezhetne héjjal is, körbevéve két egymás melletti konfigurációt.

Az elválasztó zóna mérete megkülönbözteti azt attól a zónától, amely homogén diszperzióval van kapcsolatban. A homogén diszperzió zónákat képez, de azok finoman elosznak minden egyes zónával, amely igen kis százalékos értékét jelenti a pellet teljes térfogatának. Az elválasztó zóna sokkal nagyobb százalékat képez a teljes térfogatnak.

Ez könnyen demonstrálható az 1. ábrán bemutatott mag-héj alkalmazásával. Az elválasztó zóna (mag) térfogatának százalékos értéke a teljes pellethez viszonyítva a mag átmérőjének aránya a pellet hengeres része átmérőjéhez viszonyítva. A sugárértékek aránya szintén működik. Ez az arány megbecsülhető megtekintve az

extrudáló szerszámot, és felhasználva a szálát fröccsöntő lyukak átmérőinek arányát. Az aktuális arány kimérhető SEM (pásztázó elektron mikroszkópia), mikroszkópos vizsgálat segítségével vagy a komponensek szeparálásával, és kiszámítva a kinyert komponensek sűrűséghez igazított tömegével összefüggő, szükséges térfogatot.

Ahhoz, hogy egy zóna elválasztó zóna legyen, a zóna térfogatának legalább 0,001 százalékának kell lenni a pellet teljes térfogatának. A gyakorlatban 0,01 térfogat% előnyösebb, és legalább 0,1 térfogat% a legelőnyösebb.

Egy kiviteli alakot képez az egymás melletti elrendezés, ahol az egyik oldal tartalmaz m-xilén adipamid-poliamidot (MXD6) 4.000 és 50.000 közötti szám szerinti átlagos molekulatömeggel, és a héj tartalmaz egy poliésztert, konkrétan polietilén-tereftalátot vagy polietilén-tereftalát kopolimert 0,4 és 1,2 dl/g közötti belső viszkozitással (I.V.). Miután a pelletet előállítottuk, mindkét anyag tovább alakítható a kristályosítás, szilárd fázisú polimerizáció vagy levegőn történő szárítás általános körülményei között, a végterméknek jelentős színeltolódás okozása nélkül, összevetve egy kontrollal, amely az MXD6-t homogénen diszpergálva tartalmazta a poliészterben, és ugyanezen termikus kezelésnek vetették alá.

Konkrétan, találmányunkhoz tartozik, hogy az egymás melletti konfigurációjú pellet tartalmaz legalább egy komponens 0,2 és 1,2 dl/g közötti I.V. értékkel. Például felhasználható egy filmképző poliészter legalább 0,45 dl/g értékkel, egy 0,49-0,59 dl/g, előnyösebben 0,52-0,56 dl/g intermedier betáplálási I.V. érték. A pellethez szintén felhasználható egy poliészter palack gyanta 0,59-0,69 dl/g, előnyösebben 0,61-0,64 dl/g közötti betáplálási I.V. értékkel, egy 0,72-0,84 dl/g, előnyösebben 0,74-0,82 dl/g közötti palackokra tipikus I.V. értékkel. Csomagolótálcákra tipikus I.V. 0,85-1,02 dl/g közötti értékű, előnyösebben 0,89-0,95 dl/g. Megjegyezzük, hogy míg a polimer mért I.V. értéke egy egyetlen érték, ez az érték a különféle molekulalánc hosszak kompozitját reprezentálja. A tipikus I.V. növekedés a termikus feldolgozás alatt legalább 0,1 dl/g, de lehet akár 0,2 vagy akár egészen magas, 0,4 dl/g is.

A konfiguráció mindegy abban a tekintetben, hogy az anyagok kristályosak vagy amorfak. Például egy pellet egy 0,49 I.V. PET öntvény oldallal egy MXD6 nyilont 25.000 szám szerinti átlagos molekulatömeget (MXD6 – Grade 6007, Mitsubishi Gas Chemical vállalat) tartalmazó komponens mellett vagy egymás melletti elrendezésben a kristályosítás előtt a kiviteli alakok egyikét képezi. Ugyanezen pellet kristályosítás után a kiviteli alakok egyike, amint ugyanezen pellet is, amelyet szilárd fázisú polimerizációnak vetettek alá, és a PET I.V. már 0,84, és az MXD6 nylonnak szintén növekedett a szám szerinti átlagos molekulatömege. A szilárd fázisú polimerizáción átesett pellet szárítása szintén egy a termikus eljárások találmány szerinti kiviteli alakjai körében.

Szintén a találmányhoz tartozik a polibutadién vagy más oxigén-érzékeny szerves vegyületek helyettesítése MXD6-ra az előző kiviteli alakokban. Ez a funkcionális anyagot vezetné be, akár reagált a másik polimerláncba, akár nem.

A szakember felismeri, hogy a molekulatömeg gyakran növekszik a hőkezelés alatt, és hogy a komponens elhelyezkedése a pelletben bevolýásolja az I.V. növekedés sebességét. Ha minden egyes komponensnek a végső molekulatömegét eldöntöttük, a szakember képes lesz kiválasztani egy alacsonyabb kiindulási molekulatömeget minden egyes megfelelő komponensre úgy, hogy a végső molekulatömeg minden egyes komponense a termikus

feldolgozás után a kívánt molekulatömeg legyen minden egyes komponensre, amely a végtermékhez szükséges. Ezen kiindulási I.V. könnyen meghatározható tradicionális iteratív optimalizációs technikákkal.

A szakember azt is felismeri, hogy egy olyan pellet előállítható, amely szignifikánsan különböző belső viszkozitásokkal és olvadék viszkozitásokkal rendelkezik a különböző zónákban. Például jól ismert, hogy polifunkcionális ko-monomerek, így például piromellitin-dianhidrid (PMDA) és a pentaeritritol megnöveli a poliszter szilárd fázisú polimerizációs sebességét, és csökkenti a szilárd fázisú polimerizációhoz szükséges hőmérsékletet. Ez a szakember számára lehetővé teszi, hogy a magas hőmérsékleteknek való kitettséget hosszabb időre csökkentse. A zónás pellet PET/PMDA-val héjszerkezetben lehetővé tenné azon anyagok feldolgozását, amelyek nem képesek tolerálni a tradicionális szilárd fázisú polimerizációs körülményeket. Ebben a kivételi alakban a pelletet PET-tel és a megfelelő mennyiségű PMDA-val a külső héjban állítjuk össze, és az anyag, amely nem képes tolerálni a tradicionális időt és hőmérsékletet, a magban van. Az acetaldehid cserélők és gátló polimerek közül sok, így például a polietil-vinyl-alkohol (EVOH) ebbe a kategóriába tartozik. A pelletet szilárd fázisú polimerizációs körülményeknek alacsonyabb hőmérsékleten vagy sokkal rövidebb ideig tesszük ki, és néhány esetben alacsonyabb hőmérsékletnek rövidebb ideig tesszük ki, mint a tradicionális körülmények között.

Szükséges felismerni, hogy a tároló zónák abszolút elválasztása nem esszenciális. Bár az anyagok lehetnek szeparált zónákban, lehet néhány oxigén-érzékeny anyag a poliszter zónában és néhány poliszter az oxigén-érzékeny zónában. A promóter elhelyezése és a promóter mennyiségei minden egyes zónában az, amely meghatározza a találmány alkalmazhatóságát.

Valójában az oxigén-érzékeny zóna vagy a poliszter zóna rendelkezhet egy kompatibilizátorral, amely homogénen diszpergált abban a zónában annak érdekében, hogy segítse az oxigén-érzékeny anyag poliszterrel való kompatibilizálását a végső olvadékeverési lépésben.

Az ilyen kompatibilizátorok példái poliamid oxigén érzékeny anyagokra megtalálhatók a 2004/0013833 A1 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi közzétételi írában, amely ismerteti egy alacsony falú tárolót, amely tartalmaz legalább egy első réteget, amely tartalmaz egy kompatibilizált polimer keveréket, ahol az említett kompatibilizált polimer keverék tartalmaz poliamidot, PET-et vagy egy PET-et tartalmazó kopolimert, és legalább egy kompatibilizátort izoftálsav (IPA)-módosított PET és PET ionomerek köréből választva. A bejelentés ismerteti más kompatibilizátorokat is. Az említett szabadalmi bejelentés az IPA-módosított PET-elzáró technika úgy írja le, mint előnyösen 1-6 mól% IPA-t (izoftálsav) tartalmazó anyagot. Az előnyös PET ionomer szulfonált PET. Más kompatibilizátorok körébe tartoznak a p-toluol-szulfonsav módosított PET, a piromellitin dianhidrid módosított PET, és a maleinsav anhidrid módosított PET, akril módosított poliolefin típusú ionomerek és az alacsony molekulatömegű biszfenil-A epoxigyanta E44, trimellitin-anhidrid, amely egy bifunkcionális kapcsoló alkalmazásával van összekapcsolva.

A kompatibilizátor egy ionos kompatibilizátor, előnyösen egy kopoliszter, mely tartalmaz egy fém-szulfonát só csoportot. A szulfonát só fémionja lehet Na^+ , Li^+ , K^+ , Zn^{++} , Mn^{++} és Ca^{++} . A szulfonát só csoport egy aromás maghoz, így például benzol-, naftalin-, difenil-, oxidifenil-, szulfonildifenil- vagy metiléndifenil-maghoz kapcsolódik.

Előnyösen az aromás savcsoport szulfoizoftálsav, szulfotereftálsav, szulfoftálsav, 4-szulfonaftalin-2,7-dikarbonsav és azok észterei. Az ionos kompatibilizátor előnyös tartománya 0,1-2,0 mól% a megfelelő sav vagy glikolcsoport tömegére számítva.

A kompatibilizátor létezhet harmadik komponensként az elválasztó zónás pelletben, és jelen lehet bármely tárolóban. Alternatív megoldásként az ionos kompatibilizátor lehet polimerizálva a poliészter gyanta molekuláris láncába.

Megfelelő, hőre lágyuló polimerek a pellet tárolójában történő alkalmazásra magukban foglalnak bármely hőre lágyuló homopolimert vagy kopolimert. Ezek példái köré tartoznak alifás, részlegesen aromás és aromás poliamidok, polietilén tereftalát, polietilén tereftalát kopolimerek, polibutilén tereftalát és annak kopolimerei, politrimetilén tereftalát és annak kopolimerei, és polietilén naftalát és annak kopolimerei, elágazó poliészterek, polisztirolok, polikarbonát, polivinil-klorid, polivinilidén-diklorid, poliakrilamid, poliakril-nitril, polivinil-acetát, poliakrilsav, polivinil-metil-éter, etilén-vinil-acetát kopolimer, etilén-metil-akrilát kopolimer, polietilén, polipropilén, etilén-propilén kopolimerek, poli(1-hexén), poli(4-metil-1-pentén), poli(1-butén), poli(3-metil-1-butén), poli(3-fenil-1-propén) és poli(vinil-ciklohexán). Az oxigénre közömbös, hőre lágyuló polimerek néhány példája köré tartozik a polietilén tereftalát, a polietilén tereftalát kopolimerek, polibutilén tereftalát és annak kopolimerei, politrimetilén tereftalát és annak kopolimerei és polietilén naftalát és annak kopolimerei, elágazó poliészterek, polisztirolok, polikarbonát, polivinil-klorid, polivinilidén-diklorid, poliakrilamid, poliakril-nitril, polivinil-acetát, poliakrilsav, polivinil-metil-éter, etilén-vinil-acetát kopolimer, etilén-metil-akrilát kopolimer.

A jelen találmányban alkalmazott hőre lágyuló polimer tartalmaz egy poliészter polimert vagy kopolimert, így például polietilén tereftalátot vagy egy kristályosítható polietilén tereftalát kopolimert. A polietilén tereftalát vagy a polietilén tereftalát kopolimerét is kopolietilén tereftalátként fejezzük ki. A polietilén tereftalát vagy polietilén tereftalát kopolimer kopolimere egy olyan poliészter, amelyben az ismétlődő savegységek 85%-a a savegységek teljes számára számítva tereftálsavból származik vagy tereftálsav diészteréből származik; az ismétlődő glikol egységek legalább 85%-a a glikol egységek teljes számára számítva etilén-glikolból származik; és a sav és/vagy glikol egységek maradéka legalább egy másik, különböző ismétlődő egységből származik. Egy harmadik és további ismétlődő egység lehet például izoftálsav, 2,6-naftalin-dikarbonsav, ciklohexán-dimetanol vagy 1,4-butándiol.

Az egyértelműség kedvéért megjegyezzük, hogy a módosítatlan PET szakkifejezés polietilén tereftalátra vagy kopolietilén tereftaláira utal. A kristályosítható módosító a polimer azon képességére utal, hogy az bizonyos mértékig kristályosítható pásztázó kalorimetria (D.S.C.) által mérve. Tipikus kristályosítási szintek 5-től egészen 65 százalékgig terjednek, a hőkezelés típusától és az alkalmazott magképzési technikától függően. Tipikusan egy polimert amorfnak tekintünk, amikor az 5%-nál kisebb kristályossággal rendelkezik.

Két típusú kristályos struktúra van; az egyik a szál által kiváltott kristályosság, amely a molekulákat úgy rendezi, hogy aláveti az anyagot egy erőnek megemelt hőmérsékleten, az olvadáspont alatt. Ezen típusú kristályosságot orientációnak is ismerik, és akkor következik be, amikor a szálakat húzzák, vagy amikor a palackokat nyomás alatt felfújják. A kristályok rendje és orientációja miatt a szál által indukált kristályossággal rendelkező anyagok általában tiszták. A nem szál által indukált kristályosság akkor következik be, amikor az amorf anyagot feszítés hiányában melegítik. Az anyag fehér lesz. Ez a kristályosság természetét tekintve véletlenszerű, és igen merev.

A jelen találmány szerinti kiviteli alakok végrehajthatók amorf pelleteken (azoknak, amelyek 5%-nál kisebb kristályossággal rendelkeznek), szál által indukált kristályos pelleteken, nem szál által indukált kristályos pelleteken és olyan pelleteken, amelyek mind szál által indukált és nem szál által indukált kristályossággal rendelkeznek. A pelleték mindkét típusú kristályossággal a szál orientálásából jönnek az extrudálási eljárás alatt, és azután elégséges mennyiségű hőnek kitéve a felvágott pelleteket vagy szálat ahhoz, hogy konvertálódjon a megmaradó amorf anyag egy része pelletben nem szál által indukált kristályos morfológiába.

Érthető, hogy a hőre lágyuló polimer, amely megfelelő a jelen találmányban történő felhasználásra, előállítható egy filmmé, lappá vagy fröccsöntött terméké.

Míg a találmány szerint alkalmazott polimerek előállíthatók konvencionális polimerizációs eljárásokkal, amelyek jól ismertek a szakterületen, azok előállíthatók más módokon is. A poliészter polimerek és kopolimerek előállíthatók olvadék fázisú polimerizációval, amely magában foglalja egy diolnak egy dikarbonsavval vagy annak megfelelő diészterével történő reakcióját. Különböző kopolimerek, amelyek több diol és disav alkalmazásából keletkeznek, szintén alkalmazhatók. Polimerek, amelyek csak egy kémiai kompozíció ismétlődő egységeit tartalmazzák, homopolimerek. Polimerek két vagy több, kémiaiilag különböző ismétlődő egységgel ugyanazon makromolekulában, a szakkifejezés szerint kopolimerek. Világossá kell tenni, hogy egy tereftalát, izoftalát és naftalát polimere etilén-glikollal, dietilén-glikollal és ciklohexán-dimetanolal hat különböző monomert tartalmaz és kopolimernek tekintjük. Az ismétlődő egységek változatossága függ a kezdeti polimerizációs reakcióban jelen lévő monomerek különböző típusainak számától. Poliészterek esetében a kopolimerek magukban foglalják egy vagy több diolnak egy vagy több disavval történő reagáltatását, és azokra néha terpolimerekként is hivatkoznak. Továbbá, a monomerek randomizálása nem szükségszerű. Egy kopolimer vagy terpolimer szintén utal egy olyan polimerre, amely különböző monomerekkel rendelkezik, legyenek azok akár blokk, akár véletlenszerű eloszlásban.

Megfelelő dikarbonsavak közé tartoznak azok, amelyek tartalmaznak körülbelül 6-tól körülbelül 40-ig terjedő számú szénatomot. Konkrét dikarbonsavak körébe tartoznak – korlátozás nélkül – a tereftálsav, az izoftálsav, a naftalin-2,6-dikarbonsav, a ciklohexán-dikarbonsav, a ciklohexán-diecetsav, a difenil-4,4'-dikarbonsav, az 1,3-fenilén-dioxi-diecetsav, az 1,2-fenilén-dioxi-diecetsav, az 1,4-fenilén-dioxi-diecetsav, a borostyánkősav, a glutársav, az adipinsav, az azelaínsav, a szobakinsav és hasonló. Konkrét észterek körébe tartoznak korlátozás nélkül a ftálsav-észterek és a naftalínsav-diészterek.

A találmány körébe tartoznak azok a monomerek is, amelyek poliészter ionomereket, így például metallo-szulfonátokat képeznek. Ebbe a körbe tartoznak a lítium, a kén és a foszfor szulfonát izoftalát sói.

Ezen savak vagy észterek reagáltathatók egy alifás diollal, amely rendelkezik körülbelül 2-től körülbelül 10-ig terjedő számú szénatommal, egy cikloalifás diollal, amely rendelkezik körülbelül 7-től körülbelül 14-ig terjedő számú szénatommal, egy aromás diollal, amely rendelkezik körülbelül 6-től körülbelül 15-ig terjedő számú szénatommal, vagy egy glikol-éterrel, amely rendelkezik 4-10 számú szénatommal. A megfelelő diolok körébe tartoznak – korlátozás nélkül – az 1,4-buténdiol, a trimetilén-glikol, az 1,6-hexán-diol, az 1,4-ciklohexán-dimetanol, a dietilén-glikol, a rezorcinol és a hidrokinon.

Polifunkcionális komonomerek is alkalmazhatók, tipikusan körülbelül 0,1-től körülbelül 3 mol%-ig terjedő mennyiségekben. A megfelelő komonomerek közé tartoznak – korlátozás nélkül – a trimellitin-anhidrid, a trimetil-propán, a piromellitin-dianhidrid (PMDA) és a pentaeritritol. Poliésterképző polisavak vagy poliolok is alkalmazhatók.

Egy nem-korlátozó polimer példa a polietilén tereftalát (PET homopolimer), amely a tereftálsavnak vagy észterének etilén-glikollal közelítőleg 1:1 arányú sztöchiometrikus reakciójából képződik. Egy további előnyös poliéster a naftalin-dikarbonsav vagy annak észtere etilén-glikollal való közelítőleg 1:1 - 1:1,6 arányú sztöchiometrikus reakciójából képződött polietilén-naftalát (PEN homopolimer). Egy másik további előnyös poliéster a polibutilén tereftalát (PBT). A PET kopolimerek, PEN kopolimerek és a PBT kopolimerek szintén előnyösek. Konkrét érdeklődés szerinti ko- és terpolimerek a PET izoftálsav vagy annak diésztere, 2,6-naftálsav vagy diésztere és/vagy ciklohexán-dimetanol kombinációjával.

A karbonsavnak vagy észternek glikollal történő észteresítési vagy polikondenzációs reakciója egy katalizátor jelenlétében történik. Megfelelő katalizátorok körébe tartoznak – korlátozás nélkül – az antimon-oxid, az antimon-triacetát, az antimon-etilén-glikolát, szerves magnézium, ónoxid, titán-alkoxidok, dibutil-ón-dilaurát és a germánium-oxid. Ezen katalizátorok alkalmazhatók kombinációban cínkkel, mangánnal vagy magnézium-acetátokkal vagy benzoátokkal. Előnyösek az antimont tartalmazó katalizátorok. A pelletek élelmiszerek esomagolásában történő szükségessége miatt más megfelelő poliésterrek és adalékanyagok felsorolása szerepel az USA 21 CFR 177.1000-177.2910 dokumentumban (1997 áprilisi átdolgozott kiadás).

Másik példa a poliésterre a politrimetilén tereftalát (PTT). Az előállítható például 1,3-propándiolnak legalább egy aromás disavval vagy annak alkil észterével történő reagáltatásával. Előnyös savak és dialkil észterek körébe tartoznak tereftálsav (TPA) vagy az dimetil tereftalát (DMT). Ennek megfelelően a PTT előnyösen tartalmaz legalább körülbelül 80 mol% TPA-t vagy DMT-t. Más diolok, amelyek kopolimerizálhatóak egy ilyen poliésterben, például az etilén glikol, a dietilén glikol, az 1,4-ciklohexán dimetanol és az 1,4-butándiol. Aromás és alifás savak, amelyek alkalmazhatók egyidejűleg a kopolimer előállításához, például az izoftálsav és a szebakinsav.

Előnyös katalizátorok PTT előállításához a titán és cirkónium vegyületek. Megfelelő katalitikus titán vegyületek körébe tartoznak – korlátozás nélkül – a titán-alkilátok és azok származékai, a titán komplex sók, a titán komplexek hidroxikarbonsavakkal, titán-dioxid-szilikon-dioxid együttes csapadékok, és hidratált alkálifém tartalmú titándioxid. A konkrét példák körébe tartoznak a tetra-(2-etilhexil)-titanát, a tetrasztearil-titanát, a diizopropoxi-bisz(acetil-acetonáto)-titánium, a di-n-butoxi-bisz(trietanolamináto)-titánium, a tributil-monoacetyl-titanát, a triizopropil-monoacetyl-titanát, a tetrabenzoesav-titanát, az alkáli-titán-oxalátok és malonátok, kálium-hexafluor-titanát, és titán-komplexek borkősavval, citromsavval vagy tejsavval. Előnyös katalitikus titán vegyületek a titán-tetrabutilát és a titán-tetraizopropilát. A megfelelő cirkónium vegyületek szintén alkalmazhatók.

A jelen találmányban alkalmazott polimerek tartalmazhatnak kis mennyiségben foszfor vegyületeket is, így például foszfátokat, és egy katalizátort, így például egy kobalt vegyületet, amely hajlamos kékes elszíneződést eredményezni. Ezen kobalt vegyület lehet promóter vagy lehet nem promóter. Más ágensok, amelyek a kompozitba foglalhatók az infravörös abszorberek, így például aktív szén, grafit és különböző vas vegyületek.

A fent ismertetett folyadékfázisú polimerizációt követheti egy kristályosítási lépés, majd egy szilárd fázisú polimerizációs (SSP) lépés, a molekulatömeg növelésére, amint azt a belső viszkozitással mérjük, amely szükséges a palackgyártáshoz. A kristályosítás és polimerizáció végrehajtható egy tumbler szárítási reakcióban egy sarzs típusú rendszerben. Alternatív megoldásként a kristályosítás és polimerizáció végrehajtható egy folytonos szilárd fázisú folyamatban, ahol a polimer átfolyik az egyik edényből a másikba, miután annak az előre meghatározott hőkezelése megtörtént minden egyes edényben.

A kristályosítási körülmények PET-hez előnyösen körülbelül 100°C-tól körülbelül 150°C-ig terjedő hőmérsékletet foglalnak magukban. A tipikus hőfeldolgozási műveletek PET kristályosításához megnövelik a PET kristályosságát a pelletben legalább 5%-kal. A jelen találmány kiviteli alakjaiban bármelyik komponens, így például a PET vagy a poliamid kristályossága megnövelhető 5%-kal, vagy a két kombinált komponens kristályossága megnövelhető 5%-kal. Megjegyzendő, hogy a kristályossági százalékban bekövetkező növekedés sem nem súlyozott átlaga a komponenseknek, sem nem százalék vagy érték a kristályosság előző mennyiségéhez képest számítva. A százalékos kristályosságban való növekedés vagy a kristályosságban való növekedés az abszolút növekedés a kristályosságban. Amikor a kristályosságát a PET-nek vagy a poliamidnak kombináljuk, a kristályosságban való növekedés a PET kristályosságában való abszolút növekedés plusz a a poliamid kristályosságában való abszolút növekedés. Például a „legalább 5%-os kristályosság növekedés” fordulat azt jelenti, hogy a komponens legalább 5%-a amorf alakból kristályosá ment át. Ez nem azt jelenti, hogy a 20%-os kristályossággal rendelkező pellet, amely 5%-os növekedésen megy át a kristályosságban, 21%-os kristályossággal rendelkezik. Ez azt jelenti, hogy a pellet 25%-os kristályossággal rendelkezik. Sok esetben a kristályosságban bekövetkező növekedés legalább 10%-os növekedés, és néhány esetben az egészen magas, 15-20%-os növekedés.

A szilárd fázisú polimerizációs körülmények előnyösen körülbelül 200°C-tól körülbelül 235°C-ig terjedő hőmérsékletet foglalnak magukban, és előnyösebben körülbelül 215°C-tól körülbelül 235°C-ig terjedő hőmérsékletet foglalnak magukban. A szilárd fázisú polimerizáció végrehajtható annyi ideig, amely elégséges a molekulatömeg kívánt szintre történő növeléséhez, amely függ az alkalmazástól és a kezdeti belső viszkozitástól. Egy tipikus palack-alkalmazáshoz az előnyös molekulatömeg megfelel körülbelül 0,68-tól körülbelül 0,88-ig terjedő deciliter/gramm belső viszkozitásnak, amint azt az eljárási fejezetben ismertetett eljárások útján meghatározzuk. Az ezen molekulatömeg eléréséhez szükséges idő terjedhet körülbelül 8-tól körülbelül 8-tól 45 óráig. A tipikus növekedések az I.V.-ben legalább 0,1 dl/g, ahol tipikusabbak a 0,2-0,4 dl/g növekedések.

A találmány egy kiviteli alakjában a találmány szerinti hőre lágyuló polimer mátrix tartalmazhat újrahasznosított poliésztert vagy újrahasznosított poliészterből származó anyagokat, így például poliészter monomereket, katalizátorokat és oligomereket.

Ha a poliészter egy oxigénre közömbös komponens, akkor a poliamid lehet az oxigénre érzékeny komponens. Poliamidok, amelyek megfelelők oxigén-érzékeny komponens szerepre, leírhatók olyanként, amelyek tartalmaznak amino kárpócsav vagy A-D ismétlődő egységet, ahol A a dikarbonsav maradék, amely tartalmaz adipinsavat, izoftálsavat, tereftálsavat, 1,4-ciklohexán-dikarbonsavat, rezorcinol-dikarbonsavat vagy naftalin-dikarbonsavat vagy azok elegyét, és D a diamin maradék, amely tartalmaz m-xililén diamint, p-xililén diamint, hexametilén-diamint, etilén-diamint vagy 1,4-ciklohexán-dimetilamint vagy azok elegyét. Ezen poliamidok

rendelkezhetnek 2000-től 60.000-ig terjedő szám szerinti átlagos molekulatömeggel végcsoport-titrálás útján meghatározva. Ezen poliamidok leírhatók aminosavaknak önmagával képzett reakciótermékeként és/vagy dikarbonsavnak, ezen belül adipinsavnak, izoftálsavnak, tereftálsavnak, 1,4-ciklohexán-dikarbonsavnak, rezorcinol-dikarbonsavnak vagy naftalín-dikarbonsavnak vagy azok elegyének egy diamin maradékkal, ezen belül m-xililén-diaminnal, p-xililén-diaminnal, hexametilén-diaminnal, etilén-diaminnal vagy 1,4-ciklohexán-dimetilaminnal vagy azok elegyével képzett reakciótermékeként.

A szakember a kombinációk közül sokat felismer, mint jól ismert, kereskedelmi forgalomban kapható poliamidot. A szebakinsav maradékainak hexametilén-diaminnal képzett reakcióterméke a nylon 610, és az adipinsav maradékainak hexametilén-diaminnal képzett reakcióterméke a nylon 66. A nylon 612 egy másik nylon, amely esetében hasznos a jelen találmány. A nylon 6 egy speciális típusú poliamid, amelyet a kaprolaktám felnyitásával és a keletkező aminosav, amely $\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_5-\text{COOH}$ képlettel rendelkezik, polimerizálásával állítanak elő. Az előnyös poliamid az adipinsav maradékai és az m-xililén diamin reakcióterméke, amelyet poli-m-xililén adipamidnak ismernek. Ez a termék kereskedelmi forgalomban MXD6-ként vagy nylon MXD6-ként ismert, és beszerezhető a Mitsubishi Gas Chemical (Japán) cégtől.

Továbbá, a poliamid módosítható a monomerekkel, amelyek poliamid ionomereket, így például metallo-szulfonátokat képeznek. Ide tartoznak a lítium, a kén és a foszfor szulfonát-izoftalát sói. Ezek bevitelük például a dikarbonsavként előregált diészterként vagy diaminként. A 3,328,484 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás ismerteti az ilyen módosított kopollamidokat.

KÍSÉRLETI EREDMÉNYEK

Valamennyi kísérleti munkában a poliésztert és a poliamidokat előszárítottuk, és a pellet mérete 2 gram/100 pellet volt. Az előnyös pelletméret kisebb, mint 1,5 gram/100 pellet, és még előnyösebben kisebb, mint 1,8 gram/100 pellet.

Tároló zónás oxigén-érzékeny komponensek

Ez a kísérletsorozat demonstrálja az oxigén promóternek az oxigén-érzékeny komponensből való távoltartásának a funkcióját.

Az IA-ban (kontroll minta), tároló zónás pelleteteket állítottunk 95 tömeg% kopolietilén tereftalát pelletjének (oxigénre közömbös komponens), amely az alacsony molekulatömegű betáplálási gyanta (0,42 dl/g), amelyet 0,84 l.v. polietilén tereftalát kopolimer előállításához alkalmazunk [CLEARTUF® MAX az M&G Polimers (USA) vállalatától] egy héjban történő elhelyezésével, és 5 tömeg% MXD6 pelletnek [Grade 6007 a Mitsubishi Gas Chemical (Japán) vállalatától] a magban történő elhelyezésével.

Az IB-ben, amely az összehasonlító példa, egy összehasonlító példa szerint pelletet állítottunk elő, közelítőleg 95 tömeg% polietilén tereftalát kopolimer pelletnek, közelítőleg 5 tömeg% MXD6 pelletnek [Grade 6007 a Mitsubishi Gas Chemical (Japán) vállalatától], és 125 ppm kobalt neodekanoátnak (Shepherd Chemical, 20,5%) homogén diszpergálása útján. A specifikus tömegek 5396 gramm polietilén tereftalát kopolimer (oxigénre közömbös komponens), 284 gramm MXD6-ra (oxigén érzékeny komponens) és 0,71 gramm volt őrölt kobalt neodekanoát pasztillákra (promóter).

Az IC-ben a kiviteli példában elválasztó zónás pelleteket állítottunk elő közelítőleg 95 tömeg% kopolietilén tereftalát pellet és 125 tömegalapon számított ppm örölt kobalt Kobalt Neodekanoát pasztilla pellet héjba történő elhelyezésével és közelítőleg 5 tömeg% MXD6 pellet [Grade 6007 a Mitsubishi Gas Chemical (Japán) vállalkutól] magba történő elhelyezésével.

Az ID, a megerősítő példában, az IC példa szerinti elválasztó zónás pelleteket repelleteztük, így összekevertük a magot és a héjat.

Valamennyi pelletet azonos méretre állítottuk elő, majd elemeztük oxigéncserére szobahőmérsékleten, közelítőleg 4 gramm pelletnek gázkromatográfiás ampullába történő elhelyezésével, az ampulla lezárásával és a kicserélt oxigén mennyiségének az analizálásával. Valamennyi ampullát csak egyszer analizáltunk. A hét napos kicserélési eredményeket az I. táblázatban mutatjuk be.

A teszt nagy variációkat mutat az oxigéncsere alacsony szintjénél. Sok polimer különösen közvetlenül a pelletezés után alacsony reaktivitást mutat oxigénnel, amely nem növekszik az idővel. Például az IA példában a rendszer nem-reaktív (kobalt nélküli), és az egy napos minta 0,0104 cc-t mutatott, míg a hét napos minta 0,0009 cc-t mutatott lereagált oxigénre. A találmány szerinti oxigén reaktivitás hiánya (IC) példa az első nap szerinti alacsony reaktivitással demonstrált, amely hasonló a kontrollhoz, és azzal demonstrált, hogy nincs növekedés az oxigénfogyásban az első naptól a hetedik napig. A megerősítő példa hasonlóan alacsony reaktivitást mutatott az első napon, de jelentős növekedés következett be az oxigénfogyásban hét nap után, jelezve, hogy az anyagok reaktívak, miután kombinálva vannak egy homogén diszperzióban.

I. táblázat

OXIGÉNCSERE STRUKTÚRA

Konstrukció		cc. O ₂ elreagálva per gramm pellet 1 nap alatt	cc. O ₂ elreagálva per gramm pellet 7 nap alatt
IA Kontroll	Héj: 95% PET Mag: 5% MXD6	0,0104	0,0009
IB Összehasonlító példa	Homogén diszperzió 95% PET-ből, 5% MXD6-ből, 125 ppm Co Neodekanoátból		0,0210
IC Kiviteli példa	Héj: 95% PET, 125 ppm Co Neodekanoát Mag: 5% MXD6	0,0113	0,0130
ID Megerősítő példa (IC repelletező)	Repelletezett 5C homogén diszperzió 95% PET-ből, 5% MXD6-ből, 125 ppm Co Neodekanoátból	0,0114	0,0346

Hasonló eredményeket érünk el, ha a komponenseket egy egymás melletti konfigurációban fröccsöntjük.

Teszt eljárások

Oxigén reaktivitás

A találmány szerinti pelleték által elreagált oxigén mennyiségét meghatároztuk és összevetettük a hasonló méretű kontroll pellettel, amely azonos mennyiségű összetevőket tartalmazott. A kontroll esetében az összetevőket homogénre diszpergáltuk a pelletben. Alternatív megoldásként a promotert diszpergáltuk az oxigén-érzékeny komponensben, amelyet azután diszpergáltunk az oxigénre közömbös anyagban.

Az oxigén reaktivitás meghatározható a kontroll szerinti pelleteknek egy lezárt edénybe történő helyezésével, és az azonos számú hasonló méretű és tömegű elválasztó zónás pelleteknek azonos méretű lezárt edénybe történő helyezésével. Az edényeket ugyanazon a hőmérsékleten tartjuk, és az oxigénfogyást minden edényben egy bizonyos időpontban, előnyösen hét napnál mérjük. Például azonos mennyiségű, azonos méretű pelletet helyezhetünk két gázkromatográfiás ampullába és lezárjuk azt. Az A) ampulla tartalmazza a homogén diszperziót. A B) ampulla tartalmazza a találmány szerinti kiviteli alakot. Az ampullákat ugyanabban a környezetben (hőmérséklet, előnyösen $23^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$) tartjuk hét napig. Az aktuális hőmérsékleti szint nem annyira lényeges, mint mindkét ampullát azonos hőmérsékleti profilnak alávetni hét napon keresztül. Hét nap után minden egyes ampullát analizálunk annak oxigéntartalmára. Az oxigéntartalom csökkenése az oxigén atmoszférikus mennyiségeiből az oxigén kicserélt vagy reagált mennyiségének felel meg. A pellet tömegében való variációkat az elfogyasztott oxigén mennyiségének az ampullában lévő anyag mennyiségével való elosztásával számítjuk, és kifejezve az értéket, kicserélt (reagált) oxigén cm^3/g polimer dimenzióban. Ha a pelleték azonos méretűek és ekvivalens számú pelletet alkalmazunk, ezen normalizáló beállítás nem szükséges. Azonos teszt hajtható végre a pelleték fóliazsákba történő helyezésével, és a gáz analizálásával a fóliazsákban az oxigén mennyiségében való csökkenésre nézve. A sikeres konstrukció legalább 20%-kal kevesebb oxigént fogyaszt, mint a kontroll a hétnapos periódus alatt.

Belső viszkozitás

A közepes molekulatömegű és alacsony kristályosodottságú poli(etilén-tereftalát) és rokon polimerek, amelyek oldékonyak 60/40 arányú fenol/tetraklóretán elegyben, belső viszkozitását 0,1 g polimernek vagy őrölt pelletnek 25 ml 60/40 arányú fenol/tetraklóretán oldatban történő feloldásával és az oldat viszkozitásának $30^{\circ}\text{C} \pm 0,05^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten történő meghatározásával határoztuk meg, összevetve az oldószerrel azonos hőmérsékleten *Ubbelohde* IB viszkométer alkalmazásával. A belső viszkozitást a *Billmeyer egyenlet* alkalmazásával, a relatív viszkozitás alapján számítottuk.

Nagy molekulatömegű vagy nagymértékben kristályos poli(etilén-tereftalát) és rokon polimerek, amelyek nem oldékonyak fenol/tetraklóretán elegyben, belső viszkozitását 0,1 g polimer vagy őrölt pellet 25 ml 50/50 trifluorecetsav/diklórmétán elegyben történő feloldásukkal és az oldat viszkozitásának $30^{\circ}\text{C} \pm 0,05^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten történő meghatározásával, azonos hőmérsékleten az oldószerhez képest, történő meghatározásával, *OC Ubbelohde viszkométer* alkalmazásával határoztuk meg. A belső viszkozitást a *Billmeyer egyenlet* alkalmazásával számítottuk, és lineáris regresszió alkalmazásával konvertáltuk, így olyan eredményeket kaptunk, amelyek konzisztensek a 60/40 arányú fenol/tetraklóretán oldószer alkalmazásával kapott

eredményekkel. A lineáris regresszió az I.V (60/40 arányú fenol/tetraklóretánban) = $0,8229 \times \text{I.V (50/50 arányú trifluorecetsav/diklórmétánban)} + 0,0124$.

Kristályosság meghatározások

A kristályosság meghatározása történhet bármely közismert technikával. Azonban bármelyik módszerbe a több vegyületet tartalmazó pelletekre a mért sűrűség vagy a hő megkívánt mennyisége (DSC technika) a pelletben a vegyület mennyiségének súlyozott átlagával állítandó be.

Komponens szeparáció és a komponens mennyiségének meghatározása a pelletben

Minden egyes komponens mennyiségét sok különféle technikával határozhatjuk meg a pelletben. Például tudható, hogy mennyi vegyületet adtunk hozzá a pellet előállításakor, fizikailag szeparálhatjuk a komponenseket vagy szeparálhatjuk a komponenseket a komponensek egymásból történő kioldásával, az oldószer eltávolításával és a tömeg alapulvételével. A poliamid PET esetében a poliamid magból történő kioldásához hangyasav alkalmazható, meghagyva a PET-héjat. A PET mennyisége közvetlenül lemérhető, és a poliamid mennyisége a különbséggel meghatározható. A poliamid mag tartalmaz más vegyületeket, amelyek hangyasavban nem oldékonyak, az oldat szűrhető, és a poliamid víz hozzáadásával kicsapható a hangyasavból. A mintát ezután szárítjuk és a poliamid mennyiségét közvetlen leméréssel meghatározzuk. Bármely esetben kis mennyiségű adalékanyagok vagy más, nem poliamid, nem PET anyagok nem befolyásolják a kristályosság abszolút értékét nagy mértékben.

Miután szeparáltuk a pellettől, a komponens belső kristályossága és belső viszkozitása is meghatározható. Ha csak nem jelezzük másként, a részek és százalékok tömegként vannak megadva.

Szabadalmi igénypontok

1. Gyantapellet, amely megfelelő komponenseket tartalmaz egy első (5A1, 5B1, 5C1) és egy második (5A2, 5B2, 5C2) elválasztó zónában, amelyben az első elválasztó zóna (5A1, 5B1, 5C1) és a második elválasztó zóna (5A2, 5B2, 5C2) egymás melletti konfigurációban van konfigurálva; ahol egyik zóna sem veszi körül a másik zónát a pellet egyik síkjában sem, ahol az említett pellet **azzal van jellemezve, hogy tartalmaz egy oxigén-érzékeny komponenst az első elválasztó zónában (5A1, 5B1, 5C1), egy oxigénre közömbös komponenst a második elválasztó zónában (5A2, 5B2, 5C2) és egy reakció promótert, ahol az említett oxigén-érzékeny komponens oxigénre reaktívva válik, amikor a promóter jelenlétében, amely bármely olyan vegyület, amely iniciálja és lehetségesen katalizálja az oxigén-érzékeny komponensnek oxigénnel való reakcióját, és az említett oxigénre közömbös komponens olyan komponens, amely nem válik oxigénre reaktívva, amikor érintkezésbe kerül a promóterrel olyan mértékekig, amelyek az oxigén-érzékeny komponenst oxigén-reaktív komponenssé alakítják.**

2. Az 1. igénypont szerinti gyantapellet, amelyben az oxigénre közömbös komponens tartalmaz polietilén tereftalátot vagy polietilén tereftalát egy kopolimerét.

3. A 2. igénypont szerinti gyantapellet, ahol a reakció promóter egy átmenetifém.
4. A 3. igénypont szerinti gyantapellet, amelyben az átmenetifém egy átmenetifém-só és/vagy egy átmenetifém-oxid formájában van.
5. A 3. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém a következők köréből választott: kobalt, vas, mangán és nikkkel.
6. A 3. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém kobalt.
7. A 2. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az oxigén-érzékeny komponens tartalmaz egy oxidálható szerves vegyületet.
8. A 7. igénypont szerinti gyantapellet, ahol a reakció promóter egy átmenetifém.
9. a 8. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém egy átmenetifém-só és/vagy egy átmenetifém-oxid formájában van.
10. A 8. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém a következők köréből választott: kobalt, vas, mangán és nikkkel.
11. A 8. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém kobalt.
12. A 7. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az oxigén-érzékeny komponens tartalmaz legalább egy vegyületet a következők köréből választva: polibutadién, funkcionáliszt polibutadién, hidrogénezett polibutadién oligomerek, polipropilén-oxid oligomerek és metilcsoportot tartalmazó aromás vegyületek.
13. A 7. igénypont szerinti gyantapellet, ahol a reakció promóter egy átmenetifém.
14. A 13. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém egy átmenetifém-só és/vagy egy átmenetifém-oxid formájában van.
15. A 13. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém a következők köréből választott: kobalt, vas, mangán és nikkkel.
16. A 13. igénypont szerinti gyantapellet, ahol átmenetifém kobalt.
17. A 2. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az oxigén-érzékeny komponens tartalmaz legalább egy vegyületet a következők köréből választva: polibutadién és funkcionáliszt polibutadién.
18. A 17. igénypont szerinti gyantapellet, ahol a reakció promóter egy átmenetifém.
19. A 18. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém egy átmenetifém-só és/vagy egy átmenetifém-oxid formájában van.
20. A 18. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém a következők köréből választott: kobalt, vas, mangán és nikkkel.
21. A 18. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém kobalt.
22. A 2. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az oxigén-érzékeny komponens tartalmaz egy poliamidot a következők köréből választva: amino-kaprosav önmagával reakáltatva, egy dikarbonsav maradék a következők

köréből választva: adipinsav, izoftálsav, tereftálsav, 1,4-ciklohexán-dikarbonsav, rezorcínol-dikarbonsav vagy naftalin-dikarbonsav vagy azok elegye, és egy diamín a következők köréből választva: m-xililén-diamin, p-xililén-diamin, hexametilén-diamin, etilén-diamin, vagy 1,4 ciklohexán-dimetil-amin vagy azok elegyének reakcióterméke.

23. 22. igénypont szerinti gyantapellet, ahol a reakció promóter egy átmenetifém.

24. A 23. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém egy átmenetifém-só és/vagy egy átmenetifém-oxid formájában van.

25. A 23. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém a következők köréből választott: kobalt, vas, mangán és nikkel.

26. A 23. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém kobalt.

27. A 2. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az oxigén-érzékeny komponens MXD-6 nyilont, nylon 6-ot, nylon 66-ot vagy azok elegyét tartalmazza.

28. A 27. igénypont szerinti gyantapellet, ahol a reakció promóter egy átmenetifém.

29. A 28. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém egy átmenetifém-só és/vagy egy átmenetifém-oxid formájában van.

30. A 28. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém a következők köréből választott: kobalt, vas, mangán és nikkel.

31. A 28. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém kobalt.

32. A 2. igénypont szerinti gyantapellet, amelyben az oxigén-érzékeny komponens egy vagy több itálátból álló, túlnyomóan polikondenzátum szegmens, ahol az említett anyag a következők köréből választott: tereftalát, ortoftalát és izoftalát, ahol az említett polikondenzátum tartalmaz továbbá egy vagy glikolt a következők köréből választva: alfa-hidroomega-hidroxipoli(oxitetrametilén), 1,4-butándiol, polietilén-glikol és etilén-glikol, és kis mennyiségű oxigén-érzékeny csoport szegmens tartalmazó poliamidok a következők köréből választva: funkcionális polibutadién, hidrogénezetlen polibutadién-oligomerek, polipropilén-oxid-oligomerek és metilcsoportot tartalmazó aromás vegyületek reakcióterméke.

33. A 32. igénypont szerinti gyantapellet, ahol a reakció promóter egy átmenetifém.

34. A 33. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém egy átmenetifém-só és/vagy egy átmenetifém-oxid formájában van.

35. A 34. igénypont szerinti gyantapellet, ahol az átmenetifém kobalt.

36. Eljárás egy gyantapellet hőkezelésére, amely tartalmazza az 1. igénypont szerinti gyantapellet felmelegítését egy olyan hőmérsékletre, amely a 40°C-tól azon hőmérsékletig terjedő tartományon belül van, amely hőmérséklet legalább 1°C-kal alacsonyabb annál a hőmérsékletnél, amelyen a pellet folyékonnyá válik.

37. A 36. igénypont szerinti eljárás, ahol a hőkezelés magában foglalja a pellet olyan hőmérsékletnek történő alávetését, amely a 70°C-tól addig a hőmérsékletig terjed, amely legalább 5°C-kal alacsonyabb annál a hőmérsékletnél, amelyen a pellet folyékonnyá válik.

38. A 36. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban annyi ideig, amely elégséges az első komponens vagy a második komponens kristályosságának legalább 5 százalékkal történő megnöveléséhez.

39. A 36. igénypont szerinti eljárás, ahol az oxigénre közömbös komponens egy első hőre lágyuló gyanta, és az oxigén-érzékeny komponens egy második hőre lágyuló gyanta, és a pellet egy termikusan feldolgozott anyag a hőmérséklettartományban annyi ideig, hogy az első komponens kristályosságában bekövetkező növekedés hozzáadva az oxigénre közömbös komponens kristályosságában bekövetkező növekedéshez legalább 5 százalék.

40. A 38. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapellet nedvességgel rendelkezik a termikus feldolgozás előtt, és a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy eltávolítsuk legalább felét a nedvességnek, amely a termikus feldolgozás előtt jelen volt.

41. A 39. igénypont szerinti eljárás, ahol a hőre lágyuló gyanták közül legalább egy rendelkezik legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással a termikus kezelés előtt, és ahol a gyantapelletet hőkezeljük a hőmérséklettartományban annyi ideig, hogy megnövekedjen a hőkezelés előtt legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással rendelkező hőre lágyuló gyanta belső viszkozitása legalább 0,1 dl/g értékkel.

42. A 39. igénypont szerinti eljárás, amelyben az első hőre lágyuló gyanta egy poliészter a következők köréből választva: polietilén tereftalát és kristályosítható kopolietilén tereftalát.

43. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol a hőkezelés tartalmazza a pellet alávetését egy hőmérsékletnek 70°C és azon hőmérséklet között, amely 5°C-kal kevesebb, mint a poliészter kristályos olvadáspontja.

44. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy megnövelje az első komponens kristályosságát vagy a második komponens kristályosságát legalább 5 százalékkal.

45. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol az oxigén-érzékeny komponens tartalmaz egy maradékot a következő csoportból választva: aminosav ismétlődő egysége és az A-D ismétlődő egysége, ahol A jelentése egy dikarbonsav maradék a következők köréből választva: adipinsav, izoftálsav, tereftálsav, 1,4-ciklohexán-dikarbonsav, rezorcinol-dikarbonsav vagy naftalín-dikarbonsav vagy azok elegye, és ahol D jelentése egy diamín maradék a következők köréből választva: m-xililén-diamin, p-xililén-diamin, hexametilén-diamin, etilén-diamin vagy 1,4-ciklohexán-dimetilamin vagy azok elegye.

46. A 45. igénypont szerinti eljárás, ahol a hőkezelés tartalmazza a pellet alávetését 70°C és azon hőmérséklet közötti hőmérsékletnek, amely 5°C-kal alacsonyabb, mint a poliészter kristályos olvadáspontja.

47. A 45. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy az első komponens vagy a második komponens kristályosságát legalább 5 százalékkal megnövelje.

48. A 45. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapellet nedvességgel rendelkezik a termikus feldolgozás előtt, és a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy eltávolítsa a termikus feldolgozás előtt jelenlévő nedvesség legalább felét.

49. A 45. igénypont szerinti eljárás, ahol legalább az első vagy második hőre lágyuló gyanta egyike rendelkezik legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással a termikus kezelés előtt, és ahol a gyantapelletet termikusan kezeljük a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy a hőkezelés előtt legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással rendelkező komponens belső viszkozitását legalább 0,1 dl/g értékkel megnövelje.

50. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol az oxigén-érzékeny komponens tartalmaz MXD-6 nyilont, nylon 6-ot, nylon 66-ot vagy azok elegyét.

51. Az 50. igénypont szerinti eljárás, ahol a hőkezelés tartalmazza a pellet 70°C és azon hőmérséklet közötti hőmérsékletnek történő alávetését, amely hőmérséklet 5°C-kal kevesebb, mint a poliszter kristályos olvadáspontja.

52. Az 50. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy megnövelje az első komponens vagy a második komponens kristályosságát legalább 5 százalékkal.

53. Az 50. igénypont szerinti eljárás, ahol a pelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy az első hőre lágyuló gyanta kristályosságában való növekedés hozzáadva a második hőre lágyuló gyanta kristályosságában való növekedéshez, legalább 5 százalék legyen.

54. Az 50. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapellet nedvességgel rendelkezik a termikus feldolgozás előtt, és a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy a termikus feldolgozás előtt jelenlévő nedvesség legalább felét eltávolítsuk.

55. Az 50. igénypont szerinti eljárás, ahol legalább az első vagy második hőre lágyuló gyanta rendelkezik legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással a hőkezelés előtt, és ahol a gyantapelletet hőkezeljük a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy a hőkezelés előtt legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással rendelkező komponens belső viszkozitását legalább 0,1 dl/g értékkel megnöveljük.

56. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol az oxigén-érzékeny komponens tartalmaz legalább egy vegyületet a következők köréből választva: polibutadién, funkcionális polibutadién, hidrogénezetlen polibutadién oligomerek, polipropilén-oxid-oligomerek és metilcsoportot tartalmazó aromás vegyületek.

57. Az 56. igénypont szerinti eljárás, ahol a hőkezelés tartalmazza a pellet alávetését 70°C és azon hőmérséklet közötti hőmérsékletnek, amely 5°C-kal alacsonyabb, mint a poliszter kristályos olvadáspontja.

58. Az 56. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy megnöveljük az első komponens vagy a második komponens kristályosságát legalább 5 százalékkal.

59. Az 56. igénypont szerinti eljárás, ahol a pelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy az első hőre lágyuló gyanta kristályosságában való növekedés és a második hőre lágyuló gyanta kristályosságában való növekedés legalább 5 százalék legyen.

60. Az 56. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapellet nedvességgel rendelkezik a termikus feldolgozás előtt, és a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy a termikus feldolgozás előtt jelenlévő nedvesség legalább felét eltávolítsuk.

61. Az 56. igénypont szerinti eljárás, ahol az első vagy második hőre lágyuló gyanta közül legalább egy rendelkezik legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással a hőkezelés előtt, és ahol a gyantapelletet hőkezeljük a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy a hőkezelés előtt legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással rendelkező komponens belső viszkozitását legalább 0,1 dl/g értékkel megnövelje.

62. A 36. igénypont szerinti eljárás, ahol az oxigén-érzékeny komponens tartalmaz legalább egy vegyületet a következők köréből választva: polibutadién és funkcionális polibutadién.

63. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol a hőkezelés tartalmazza a pelletnek 70°C hőmérséklet és azon hőmérséklet közötti hőmérsékletnek átvételét, amely hőmérséklet 5°C-kal alacsonyabb, mint a poliszter kristályos olvadáspontja.

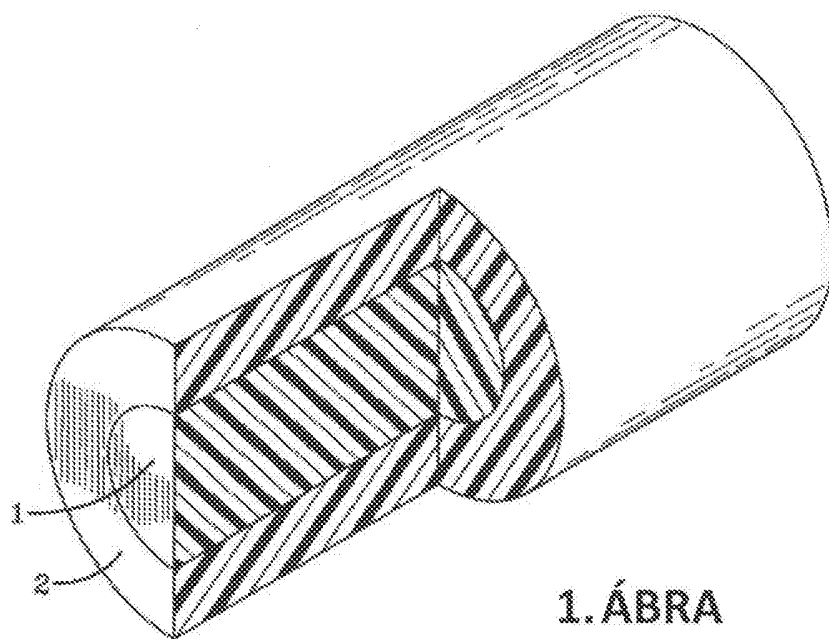
64. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy megnövelje az első komponens vagy a második komponens kristályosságát legalább 5 százalékkal.

65. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol a pelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy az első hőre lágyuló gyanta kristályossága hozzáadva a második hőre lágyuló gyanta kristályosságához legalább 5%-kal megnövekedjen.

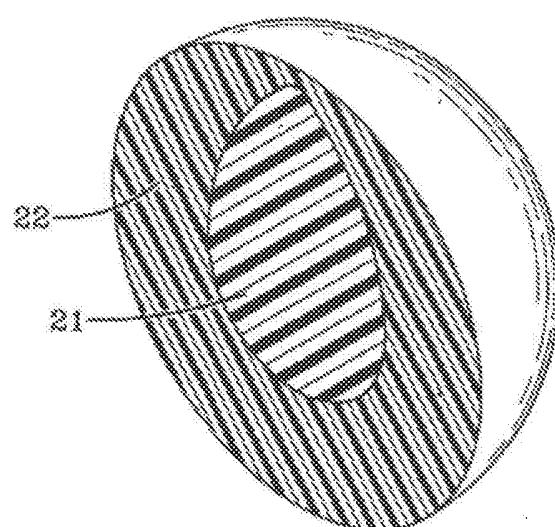
66. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol a gyantapellet nedvességgel rendelkezik a termikus feldolgozás előtt, és a gyantapelletet termikusan feldolgozzuk a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy a termikus feldolgozás előtt jelenlévő nedvesség legalább felét eltávolítsuk.

67. A 42. igénypont szerinti eljárás, ahol az első vagy második hőre lágyuló gyanta közül legalább az egyik rendelkezik legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással a hőkezelés előtt, és ahol a gyantapelletet hőkezeljük a hőmérséklettartományban elegendő ideig ahhoz, hogy a hőkezelés előtt legalább 0,2 dl/g belső viszkozitással rendelkező komponens belső viszkozitását legalább 0,1 dl/g értékkel megnöveljük.

1/4

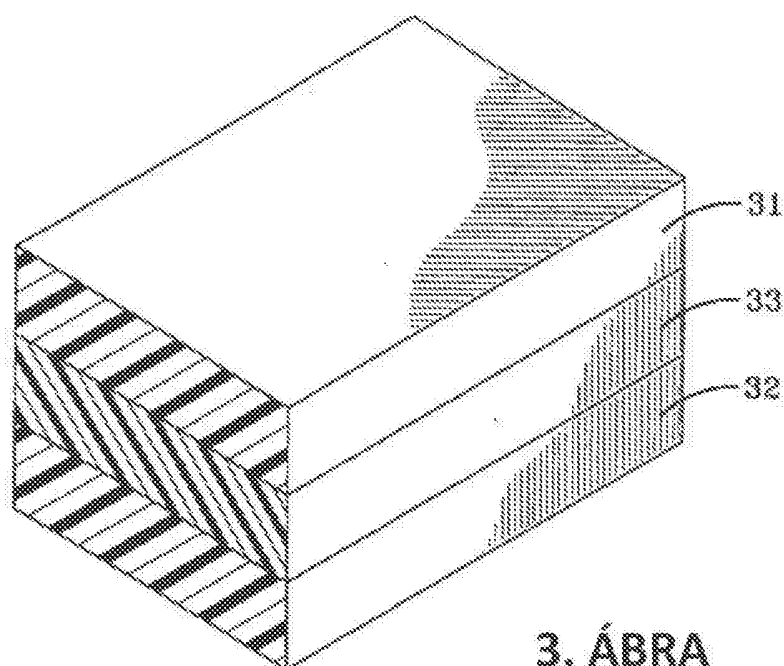


1. ÁBRA

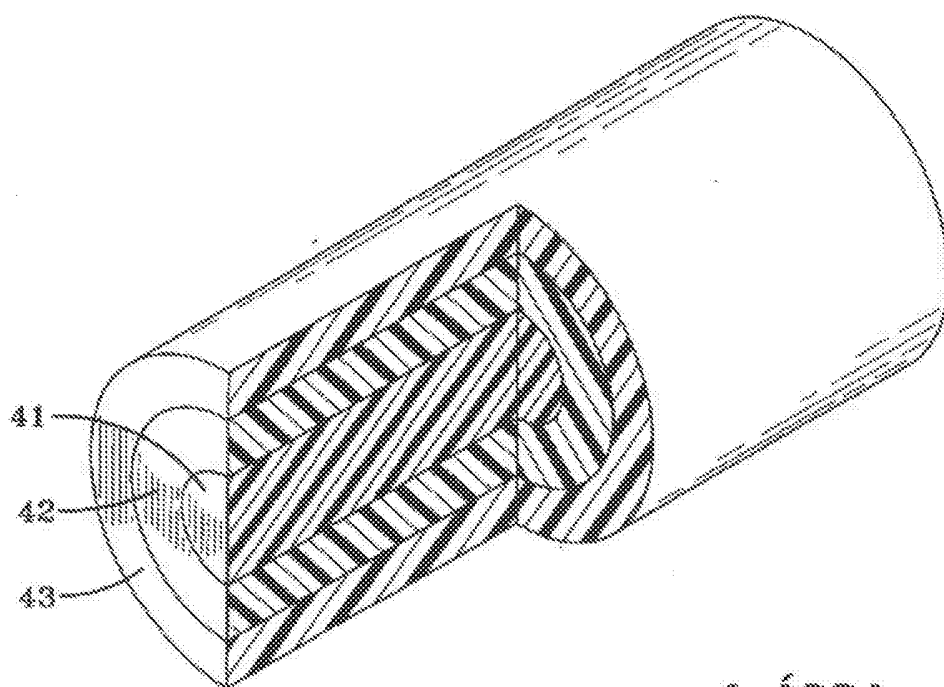


2. ÁBRA

2/4

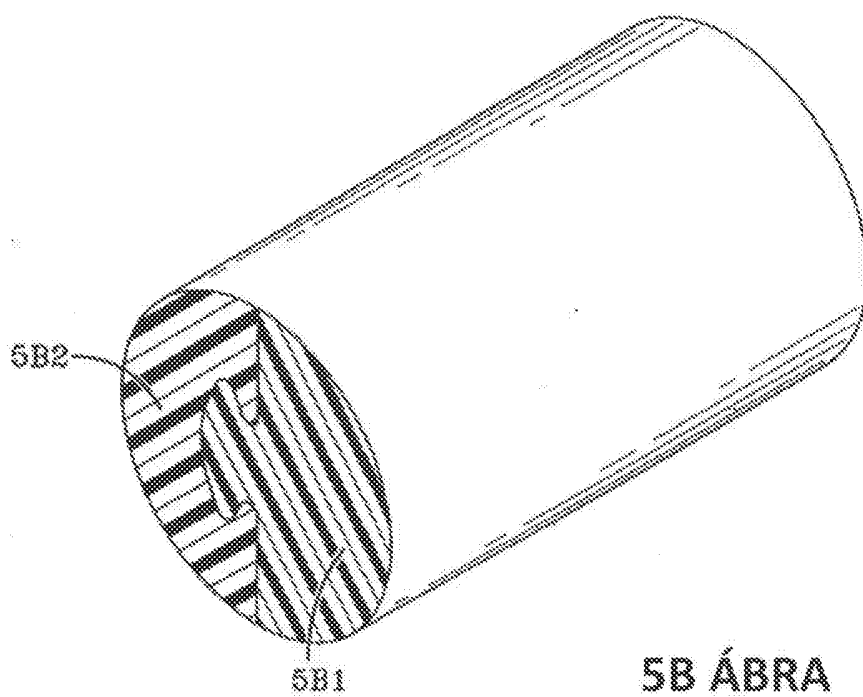
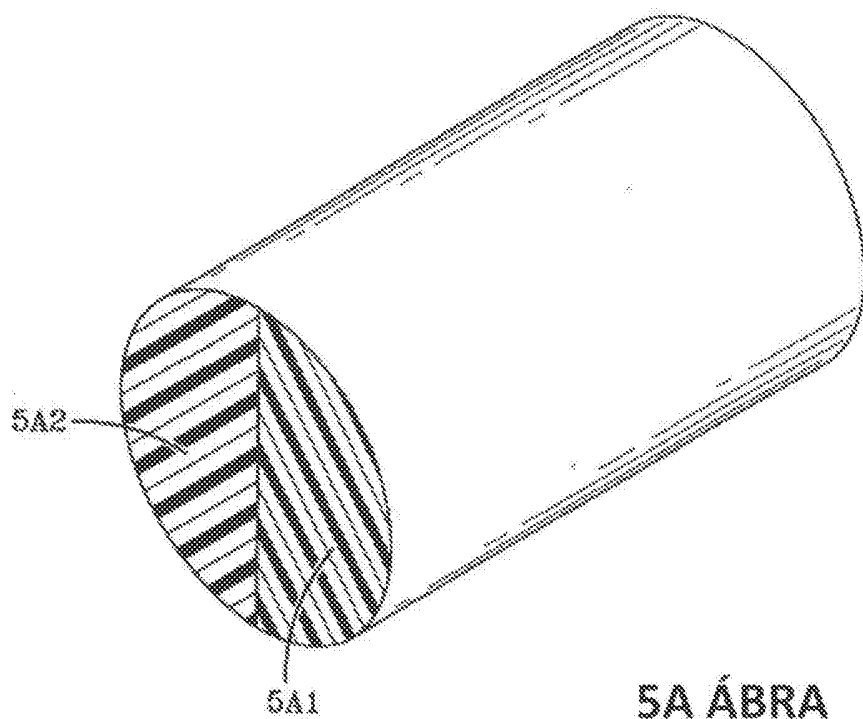


3. ÁBRA

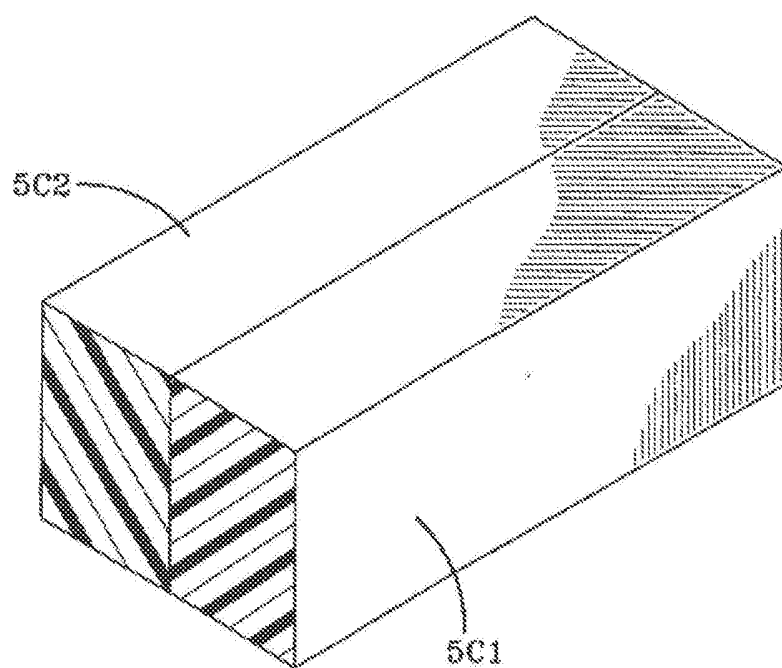


4. ÁBRA

3/4



4/4



5C ÁBRA