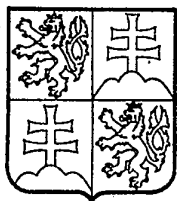


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

274 211

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 08 J 3/20

(21) PV 5653-88.I

(22) Přihlášeno 16 08 88

(40) Zveřejněno 12 09 90

(45) Vydáno 08 07 92

(75) Autor vynálezu

PETRŮJ JAROSLAV RNDr. CSc., SVĚŘÁK TOMÁŠ ing. CSc.,
VESELÝ KAREL prof. RNDr. DrSc., BRNO,
BALABÁN LUBOŠ ing. CSc., LELEKOVICE, POSPÍŠIL
LADISLAV RNDr., BRNO, BARTA JAROSLAV ing.,
SEZIMOVO ÚSTÍ, SAMUHEL JOZEF, BRATISLAVA,
MACÍČEK JAROSLAV, OŘECHOV U BRNA,
POLOUČEK EDUARD prom. chem., BRNO

(54)

Plasty vybarvené černě

(57) Plasty jsou vybarveny černě nebo na tmavé odstíny 0,5 až 100 % hmotnostních (vztaheno na obsah plastu) sazového pigmentu tvořeného 50 až 90 % hmotnostními sazí o specifickém povrchu 300 až 1 300 m²/g obalených 10 až 50 % hmotnostními anorganickými příměsí s průměrnou velikostí částic 0,5 až 15 μm, impregnovaných 0,05 až 2 % hmotnostními spojovacími prostředky, jako jsou vyšší mastné kyseliny, jejich soli a estery, organosilany a organotitanáty. Tyto plasty obsahují menší množství sazí než plasty vybarvované samotnými sazemi.

Vynález se týká plastů s černým vybarvením nebo s odstíny temných barev. Černého vybarvení plastů a temných odstínů barev se dosahuje obvykle přímou pigmentací sazemi nebo koncentráty plastů saze obsahujícími. Obtíže spojené s přímou pigmentací plastů sazemi jsou všeobecně známy: Špatné sypné vlastnosti sazí, obtížné zpracování sazí do taveniny plastu, nesnadná jejich dispergace, úlet prachových podílů sazí, nutnost využít zpracovatelskou linku pouze pro saze a tmavé odstíny barev, protože vyčištění linky je prakticky nemožné, potenciální nebezpečí výbuchu vzdušné suspenze sazí - to všechno jsou vlastnosti způsobené fyzikální podstatou sazí - jejich velmi porézní křehkou strukturou s vysoce aktivním povrchem. Možnosti použít sazového koncentrátu v polymeru lze využít s výhodou pouze v těch případech, kde není požadována vysoká koncentrace sazí v polymeru, nebo není požadováno vybarvení plastů do sytých odstínů černě. Je nutné mít také na zřeteli cenu sazových koncentrátů, která vždy výrobu černě vybarvených plastů prodražuje. Výroba plastů obsahujících větší koncentraci než 15 % hmot. sazí je běžně používanými způsoby vždy nesnadná a při použití sazí s vyšším specifickým povrchem neschůdná. Možnost velmi kvalitního vybarvení plastů do syté černi při relativně nízkých koncentracích pigmentu a nízkých cenových nákladech nebo výrobu plastů s vysokými obsahy sazových pigmentů umožňuje předmět vynálezu.

Předmětem vynálezu jsou plasty vybarvené černě sazemi, obsahující popřípadě stabilizátory, mazadla, antistatické přísady, pigmenty a plniva, které obsahují 0,5 až 100 % hmot. vztaženo na hmotnost plastu, sazového pigmentu tvořeného 50 až 90 % hmot. sazí o specifickém povrchu 300 až 1 300 m²/g obalených 10 až 50 % hmot. anorganické příměsi s průměrnou velikostí částic 0,5 až 15 μm impregnovaných 0,05 až 2 % hmot. spojovacích prostředků jako jsou vyšší mastné kyseliny, jejich soli a estery, organosilany a organotitanáty.

Princip vynálezu využívá vysoké povrchové aktivity výše specifikovaných sazí, které vytvářejí s částicemi povrchově upraveného anorganického plniva v dané granulometrii a poměru homogenní stabilní směs s velmi dobrými sypnými vlastnostmi. Toto chování je způsobeno velmi pevným zakotvením asymetrických molekul povrchové úpravy minerálního mikrokletého plniva na jedné straně na acidobazických centrech povrchu plniva a na straně druhé na aktivním povrchu sazí. Velmi pevná vazba plnivo - látka povrchové úpravy - saze usnadňuje výrazným způsobem dispergaci, takže vlastní kompaundování směsi je poměrně rychlé a účinné, při daném způsobu kompaundování, který je dán pohybovou dobou v daném silovém poli při specifickém teplotním režimu se dosáhne při stejném obsahu sazí sytějšího vybarvení, než jakého lze dosáhnout při kompaundování dosud obvyklých sazových pigmentů.

Tohoto efektu lze s úspěchem využít především při výrobě sazových koncentrátů plastů, kde je možno připravit koncentráty s obsahem až 30 % sazí, které při výše uvedeném speciálním povrchu sazí na běžných zařízeních vyrobit jiným způsobem nelze. Nezanedbatelnou výhodou kompozitních materiálů podle vynálezu je skutečnost, že zpracování těchto materiálů není provázáno potenciální možností výbuchu prachových frakcí sazí, která všechny výroby tohoto typu provází, poněvadž anorganickými plnivy upravené saze jsou z hlediska výbušnosti bezpečné. Podobnou velmi významnou skutečností při výrobě kompozitů podle vynálezu je fakt, že manipulace s přípravou směsi před extruderem není provázána výrazným černěním všech manipulačních cest od sazí, protože sazová složka je dávkována ve formě, která prakticky nečerní. Proto "přejezd" kompaundovací linky na jiný typ kompozitního materiálu s jiným barevným odstínem je snadný, zatímco u linek zpracujících obvyklé sazové kompozity je změna sortimentu možná pouze v temných odstínech.

Příklad 1 (srovnávací)

V dvojšnekovém extruderu WP 53 byl kompaundován 10% koncentrát sazí Chezacarb EC o specifickém povrchu 900 m²/g v polypropylenové matrici s 10 % běžných stabilizátorů a mazadel. Výroba musela probíhat pod ochrannou atmosférou s obsahem O₂ menším než 10 %,

struny taveniny bylo dost obtížné udržovat, trhaly se, dávkování sazí bylo prováděno mostováním v násypce a celá manipulace byla prováděna znečišťováním jak zařízení, tak pracoviště i vzduchotechniky prachovými podíly sazí. Koncentrát sazí byl charakterizován sytou černí specifikovanou údajem $y = 3,9 \%$ na přístroji Momcolor D 3098.

Příklad 2

Na stejném kompaundovacím zařízení jako v předchozím případě byl připraven koncentrát sazí stejného specifického povrchu tak, že byla kompaundována směs obsahující 65 % polypropylen, 10 % stabilizátorů a maziv, 5 % karbonátového plniva a 20 % anorganickými plnivy upravených sazí. Upravené saze byly připraveny homogenizací sazí Chezacarb EC o spec. povrchu $900 \text{ m}^2/\text{g}$ s minerálním plnivem P 204 o granulometrii $d_{50} = 4,5 \mu\text{m}$ a úpravou kyselinou stearovou v množství 0,3 %, přičemž saze byly homogenizovány s plnivem v hmotnostním poměru 1 : 1. Kompaundování sazového koncentrátu probíhalo bez krycí atmosféry a bez technických závad - struny se netrhaly, upravené saze se velmi dobře dávkovaly bez vytváření mostů v zásobníku, upravené saze neznečišťovaly manipulační cesty, dispergace probíhala velmi klidně bez pulzací krouticího momentu extruderu. Vybarvení koncentrátu podle údajů Momcolor bylo o 10 % sytější, než v příkladu 1.

Příklad 3 (srovnávací)

15% sazový koncentrát sazí Chezacarb EC o speciálním povrchu $750 \text{ m}^3/\text{g}$ v polyetylenové matrici Liten BB 29 na extruderu Buss se nepodařilo z technologických důvodů vyrobit - saze nebylo možno v matrici dispergovat.

Příklad 4

15% sazový koncentrát v polyetylenové matrici na stejném zařízení jako v příkladu 3 byl připraven kompaundováním následující směsi: 50 % polyetylenu, 7 % stabilizátorů a dalších druhů běžných aditiv, 18 % plniva Hydrocarb a 25 % anorganickými plnivy upravených sazí. Upravené saze byly připraveny homogenizací 3 hmot. dílů sazí Chezacarb EC o $750 \text{ m}^2/\text{g}$ a 2 dílů mikromletého mastku EK-I přetříděného na granulometrii $d_{50} = 1,8 \mu\text{m}$, upraveného 1,5 % silánu Union Carbide typ Y 9771. Sazový koncentrát byl na daném zařízení bez problémů vyroben.

Příklad 5

Polyvinylchlorid a Neralit 652 byl kompaundován na extruderu Trusioma v následujících poměrech: Polymerní matrice 91 %, stabilizátory a další běžná aditiva 3 %, plniva 3 %, anorganickými plnivy upravené saze 3 %. Anorganickými plnivy upravené saze byly připraveny homogenizací sazí Chezacarb EC o $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ a vývojového dolomitického hydratovaného plniva VÚSH o $d_{50} = 2,2 \mu\text{m}$ s úpravou 0,7 % směsí glycerinmonostearátu a kyseliny stearové v poměru 6 : 1. Hmotnostní poměr sazí k minerálnímu plnivu byl dán hmotnostními díly 3 : 1. Kompaundací se dosáhlo vybarvení plastu do odstínu syté černi, která v proměření přístrojem Momcolor byla o 15 % sytější v porovnání s polymerem vybarveným obvyklým způsobem přímou aditivací stejného množství neupravených sazí o stejném specifickém povrchu.

Příklad 6

Polystyren Kraston 562 byl kompaundován na vytlačovacím lisu WP na šedě vybarvený kompozit s následující recepturou: Polystyren 81 %, kapalně stabilizátory, mazadla a antistatika 8,5 %, plniva Durcal 2 10 % a minerálními plnivy upravené saze 0,5 %.

Minerálními plnivy upravené saze byla homogenizovaná směs sazí Chezacarb EC o spe-

cifickém povrchu $900 \text{ m}^2/\text{g}$, plniva na bázi hydroxidu hořečnatého Kisuma o $d_{50} = 2,1 \mu\text{m}$ s dodatečnou povrchovou úpravou 1% organotitanátů A 70 V fy Kenrich a práškových stabilizátorů v poměru 40 : 40 : 20.

Vybarvení kompozitu do odstínu kontrastní technické šedi, charakterizováno údajem y-nové souřadnice 8,3 % změřené na přístroji Momcolor, probíhalo bez obvyklého znečišťování linky sazemi. Porovnáním vybarvení kompozitu se stejným typem plastu vybarveným běžným způsobem přímou aditivací sazemi bylo zřejmé, že pro dosažení stejného odstínu technické šedi se u plastu vybarveného podle vynálezu ušetří téměř 30 % pigmentačních sazí.

Příklad 7

Polyetylen LLDPE Union Carbide byl použit jako polymerní matrice při výrobě kompozitu a hydroxidem hlinitým na hnětiči Buss za použití následující receptury: polymerní matrice 23 %, aditiva 2 %, plnivo P 20 μm 60 % a minerálními plnivy upravené saze byly homogenní směsí sazí Chezacarb EC o specifickém povrchu $900 \text{ m}^2/\text{g}$, plniva Micral 932 o $d = 0,9 \mu\text{m}$ s doúpravou 0,6 % povrchového činidla na bázi kyseliny stearové a směsí stabilizátorů v hmotnostním poměru 5 : 3 : 1. Výsledný kompozit s extrémně vysokým plněním a vybarvením do syté černi odpovídající souřadnici $y = 3,1$ % bylo možno vyrobit pouze v receptuře podle vynálezu, kompozit se stejnou polymerní matricí, se stejným procentem plnění daného plniva a sazí se na použitém zařízení při využití dosud známých receptur vyrobit nepodařilo.

Příklad 8

Polypropylen Mosten 52 517 v množství 32 % společně s kaučukem Vestopren FH 1077 30 % byl na vytlačovacím lisu Buss kompaundován s 26,5 % mastkového plniva GT-40, 6 % antistatických přísad a mazadel, 5 % směsí barviv Sanylen braun, Sanylen gelb PP-48 a Pretiox RD 5T a 0,5 % minerálními plnivy upravených sazí. Minerálními plnivy upravené saze byla směs sazí Chezacarb EC o speciálním povrchu $900 \text{ m}^2/\text{g}$, plniva P 20 μm o $d_{50} = 4,5 \mu\text{m}$ a běžných stabilizátorů v poměru 45 : 35 : 20. Vybarvení kompozitu do odstínu syté hnědi s y-novou souřadnicí 9,1 % na přístroji Momcolor bylo rovnoměrně kontrastní, vlastní zpracování proběhlo bez obvyklého znečištění dávkovacích cest sazemi a porovnáním s pigmentací koncentrátu Sanylen schw. se pro dosažení stejného odstínu technické hnědi ušetřilo téměř 35 % černého pigmentu.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Plasty vybarvené černě sazemi, obsahující popřípadě stabilizátory, mazadla, antistatické přísady, pigmenty a plniva, vyznačující se tím, že obsahují 0,5 až 100 % hmot., vztaženo na hmotnost plastu, sazového pigmentu tvořeného 50 až 90 % hmot. sazí o specifickém povrchu 300 až $1\,300 \text{ m}^2/\text{g}$ obalených 10 až 50 % hmot. anorganické příměsí s průměrnou velikostí částic 0,5 až $15 \mu\text{m}$, impregnovaných 0,05 až 2 % hmot. spojovacích prostředků, jako jsou vyšší mastné kyseliny, jejich soli a estery, organosilany a organotitanáty.