

РЕПУБЛИКА БЪЛГАРИЯ



(19) BG

(11) 66934 B1

(51) Int.Cl.

ОПИСАНИЕ КЪМ ПАТЕНТ

ЗА

ИЗОБРЕТЕНИЕ

C 09 C 1/56 (2006.01)

C 09 C 1/48 (2006.01)

C 09 C 1/24 (2006.01)

C 09 C 3/04 (2006.01)

C 09 C 3/06 (2006.01)

ПАТЕНТНО ВЕДОМСТВО

(21) Заявителски № 112205

(22) Заявено на 28.01.2016

(24) Начало на действие
на патента от: 28.01.2016

Приоритетни данни

(31) (32) (33)

(41) Публикувана заявка в
бюлетин № 7 на 31.07.2017

(45) Отпечатване на 15.08.2019

(46) Публикувано в бюлетин № 8.1
на 15.08.2019

(56) Информационни източници:

(62) Разделена заявка от рег. №:

(73) Патентоприитежател(и):

KING ABDULAZIZ UNIVERSITY,
21589 JEDDAH (SAUDI ARABIA);
НИКОЛАЙ ТОДОРОВ ДИШОВСКИ,
1164 СОФИЯ, УЛ. "КРИЧИМ" 64, БЛ. 23,
ВХ. А, ЕТ. 4, АП. 10;
МИХАИЛ ЦЕЦКОВ МИХАЙЛОВ, 3600 ЛОМ,
УЛ. "ПРИСТАНИЩНА" 15, БЛ. 3, ВХ. Д,
ЕТ. 9, АП. 42;
ПЕТРУНКА АТАНАСОВА МАЛИНОВА,
1309 СОФИЯ, УЛ. "ПИРОТСКА" 120, ВХ. А,
ЕТ. 1, АП. 4 (BG)

(72) Изобретател(и):

Николай Тодоров Дишовски
Михаил Цецков Михайлов
Петрунка Атанасова Малинова
Ahmed A. Al-Ghamdi
Omar A. Al-Hartomy
Falleh Al-Salamy

(74) Представител по индустриална
собственост:

Силва Павлова Павлова;
Тодор Стоичков Лозанов, 1111 София,
жк "Гео Милев" ул. "Проф. д-р Георги
Павлов" 38, бл. 31, ет. 2, ап. 1

(86) № и дата на РСТ заявка:

(87) № и дата на РСТ публикация:

(54) МЕТОД ЗА ПОЛУЧАВАНЕ НА ХИБРИДЕН ДВУФАЗЕН ПЪЛНИТЕЛ ЗА ЕЛАСТОМЕРИ

(57) Изобретението се отнася до метод за получаване на хибриден двуфазен пълнител за еластомери, който ще намери приложение при производството на технически каучукови изделия, в т.ч. и на такива с микровълново приложение. Методът за получаване на хибриден двуфазен пълнител за еластомери, съгласно изобретението, включва следната последователност от етапи, импрегниране на въглеродните сажди с етанолова суспензия на магнетит в топкова мелница, сушене на двуфазната смес до постигане на постоянно тегло, смилане на изсушения продукт в топкова мелница, термично активиране в специално конструиран за целта реактор под вакуум и последващо смилане на крайния продукт в топкова мелница. Хибридният двуфазен пълнител, получен по изобретението съдържа импрегнирани с етанолова суспензия на магнетит въглеродни сажди, които са със съдържание на магнетит /мас. %/ от 5 до 50 % и въглеродни сажди от 95 до 50 %. Магнетитът е прахообразен и е със съдържание на SiO₂ - до 5%,

размер на частиците до 50 микрона и плътност 4,8-5,2 g/cm³. Хибридният двуфазен пълнител, получен по изобретението има следните характеристики: специфична повърхност /BET/ 400-900 m²/g, йодно число - 370-750 mg/g, маслено число - 200-450 ml/100 g, обем на микропорите - 0,03-0,15 cm³ (STP)/g, диаметър на микропорите - 3-10 nm, пълен обем на порите, cm³(STP)/g - 0,5-1,5; специфична повърхност на микропорите, m²/g, 50-90, външна специфична повърхност, m²/g, 400-900. Методът съгласно изобретението осигурява получаването на хибриден двуфазен пълнител с подобрена текстура, в която наличието на микропори дава възможност за по-добро изолиране на сажените агрегати един от друг чрез разполагашата се в тях и около тях фаза от магнетит и предотвратяващо процесите на окисляване.

4 претенции, 12 фигури

(54) МЕТОД ЗА ПОЛУЧАВАНЕ НА ХИБРИДЕН ДВУФАЗЕН ПЪЛНИТЕЛ ЗА ЕЛАСТОМЕРИ**Област на техниката**

Изобретението се отнася до метод за получаване на хибриден двуфазен пълнител за еластомери, който ще намери приложение при производството на технически каучукови изделия, в т.ч. и на такива с микровълново приложение.

Предпоставящо състояние на техниката

Известен е, от патентен документ CN 103055813, метод за получаване на магнитни въглеродни сажди, в който се смесват въглеродни сажди с частици магнетит в присъствие на лаурил аминокиселина, добавя се вода и получената суспензия се разбърква, след достигане на определено рН отново се разбърква, оставя се да престои, твърдото вещество се отделя и се суши до постоянно тегло. Недостатък на известния метод е, че на получения по него пълнител не са посочени характеристиките, което прави приложението му неясно.

Известен е пълнител от патент FR 2920918 за производство на изолация на коаксиален кабел, който съдържа поотделно, като вариант на изпълнение, въглеродните сажди и магнетит, както и тяхна комбинация. Недостатък на известния пълнител е, че не са посочени характеристиките на пълнителя и има само едно конкретно приложение, а именно в смес за изолация на коаксиален кабел.

Техническа същност на изобретението

Задачата на изобретението е да се създаде метод за получаване на хибриден двуфазен пълнител от вида въглеродни сажди-трижелезен четириоксид /магнетит/, който да се реализира по опростена технология и апаратурно оформление, да се използват достъпни суровини и да осигурява лесен и точен количествен контрол на съотношението между двете фази, да притежава едновременно диелектрични и магнитни загуби и повишена термостабилност.

Друга задача на изобретението е получения по метода хибриден двуфазен пълнител да е с подобрени текстурни характеристики и добро изолиране на въглеродната фаза, по-специално на саждените агрегати един от друг, с магнетитната фаза, както и с проникване на последната и в самите агрегати и да може директно да се въведе в каучуковата матрица, като се използва класическата технология и оборудване за изработване и вулканизация на каучукови смеси, предназначени за производство на технически каучукови изделия, вкл. и такива с микровълнови приложения.

Методът за получаване на хибриден двуфазен пълнител за еластомери, съгласно изобретението, включва следната последователност от етапи, импрегниране на въглеродните сажди с етанолова суспензия на магнетит в топкова мелница, сушене на двуфазната смес до постигане на постоянно тегло, смилане на изсушеният продукт в топкова мелница и последващо термично активиране в специално конструиран за целта реактор под вакуум. Последователността от етапи и условията за тяхното реализиране са, както следва:

Първи етап - получаване на етанолова суспензия, чрез заливане на прахообразен магнетит с етилов алкохол и последващо хомогенизиране в продължение на 1 h.

Втори етап - импрегниране на въглеродните сажди с получената суспензия от етап едно и последващо третиране в продължение на 2 h в топкова мелница.

Трети етап - отдекантиране на етиловия алкохол и сушене на получената двуфазна смес за време 2 h при температура 50°C.

Четвърти етап - сушене при повишаване на температурата до 150°C до постигане на постоянно тегло.

Пети етап - смилане на изсушения продукт в топкова мелница в продължение на 2 h.

Шести етап - термично активиране на смления продукт в специално конструиран за целта реактор при температура 440°C в продължение на 2 h под вакуум 10^{-2} mm Hg стълб.

Седми етап - последващо смилане на крайния продукт в топкова мелница в продължение на 2 h.

Хибридният двуфазен пълнител, получен по изобретението съдържа импрегнирани с етанолова суспензия на магнетит въглеродни сажди, които са със съдържание на магнетит от /мас. %/ 5 до 50 % и въглеродни сажди от 95 до 50 %. Магнетитът е прахообразен и е със съдържание на SiO₂ - до 5%,

размер на частиците до 50 микрона и плътност 4,8-5,2 g/cm³.

Хибридният двуфазен пълнител, получен по изобретението има следните характеристики: специфична повърхност /BET/ 400-900 m²/g, йодно число - 370-750 mg/g, маслено число - 200-450 ml/100 g, обем на микропорите - 0,03-0,15 cm³ (STP)/g, диаметър на микропорите - 3-10 nm, пълен обем на порите, cm³ (STP)/g - 0,5-1,5; специфична повърхност на микропорите, m²/g, 50-90, външна специфична повърхност, m²/g, 400-900.

Съгласно изобретението в първия етап на метода, масата на прахообразен магнетит, е предварително изчислена спрямо тази на въглеродните сажди по такъв начин, че да се постигне желаното масово съотношение между двете фази. Използването на етилов алкохол, съгласно изобретението е с цел да се избегне евентуалното окисляване на магнетита. Специално конструираният за целта реактор е посочен на фиг. 1.

Предимствата на настоящия метод за получаване на хибриден двуфазен пълнител за еластомери в сравнение с известните такива са в използването на термично активиране под вакуум, осигуряващо значително подобрена текстура на получавания по метода двуфазен пълнител, в която наличието на микропори дава възможност за по-добро изолиране на саждените агрегати един от друг чрез разполагщата се в тях и около тях фаза от магнетит и предотвратяващо процесите на окисляване.

Други предимства на метода съгласно изобретението са, осигурената възможност за лесен и точен количествен контрол на съотношението между двете фази, предварителното изчисляване на количеството на импрегниращия агент, гарантиращо дефиниран състав на пълнителя, използването на достъпни изходни суровини, опростената му технология и несложно апаратурно оформление.

Друго предимство на двуфазния пълнител, получен по метода съгласно изобретението е, че може директно да се въведе в каучуковата матрица, като се използва класическата технология и оборудване за изработване и вулканизация на каучукови смеси, предназначени за производство на технически каучукови изделия, вкл. и такива с микровълнови приложения.

Друго предимство на синтезиращия пълнител при последващи микровълнови приложения е, че той обезпечава получаването на композит, притежаващ едновременно диелектрични и магнитни загуби, което води до подобряване на микровълновите му свойства като цяло.

Изобретението са илюстрира със следните фигури.

Фигура 1. Схема на използвания реактор: 1 - реакционен съд с възможност за нагряване, 2 - уплътняващ фланец, 3 - уплътняващи муфи, 4 - входно отворствие за газ /затворено/, 5 - изходно отворствие за газ /включено към вакуумна помпа/, 6 - термодвойка, 7 - Бюхнерова фуния.

Фигура 2. Светлополево изображение в сканираща трансмисионна електронна микроскопия (BF-STEM) на хибриден двуфазен пълнител /а/, получен съгласно пример 1 на изобретението /10% магнетит/ и композиционни карти на разпределение на елементите желязо /b/, въглерод /c/ и кислород /d/ в него.

Фигура 3. Светлополево изображение в сканираща трансмисионна електронна микроскопия (BF-STEM) на хибриден двуфазен пълнител /а/, получен съгласно пример 3 на изобретението /50% магнетит/ и композиционни карти на разпределение на елементите желязо /b/, въглерод /c/ и кислород /d/ в него.

Фигура 4. Светлополеви ТЕМ изображения при различни увеличения на хибридни пълнители, съдържащи фази на проводящи сажди и магнетит /Пример 1 - 10% магнетит/

а) x 10000; б) x 25000; в) x 60 000; д) x 400000

Фигура 5. Светлополеви ТЕМ изображения при различни увеличения на хибридни пълнители, съдържащи фази на проводящи сажди и магнетит /Пример 3 - 50% магнетит/

а) x 10000; б) x 25000; в) x 60 000; д) x 400000

Фигура 6. ТЕМ изображения с висока резолюция на пълнител, съдържащ:

а) 0 wt % magnetite; б) 10 wt % magnetite /Пример 1/; в) 30 wt % magnetite /Пример 2/; д) 50 wt % magnetite /Пример 3/.

Фигура 7. Честотна зависимост на тоталната ефективност на електромагнитно сканиране на композити, съдържащи хибридни двуфазни пълнители, получени съгласно изобретението (N0 - изходни проводящи сажди без магнетит, N1 - Пример 1, N2 - Пример 2, N3 - Пример 3).

Фигура 8. Честотна зависимост на ефективността на електромагнитно сканиране при отражение

на композити, съдържащи хибридни двуфазни пълнители, получени съгласно изобретението (N0 - изходни проводящи сажди без магнетит, N1 - Пример 1, N2 - Пример 2, N3 - Пример 3).

Фигура 9. Честотна зависимост на ефективността на електромагнитно екраниране при поглъщане на композити, съдържащи хибридни двуфазни пълнители, получени съгласно изобретението (N0 - изходни проводящи сажди без магнетит, N1 - Пример 1, N2 - Пример 2, N3 - Пример 3).

Фигура 10. Честотна зависимост на коефициента на затихване α , dB/cm, на композити, съдържащи хибридни двуфазни пълнители съгласно изобретението (N0 - изходни проводящи сажди без магнетит, N1 - Пример 1, N2 - Пример 2, N3 - Пример 3, тефлон-контролен образец).

Фигура 11. Честотна зависимост на тангенса от ъгъла на диелектричните загуби $\tan\delta_\epsilon$ на композити, съдържащи хибридни двуфазни пълнители съгласно изобретението (N1 - Пример 1, N2 - Пример 2, N3 - Пример 3).

Фигура 12. Честотна зависимост на тангенса от ъгъла на магнитните загуби $\tan\delta_\mu$ на композити, съдържащи хибридни двуфазни пълнители съгласно изобретението (N1 - Пример 1, N2 - Пример 2, N3 - Пример 3).

Примери за изпълнение на изобретението

Изобретението може да се илюстрира със следните примери.

Пример 1.

10 g прахообразен магнетит с размер на частиците 44 микрона, със съдържание на SiO_2 2,5%, и плътност $5,0 \text{ g/cm}^3$, се заливат с 250 ml етилов алкохол и се хомогенизират в продължение на 1 h. С получената суспензия се заливат 90 g проводящи въглеродни сажди и се третира в продължение на 2 h в топкова мелница.

След отдекантиране на етиловия алкохол получената двуфазна смес се суши 2 h при температура 50°C , след което температурата се повишава до 150°C и сушенето продължава до постигане на постоянно тегло. Изсушеният продукт се поставя в топкова мелница и се смила в продължение на 2 h, след което се прехвърля в специално конструиран за целта реактор /фиг. 1/ и се нагрява при температура 440°C в продължение на 2 h под вакуум 10^{-2} mm Hg стълб. Полученият хибриден двуфазен пълнител по пример 1 е със съдържание на магнетит - 10 % и въглеродни сажди 90%.

Пример 2.

Последователността от операции и технологичен режим е, както в пример 1, но количеството на магнетита е 30 g, количеството на етанола е 750 ml, количеството на проводящите сажди е 70 g. Полученият хибриден двуфазен пълнител по пример 2 е със съдържание на магнетит - 30% и проводящи въглеродни сажди 70%.

Пример 3.

Последователността от операции и технологичен режим е, както в пример 1, но количеството на магнетита е 50 g, количеството на етанола е 1250 ml, количеството на проводящите сажди е 50 g. Полученият хибриден двуфазен пълнител по пример 3 е със съдържание на магнетит - 50% и проводящи въглеродни сажди 50%.

Наличието на органична и неорганична фаза, в хибридният пълнител получен по метода съгласно изобретението, в определени количества е доказано чрез енергоразсейваща рентгенова спектроскопия в сканираща трансмисионна електронна микроскопия (STEM-EDX). Светлополево изображение в сканираща трансмисионна електронна микроскопия (BF-STEM) демонстрира контраста на съдържащите се елементи в пълнителя, което е резултат от различния им атомен номер, показвайки по този начин наличните фази и начина на тяхното разпределение. На фиг. 2-3 са показани светлополевите изображения в сканираща трансмисионна електронна микроскопия на синтезирани по описания метод хибридни пълнители „проводящи въглеродни сажди-магнетит“ с различни съотношения на фазите, а на фиг. 4-5 са показани изображенията, получени чрез светлополева трансмисионна електронна микроскопия (BF-TEM) на същите пълнители. Енергоразсейващата рентгенова спектроскопия (XEDS) дава възможност да се определи количеството на елементите в тегловни проценти.

От композиционните карти, показани на фиг. 2 и фиг. 3 се вижда, че желязото и кислорода /т.е. фазата

на трижелезния четириоксид/ присъстват във въглеродната фаза и са равномерно разпределени в нея, което показва, че проведената импрегнация е успешна. С нарастване на количеството на магнетитната фаза, тя започва да се локализира и под форма на клъстери, като с нарастването на количеството на въведения при синтеза на пълнителя магнетит, техният размер и полидисперсност нарастват.

Таблица 1 представя количествата на елементите въглерод, кислород, желязо и силиций в хибридният пълнител по данни от енергоразсейващата рентгенова спектроскопия (XEDS).

Таблица 1. Съдържание на елементите въглерод, кислород, желязо и силиций /тегловни проценти/ в хибридните пълнители в местата на сканиране, показани на фиг. 2а и фиг. 3а.

Sample	Spectrum №	C, wt. %	O, wt. %	Fe, wt. %	Si, wt. %
Пример1	113	8,38	17,24	74,21	0,18
Пример1	114	40,78	25,78	14,29	12,72
Пример1	115	10,90	11,86	76,82	0,43
Пример1	116	56,60	4,98	37,81	0,57
Пример3	118	35,77	3,18	1,51	0,60
Пример3	119	67,30	6,71	24,31	1,06
Пример3	120	40,69	10,01	48,15	0,95
Пример3	121	72,68	0,93	20,09	2,56
Пример3	122	50,87	2,51	45,07	0,95

Светлополевите TEM (BF-TEM) изображения на същите пълнители са показани на фиг. 4-5.

Показаните резултати категорично доказват получаването на хибриден двуфазен пълнител от типа проводящи сажди-магнетит по метода съгласно изобретението. Вижда се също така, че магнетитната фаза е разположена между- и вътреагрегатно по отношение на въглеродната. На тези фигури светлите полета съответстват на въглеродната фаза, а тъмните - на магнетитната. Още едно доказателство за получаването на хибридният двуфазен пълнител по метода съгласно изобретението дават TEM изображенията с висока резолюция /увеличение 400 000 пъти/ на синтезираните пълнители, показани на фиг. 6.

От фиг. 6 се вижда, че в отсъствието на магнетитна фаза структурата на въглеродната фаза е най-подредена: концентричната микротекстура е добре развита и размерът на сферичните образувания е най-голям (около 60 nm). Структурата е плътно опакована и компактна. С появата на магнетитната фаза, както и с увеличаване на нейното количество сферичните образувания са с все по-малък размер, концентричната микротекстура не е така добре изразена. В някои случаи, както е на фиг. 6d, липсва каквато и да е подреденост на въглеродната фаза, наблюдават се тъмни и съвсем светли области, което ни дава основание да смятаме, че при висока концентрация на магнетитната фаза, тя прониква и изолира един от друг проводящите саждени агрегати. Този факт е от голямо значение за подобряване на микровълновите свойства на композитите, съдържащи този вид хибриден двуфазен пълнител, като същевременно представлява и предимство на метода за получаването им съгласно изобретението, даващ такава възможност.

Резултатите, посочени на фигури от 2 до 6 доказват, че частиците на магнетита категорично присъстват във въглеродната фаза на хибридният двуфазен пълнител, като са локализирани в повечето случаи по повърхността на саждените агрегати, като са ги изолирали един от друг, а в някои случаи са проникнали и във вътрешността им. Така създадения пълнител ще гарантира едновременно формирането както на високи магнитни, така и на високи диелектрични загуби в съдържащите го еластомерни композити, което е негово важно предимство с оглед обезпечаването на микровълновите им приложения.

Резултатите от охарактеризиране термостабилността и устойчивостта на окисляване на хибридният двуфазен пълнител съгласно изобретението чрез диференциално термичен /DTA/ и термогравиметричен анализ /TGA/ са показани в таблица 2.

Таблица 2. Характеристики на хибридни пълнители по данни от DTA и TGA

Характеристика	ССВ	Пример 1	Пример 2	Пример 3
Начало на загуби в маса, °C	130	355	379	410
Загуби в маса при 1000 °C, %	-98	-80	-64	-44
Температура на протичане на окисляването с максимална скорост, °C	430	440	460	510
Температура на пълно изгаряне, °C	550	560	584	599

С увеличаване на количеството на магнетитната фаза, пълнителите стават по-малко реактивни, поради което са необходими по-високи температури за протичане на окисляването с максимална скорост и за пълното им изгаряне, а загубите в маса намаляват.

Друго предимство съгласно изобретението е, че хибридните пълнители имат по-висока термична стабилност, отколкото изходните проводящи сажди.

Полученият съгласно изобретението хибриден двуфазен пълнител може да се използва при разработването на състави на основата на естествени и синтетични еластомери, които намират приложение в каучукопреработващата промишленост при производството на технически каучукови изделия, вкл. и такива с микровълново приложение.

Хибридният двуфазен пълнител, получен по метода съгласно изобретението е с по-добро изолиране на проводящите саждени клъстери един от друг, осигурява възможност за постигане на точно определено съотношение на компонентите, има по-висока термична стабилност, а освен това съдържат едновременно фази с високи магнитни и диелектрични загуби, което ги прави успешно приложими при производството на каучукови изделия с микровълново приложение.

Каучуковите смеси, съдържащи получения по изобретението хибриден двуфазен пълнител се изработват на открит каучуков смесител (валци) с размери: L/D 320x160 и фрикция 1,27 /L-дължина, D-диаметър на вала/. Оборотите на по-бавно въртящия се вал са 25 min⁻¹.

При изработването на каучуковите смеси преди въвеждането на ingredientите в тях, каучукът се пластицира за време от 6 min.

След пластицирането на каучука на 6-та минута се прибавят цинковият оксид, стеариновата киселина и една трета от хибридният двуфазен пълнител съгласно изобретението. След това се прибавя последователно втора трета на 15-та минута, и последната трета на 20-та минута от хибридният двуфазен пълнител. Накрая се прибавят сярата и ускорителя. След като ingredientите са погълнати от каучуковата матрица, сместа се срязва диагонално и получената ивица се кръстосва в противоположния край на валика. След това каучуковата смес се навива на руло и се прекарва през тесен процеп. Готовата смес се сваля от валците под формата на лист на 25-та минута и се оставя да престои 24 h, преди да бъде вулканизирана.

Вулканизацията се провежда на хидравлична преса с електрическо загряване при температура 150°C, при налягане 10,0 МПа в оптимумите на вулканизацията за всяка смес, определени с помощта на осцилиращ дисков вулканетър. Съставите на изследваните каучукови смеси, съдържащи пълнители съгласно примери 1-3 от изобретението са систематизирани в таблица 3.

Таблица 3. Състави на каучуковите смеси по примери 1-3 /в масови части на 100 масови части каучук/

	Ingredients	N0	N1	N2	N3
1.	NR (SMR-10)	100	100	100	100
2.	Stearic acid	2	2	2	2
3.	Zinc oxide	3	3	3	3
4.	CCB/M-0 /without magnetite/	70	-	-	-
5.	CCB/M-10	-	70	-	-
6.	CCB/M-30	-	-	70	-
7.	CCB/M-50	-	-	-	70
8.	TBBS ¹	1.5	1.5	1.5	1.5
9.	Sulfur	2	2	2	2

¹N-tert-butyl-2-benzothiazolesulfenamide

Микровълновите характеристики на композитите на еластомерна основа, съдържащи хибридни двуфазни пълнители, съгласно Примери 1-3 на изобретението, както и тези на изходните въглеродни сажди /за сравнение/ са показани на фиг. 7-9.

Доказано е, че в целия изследван честотен диапазон композитът с хибриден двуфазен пълнител по пример 1 показва много добри защитни свойства - има total shielding effectiveness в границите от 14,7 dB до 23,1 dB, което означава, че падащата електромагнитна мощност ще претърпи затихване от 30 до 200 пъти. Както може да се види от фигурите, по ефективност композитът N1 превъзхожда значително контролната проба N0, несъдържаща магнетит, при еднакви дебелини на композитите. В цялата честотна лента тефлонът не показва защитни свойства (SE) клони към нула, както и трябва да се очаква.

Добрите микровълнови свойства на композитите, съдържащи хибриден двуфазен пълнител, съгласно изобретението, се потвърждават и обясняват с резултатите от измерването на коефициента на затихване на електромагнитните вълни, както и на тангенсите от ъгъла на диелектричните им и магнитни загуби съответно на фиг. 10-12.

От фигурите е видно, че композитът с хибриден двуфазен пълнител съгласно пример 1 на изобретението има най-високи стойности на тангенса от ъгъла на диелектричните и магнитни загуби, най-висока стойност на коефициента на поглъщане (75 dB/cm) и най-висока тотална ефективност на електромагнитно екраниране /15-25/ dB в целия изследван честотен диапазон, даващи категорично възможност за микровълнови приложения. Тези добри свойства могат да се обяснят с наличието на две фази в хибридният пълнител, едната с високи диелектрични, а другата - с високи магнитни загуби /съответно въглеродните сажди и магнетита/, което е едно от най-важните предимства на пълнителите, получени съгласно изобретението.

Патентни претенции

1. Метод за получаване на хибриден двуфазен пълнител за еластomers на база въглеродни сажди и магнетит, характеризиращ се с това, че въглеродните сажди се импрегнират с етанолова суспензия на магнетит в топкова мелница, следва сушене на двуфазната смес до постигане на постоянно тегло, смилане на изсушения продукт в топкова мелница, термично активиране в специално конструиран за целта реактор под вакуум и последващо смилане на крайния продукт в топкова мелница, като метода протича при следните условия и етапи:

- първи етап- получаване на етанолова суспензия, чрез заливане на прахообразен магнетит с етилов алкохол и последващо хомогенизиране в продължение на 1 h;

- втори етап - импрегниране на въглеродните сажди с получената суспензия от етап едно и последващо третиране в продължение на 2 h в топкова мелница;

- трети етап - отдекантиране на етиловия алкохол и сушене на получената двуфазна смес за време 2 h при температура 50°C;

- четвърти етап - сушене при повишаване на температурата до 150°C до постигане на постоянно тегло;

- пети етап - смилане на изсушения продукт в топкова мелница в продължение на 2 h;

- шести етап - термично активиране на смления продукт в специално конструиран за целта реактор при температура 440°C в продължение на 2 h под вакуум 10^{-2} mm Hg стълб;

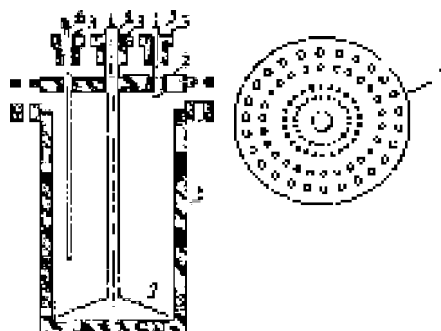
- седми етап - последващо смилане на крайния продукт в топкова мелница в продължение на 2 h.

2. Хибриден двуфазен пълнител съгласно претенция 1, характеризиращ се с това, че двуфазният пълнител съдържа импрегнирани с етанолова суспензия на магнетит въглеродни сажки, които са със съдържание на магнетит от /мас. %/ 5 до 50 % и въглеродни сажки от 95 до 50 %.

3. Хибриден двуфазен пълнител за еластомери съгласно претенция 1, характеризиращ се с това, че магнетитът е прахообразен и е със съдържание на SiO_2 - до 5%, размер на частиците до 50 микрона и плътност 4,8-5,2 g/cm³.

4. Хибриден двуфазен пълнител съгласно претенция 1, характеризиращ се с това, че има следните характеристики: специфична повърхност /BET/ 400-900 m²/g, йодно число - 370-750 mg/g, маслено число - 200-450 ml/100 g, обем на микропорите - 0,03-0,15 cm³ (STP)/g, диаметър на микропорите - 3-10 nm, пълен обем на порите, cm³ (STP)/g - 0,5-1,5; специфична повърхност на микропорите, m²/g, 50-90, външна специфична повърхност, m²/g, 400-900.

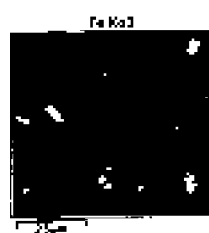
Приложение: 12 фигури



Фиг. 1



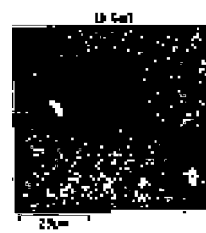
a)



b)

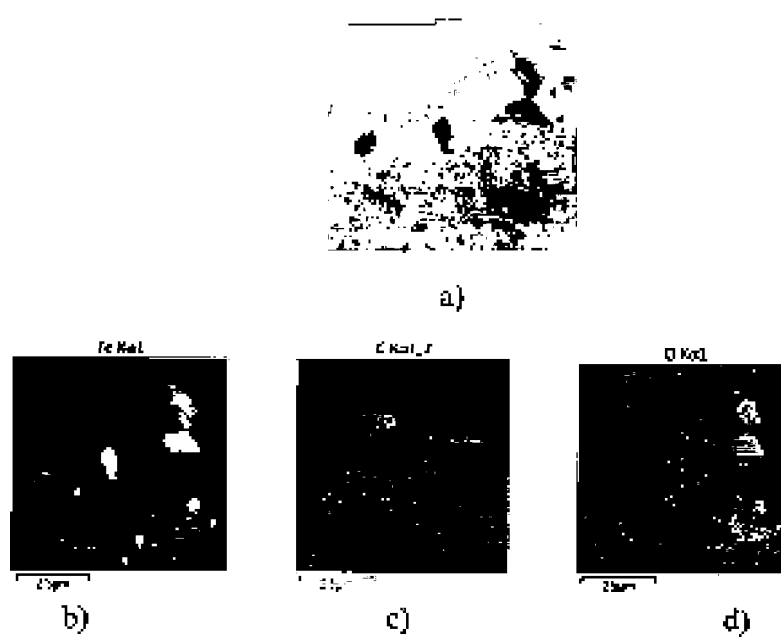


c)

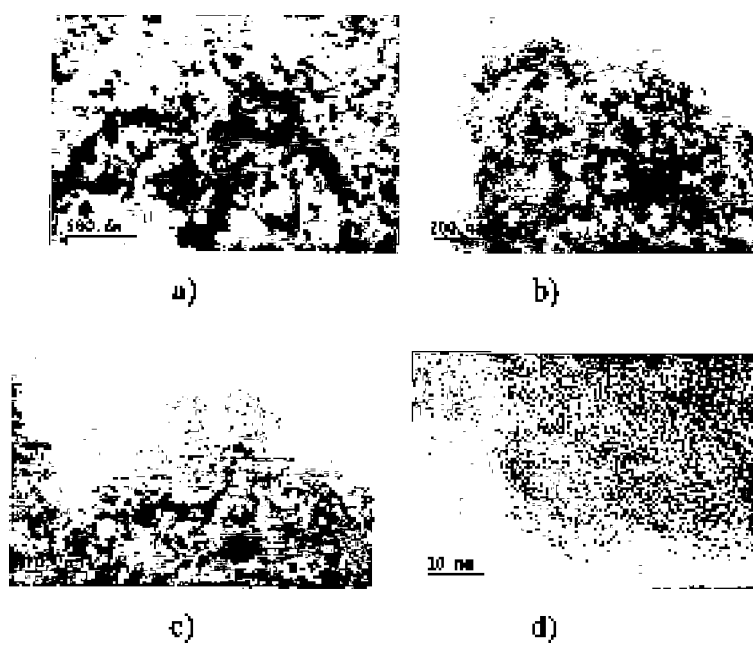


d)

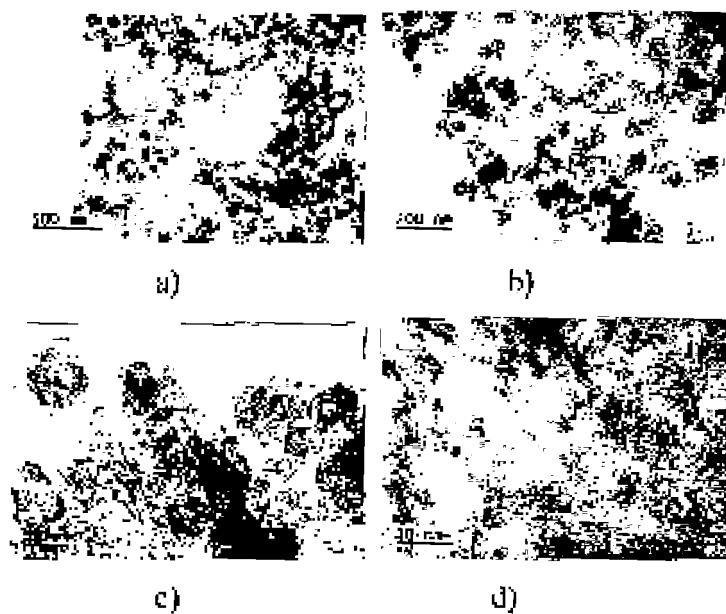
Фиг. 2



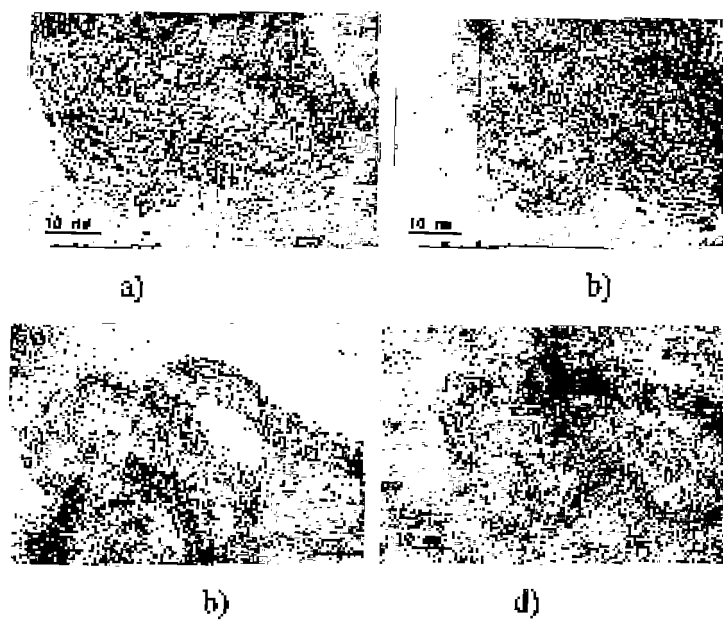
Фиг. 3



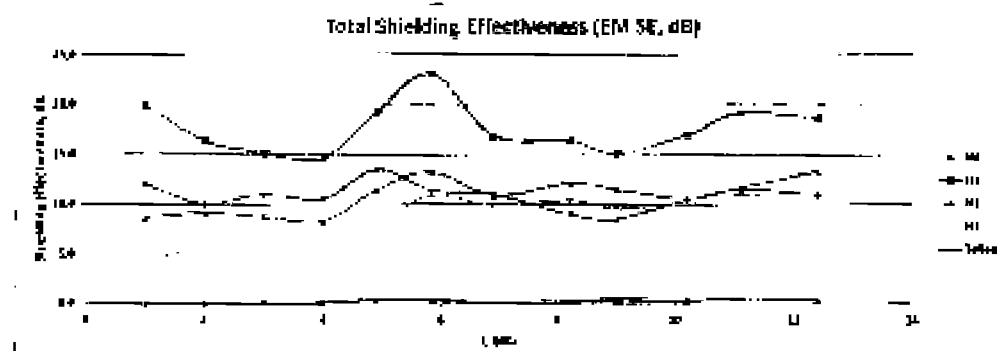
Фиг. 4



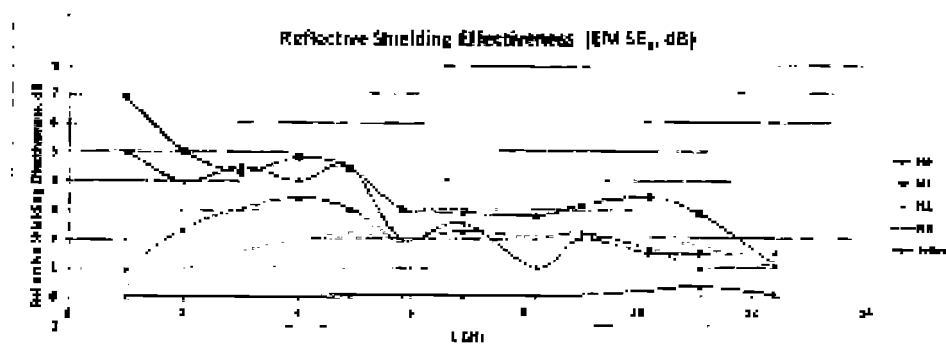
Фиг. 5



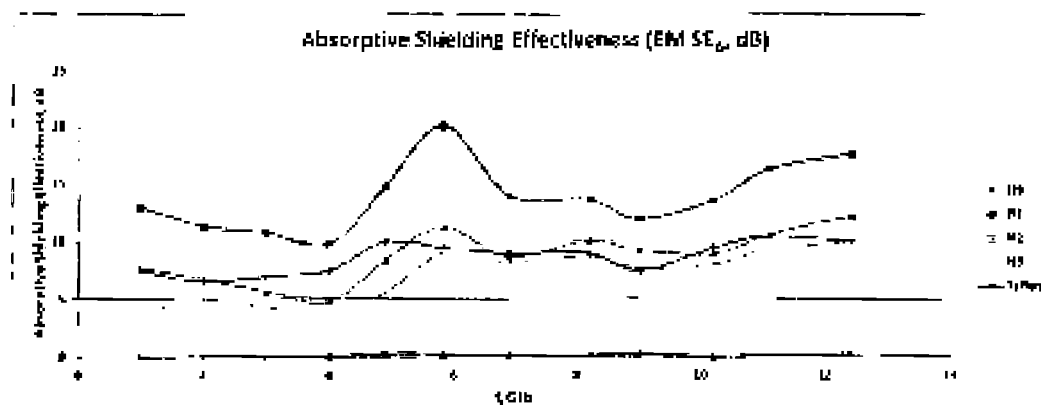
Фиг. 6



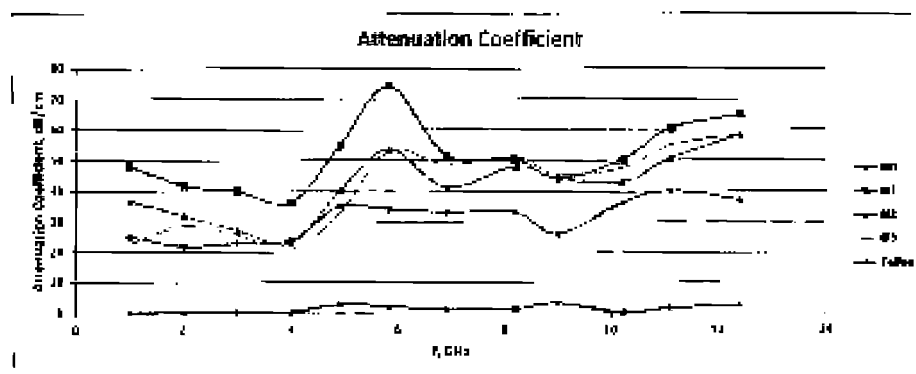
Фиг. 7



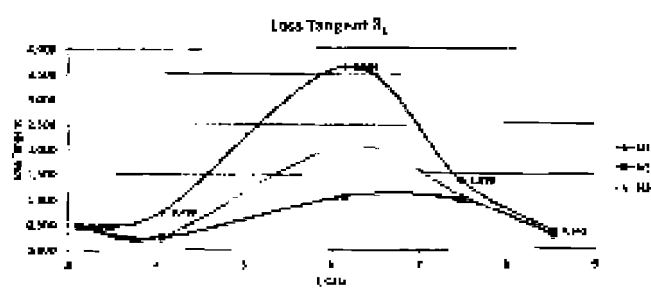
Фиг. 8



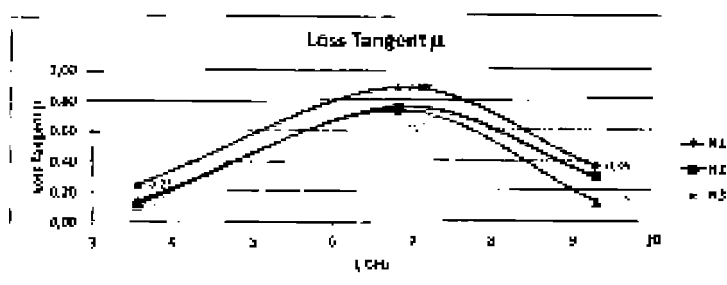
Фиг. 9



Фиг.10



Фиг.11



Фиг.12