

P0200589.

02170

73.898/ZSO

**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

12

Korom, annak alkalmazása és az előállítására szolgáló eljárás

KIVONAT

A jelen találmány tárgyát képezi maga a korom, annak előállítására szolgáló eljárás, valamint annak alkalmazása.

A találmány szerinti korom, amely $10\text{m}^2/\text{g}$ és $35\text{m}^2/\text{g}$ közötti CTAB-felülettel, $40\text{ml}/100\text{g}$ és $180\text{ml}/100\text{g}$ közötti DBP-abszorpció értékkel rendelkezik, ahol az aggregátumnagyság eloszlás $\Delta D50$ -értéke 340nm -nél nagyobb.

A találmány szerinti kormot olyan kazánreaktorban állítják elő, amelyben a cseppfolyós és a gázképző korom nyersanyagot a reaktor szűkületében porlasztják be.

A találmány szerinti kormot nyersgumi elegyekben, különösen extrudált idomokban alkalmazzák.

2002. 08. 08.

Ds.

P0200589

73.898/ZSO

S. B. G. & K.
Szabadalmi Ügyvivői Iroda
H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 461-1000, Fax: 461-1099



ÖZZETÉTELI PÉLDÁNY

A2

Korom, annak alkalmazása és az előállítására szolgáló eljárás

A jelen találmány tárgyát képezi maga a korom, annak előállítására szolgáló eljárás, valamint annak alkalmazása.

Az iparilag legfontosabb korom előállítási eljárások a szénttartalmú korom nyersanyagok oxidatív pirolízisén alapulnak. Ezek során a korom nyersanyagot magas hőmérsékleten oxigén jelenlétében nem tökéletesen égetik el. A korom előállítási eljárásoknak ehhez a csoportjához tartozik például a kazánkorom eljárás, a gázkorom eljárás és a lángkorom eljárás. Szénttartalmú korom alapanyagokként túlnyomórészt több magból álló aromás korom olajokat használnak fel. Az oxidatív pirolízis termékárama hidrogént és szénmonoxidot tartalmazó füstgázból és abban szuszpendált finomszemcsés koromból áll, amelyet a füstgázból szűrőberendezésben választunk el. Az így kinyert kormot azután a jobb kezelhetőség érdekében legnagyobb részben nedves- vagy száraz szemcsésítő (granulálási) eljárással gyöngy koromként készítjük el. A korom előállítási folyamatból származó nedvességtartalmát a befejező szárítási lépésben 1 tömeg % alá csökkentjük.

Az iparilag előállított korom fajták 90%-ban a gumikeverékek előállítása során töltőanyagként és erősítőként kerülnek felhasználásra. Egyik fontos alkalmazási terület a gépjárműgyártásban a nagy telítettségű tömítő, szigetelő idomok gyártása. Az ebbe a típusba tartozó jellegzetes gumikeverékek 20 tömeg % és 40 tömeg % közötti mennyiségben szintetikus nyersgumit, előnyösen EPDM-et, 20 tömeg % és 50 tömeg % kormot, ásványi olajat és további olyan segédanyagokat, mint a vulkanizálószerként alkalmazott kén vagy peroxid, tartalmaznak.

A különféle kormok specifikus tulajdonságaikkal befolyásolják az elegy viszkozitását, a fröccsöntési sebességet, valamint a fröccsöntési duzzadást, a töltőanyag diszperziót, a keménységet, a kompressziós képességet és ezeknek a tömitő, szigetelő idomoknak számos egyéb tulajdonságát.

Az idomok alapanyagául szolgáló elegyek esetében követelmény az alacsony fröccsöntési duzzadás, a nagy fröccsöntési sebesség és a jó diszpergálhatóság az előre megadott keménységnél. Mindez különösen gazdaságos idom előállítását tesz lehetővé.

Fontos befolyásoló tényező a fajlagos felület, különösen a CTAB-felület nagyság, amely a korom nyersgumiként ható felületrészének a mértéke. A CTAB-felület csökkenésével nő a fröccsöntési sebesség és a diszpergálhatóság.

További fontos korom paraméterek közé tartozik a DBP-abszorpció, mint a folyamat eredményeként kialakult szerkezet mérőszáma, valamint a 24M4-DBP-abszorpció, mint a korom mechanikai terhelést követően még megmaradó maradvány szerkezetének mértéke. Magas DBP mutatószámok jó diszpergálhatósághoz és alacsony fröccsöntési duzzadáshoz vezetnek.

Az idomok alapanyagául szolgáló elegyek esetében olyan kormok megfelelőek, amelyeknek CTAB-felülete $10\text{m}^2/\text{g}$ és $50\text{m}^2/\text{g}$ közötti érték, DBP-abszorpciós értéke pedig $80\text{ml}/100\text{g}$ és $160\text{ml}/100\text{g}$ közötti.

Az EP 0609433 számú európai szabadalmi leírásban alacsonyabb jódszámú és magasabb DBP értékkel rendelkező kazánkorom kerül ismertetésre.

Az alacsonyabb fajlagos felület és a magasabb szerkezeti mérőszám ellenére az ismert kormok hátránya a részlegesen kristályos szerkezetű EPDM típusokon alapuló rossz diszpergálhatóság a növekvő kritikus receptúrák esetében, amely gazdaságossági szempontból fokozottan rövidebb keverési időket okoz.

A jelen találmány kidolgozásakor azt a feladatot tűztük ki, hogy olyan kormot állítsunk elő, amely a gumi idomok alapanyagául szolgáló elegyben magasabb töltési fokozatnál gyorsabban és jobban diszpergálható, mint a hagyományos kormok és egyidejűleg gyors extrudálást és alacsony fröccsöntési duzzadást eredményez.

A jelen találmány tárgya $10\text{m}^2/\text{g}$ és $35\text{m}^2/\text{g}$ közötti, előnyösen $10\text{m}^2/\text{g}$ és $30\text{m}^2/\text{g}$ közötti CTAB-felülettel, $40\text{ml}/100\text{g}$ és $180\text{ml}/100\text{g}$ közötti, előnyösen $70\text{ml}/100\text{g}$ és



160ml/100g közötti DBP-abszorpciós értékkel rendelkező korom, amelyre jellemző, hogy az aggregátumnagyság eloszlás ΔD_{50} -értéke 340nm-nél nagyobb, előnyösen 400nm-nél nagyobb, különösen előnyösen pedig nagyobb, mint 500nm. Az aggregátumnagyság eloszlás minden értéke vonatkozik a tömegeloszlásra.

Az aggregátum nagyság eloszlás M-értéke (a D_w -ből és D_{mode} -ből képzett hányados) 2-nél nagyobb lehet, előnyösen nagyobb, mint 2,15, különösen előnyösen pedig nagyobb, mint 2,3. Az aggregátumnagyság eloszlás standard eltérése nagyobb lehet, mint 300nm. Az aggregátumnagyság eloszlás $D_{75\%}/D_{25\%}$ aránya nagyobb lehet, mint 0,24, előnyösen nagyobb, mint 0,35, különösen előnyösen nagyobb, mint 0,45. A $(\Delta DBP \times 100)/DBP^2$ arány nagyobb lehet, mint $0,29(\text{ml}/100\text{g})^{-1}$, előnyösen nagyobb, mint $0,30(\text{ml}/100\text{g})^{-1}$. A kormok kazánkormok lehetnek.

A találmány tárgyát képezi továbbá a találmány szerinti kormok előállítására szolgáló eljárás egy olyan reaktorban, amely a reaktor hosszanti tengelye mentén égető zónából, reakciózónából és bontó zónából áll, az eljárás során az égési alapanyagot oxigéntartalmú gázból teljes égéssel elégetjük az égetési zónában forró füstgázok áramát hozva létre, majd az égetési zónából a füstgázt a reakciózónán át a lebontó zónába vezetjük, a reakciózónában a korom nyersanyagokat bekeverjük a forró füstgázba és a bontó zónában víz bekeverésével leállítjuk a korom képződést, amelyre az jellemző, hogy a cseppfolyós és a gázhalmazállapotú korom nyersanyagot a reaktor szűkületben porlasztjuk be. A korom nyersanyagokat sugárirányú fúvókákon át porlasztjuk be. 2-64 darab, előnyösen 8-32 darab, különösen előnyösen 12-16 darab sugárirányú porlasztó fúvókát alkalmazunk. Az olaj befecskendező fúvókák gázbevezető fúvókákhoz viszonyított számaránya 4 : 1, előnyösen 1 : 1 lehet. Az olaj befecskendező fúvókákat és a gázbevezető fúvókákat elrendezhetjük váltakozva. Emellett az olaj befecskendező fúvókák és gázbevezető fúvókák benyúlási mélységei különbözőek lehetnek.

A cseppfolyós korom nyersanyag beporlasztásához alkalmazhatunk túlnyomást, gőzt vagy préslevegőt, valamint a nyersanyag reaktorban történő eloszlása történhet gáz halmazállapotú formában.

Előnyösen a gázformájú korom nyersanyag éppúgy, mint a cseppfolyós halmazállapotú betáplálható egyidejűleg a reaktor szűkületnél.

Ennek megfelelően a korom alkotórészei között megtalálhatók a gázból képződő és a folyadékból képződő összetevők egyaránt.

Meglepő módon a reaktor szűkületben viszonylag kis gázmennyiségek nyersanyagként történő hozzáadása egyértelműen csökkentőleg hat a korom fajlagos felületére. Következésképpen a találmány szerinti módon mérsékelt olajmennyiségeknél viszonylag egyszerűen és gritmentesen állíthatunk elő $20\text{m}^2/\text{g}$ -nál kisebb fajlagos felületű kormokat. Ráadásul a koromolajjal összehasonlítva eltérő pirolízis kinetikája következtében a földgáz különlegesen széles aggregátumnagyság eloszlást eredményezhet.

A levegő felesleg jellemzésére szolgáló mérőszámként gyakran alkalmazzuk az úgynevezett K-faktort. K-faktor alatt az égési alapanyag elégetéséhez sztöchiometriailag szükséges levegőmennyiségnek a ténylegesen elégetést eredményező levegőmennyiséghez viszonyított arányát értjük. Amikor a K-faktor értéke 1, akkor sztöchiometriai elégésről beszélhetünk. Levegő felesleg alkalmazása esetén a K-faktor értéke kisebb, mint 1. Emellett, ahogyan az ismert kormok esetében, 0,2 és 0,9 közötti F-faktorokkal dolgozhatunk. Előnyösen munkánk során 0,2 és 0,5 közötti K-faktorokkal jellemezhető anyagösszetételt is alkalmazhatunk.

Folyékony korom alapanyagként cseppfolyós alifás vagy aromás, telített vagy telítetlen szénhidrogéneket vagy ezeknek a szénhidrogéneknek az elegyeit, kőszénkátrány vagy pakura (maradékolaj) desztillátumokat, amelyek a kőolaj frakciók katalitikus krakkolásakor, illetve az ásványolaj vagy gázolaj krakkolásával történő olefin előállítás során keletkeznek.

Gáz halmazállapotú korom nyersanyagként gáz formájú alifás, telített vagy telítetlen szénhidrogéneket vagy azok elegyeit vagy földgázt használunk fel.

Az ismertetett eljárás a reaktor geometriáját tekintve nem korlátozódik csupán egy konkrét megvalósítási módra. Ez az eljárás sok más különböző reaktor típus esetében és reaktor méretnagyság mellett alkalmazható.



Korom nyersanyag porlasztóként alkalmazhatunk túlnyomással működő porlasztót (egyalkotós porlasztó) éppúgy, mint belső vagy külső elegyítésű kétalkotós porlasztót, amely utóbbi esetében porlasztó közegként a gáz halmazállapotú korom nyersanyagot használhatjuk fel. A cseppfolyós korom nyersanyagnak a gáz halmazállapotú korom nyersanyaggal alkotott, fentiekben ismertetett kombinációja előállítható például a folyékony korom nyersanyaghoz használt gáz halmazállapotú anyag porlasztó közegként történő alkalmazásával.

A folyékony korom nyersanyag porlasztásához felhasználható kétalkotós porlasztó rendszer is. Miközben az egyalkotós porlasztásnál a reaktor áthaladási teljesítményének változása a cseppnagyság változásához vezethet, a kétalkotós (két összetevős) porlasztásnál az áthaladási teljesítménytől függetlenül tovább lehet befolyásolni a cseppnagyságot.

A koromolaj és az olyan gáz halmazállapotú szénhidrogének, mint a metán, nyersanyagként történő egyidejű alkalmazásakor a gáz halmazállapotú szénhidrogéneket a koromolajtól oly módon választhatjuk el, hogy annak adagját saját gázadagoló fúvókájából injektáljuk a forró füstgáz áramába.

A találmány szerinti korom erősítő töltőanyagként alkalmazható gumielegegyekben, különösen extrudált idomokban (különbféle szelvényekben és munkadarabokban),

A találmány tárgyát képezik továbbá azok a nyersgumi elegyek, amelyekre jellemző, hogy azok nyersgumiból, a találmány szerinti koromból, adott esetben tetszőleges kovásvából, organoszilánból és/vagy további nyersgumi segédanyagokból állnak.

A találmány tárgyát képező nyersgumi elegyek előállítására alkalmasak a természetes nyersgumi (kaucsuk) mellett a szintetikus nyersgumik is. Előnyös szintetikus kaucsukok sorába tartoznak például a W. Hofmann, Kautschuktechnologie, Genter Verlag, Stuttgart 1980. irodalmi publikációban ismertetett vegyületek. Ezek magukban foglalnak egyebek között

polibutadiént (BR)

poliizoprént (IR)

1-60 tömeg% közötti, előnyösen 5-50 tömeg% közötti, sztírol/butadién kopolimerizátumot (SBR),
izobutilén/izoprén-kopolimerizátumot (IIR),
5-60 tömeg% közötti, előnyösen 10-50 tömeg% közötti akrilnitril tartalmú butadién/acrilnitril kopolimert (NBR),
etilén/propilén/dién-kopolimerizátumot (EPDM),
valamint ezeknek a nyersgumiknak az elegyeit.

A találmány szerinti nyersgumi elegyek tartalmazhatnak olyan további nyersgumi segédanyagokat, mint az egyéb reakció gyorsítók, reakció lassítók, öregedésgátló szerek, stabilizátorok, feldolgozási segédanyagok, lágyítók, viaszok, fénoxidok, valamint olyan aktiválószerke, mint a trietanolamin, polietilén-glikol, hexántriol, amelyek a gumiiparban ismertek.

A nyersgumi segédanyagot szokásos mennyiségben alkalmazzuk, amely többek között a felhasználási célhoz igazodik. A nyersgumi mennyiségére vonatkoztatva például 0,1 tömeg% és 50 tömeg% közötti szokásos mennyiségek kerülnek felhasználásra.

Térhálósítószerként kén, szerves kén donorok vagy gyökképzők szolgálnak. A találmány szerinti nyersgumi elegyek tartalmazhatnak még ezen túlmenően vulkanizáció gyorsítókat.

Megfelelő vulkanizáció gyorsítók közé tartoznak például a merkaptobenzotriazol, a szulfén-amid, a guanidin, a tiurám, a ditiokarbamát, a tiokarbamid és a tiokarbonát.

A vulkanizáció gyorsítók és a térhálósítószerke a nyersgumi összes mennyiségére vonatkoztatva 0,1-10 tömeg%, előnyösen 0,1-5 tömeg% közötti mennyiségben alkalmazhatók.

A nyersgumi töltőanyaggal, adott esetben nyersgumi segédanyagokkal és organoszilánnal való összekeverését olyan hagyományos keverő berendezésekben, mint a dobhengerek, zárt keverőedények és keverő extruderek, hajtjuk végre. Szokásos módon ezeket a nyersgumi elegyeket zárt keverőedényben állítjuk elő, ahol

mindenekelőtt egy vagy több egymást követő termomechanikai keverési lépésben a nyersgumikat, a találmány szerinti kormot, adott esetben a kovasavat és az organoszilánt, valamint a nyersgumi segédanyagokat 100°C és 170°C közötti hőmérsékleten összekeverjük. Emellett az egyes komponensek hozzáadásának sorrendje és időpontja befolyásolja döntően a kapott elegy tulajdonságait. Az így kapott nyersgumi elegyet ezután szokásos módon egy zárt keverőedényben vagy egy dobhengerben 40-110°C közötti hőmérsékleten a térhálósító vegyszerekkel elegyítjük és az azt követő eljárási lépéshez, mint például a formázáshoz és vulkanizáláshoz, szükséges úgynevezett nyers eleggyé feldolgozzuk.

A találmány szerinti nyers elegyek vulkanizálása 80°C és 200°C közötti hőmérsékleten, előnyösen 130°C és 180°C közötti hőmérsékleten, adott esetben 1×10^6 Pa és 2×10^7 Pa közötti nyomás alatt történik.

A találmány szerinti nyersgumi elegyek alkalmasak formatestek, például légtömítő abroncsok, abroncs futófelületek, kábel köpenyek, tömlők, hajtószíjak, szállítószalagok/hevederek, forgó betétek/betétek, bélések, abroncsok, cipőtalp, tömítőgyűrűk, idomok és csillapító, tompító elemek előállítására.

A találmány szerinti korom javított diszperziós tulajdonsággal és alacsony fröccsöntési duzzadással rendelkezik, továbbá magasabb töltési fokozata miatt gazdaságosabb.

A találmány szerinti kormok kis viszkozitású gumielegegyekben különösen kedvező diszperziós viselkedésükkel tűnnek ki.

Kiviteli példák

A mellékelt 1. ábrán bemutatott korom reaktorban egy sor találmány szerinti koromféleséget állítunk elő.

Az 1. ábrán a kazán reaktor hosszanti metszetét mutatjuk be. A korom reaktorban található egy égetőkamra, amelyben a korom olajok pirolíziséhez szükséges forró folyamatgázt a földgáz fölös mennyiségű levegő oxigén adagolásával történő elégetésével állítjuk elő.

Az égetéshez szükséges levegő és az égetésre szánt anyagok bevezetése az égetőkamra homlokfalában található 1 nyílásokon keresztül történik. Az égetőkamra kúpszerűen kiképezve szűkületbe torkollik. A korom alapanyagot a 2 sugárirányú fűvókán keresztül porlasztjuk be a szűkületbe. A szűkületen való áthaladást követően a reakciógázelegy a reakciókamrába expandál.

A bontási zónában 3 kvencselő víz fűvókákon keresztül vizet porlasztunk be.

Az alkalmazott reaktorok méreteit az alábbi összeállítás alapján választhatjuk meg:

	I	II
Az égetőkamra legnagyobb átmérője	930mm	1143mm
Az égetőkamra szűkületig terjedő részének hossza	2127mm	1985mm
Az égetőkamra kúp alakú részének hossza	1307mm	1180mm
A szűkület átmérője	114mm	260mm
A szűkület hossza	80mm	320mm
A reakciókamra átmérője	875mm	1400mm
A kvencselő víz fűvóka maximális helyzete ¹⁾	9705mm	14750mm

¹⁾ a szűkületbe való belépéstől mérve (+: belépés után -: belépés előtt)

A találmány szerinti kormok előállításához elégetésre kerülő anyagként földgázt és 91,3 tömeg% szenet és 7,87 tömeg% hidrogént tartalmazó korom olajat használunk fel.

A találmány szerinti kormok előállításakor beállított reaktor paramétereiket az 1. táblázatban adjuk meg. Hat különböző korom féleséget állítunk elő (R1-től R6-ig). Az előállítási körülmények különösen a szűkületbe beinjektálásra kerülő korom olajok és földgázok mennyiségét illetően különböznek.

Az előállított koromféleségeket a jellemzők megállapítása előtt és a azoknak a gumi keverékekbe a szokásos eljárás szerint történő bekeverését megelőzően nedvesen habosítjuk.

1. táblázat

Reaktor		I				II	
reaktorparaméter	egység	R1	R2	R3	R4	R5	R6
betáplált levegő	Nm ³ /h	1800	1800	1800	1800	6800	5300
a betáplált levegő							
hőmérséklete	°C	492	490	496	520	640	520
égési alapanyag							
(földgáz)	Nm ³ /h	67	67	67	67	108	155
korom olaj	Kg/h	730	830	675	780	3950	3150
korom olaj							
hőmérséklet	°C	148	116	118	121	170	170
földgázáram a							
szűkületben	Nm ³ /h	10	10	10	10	140	160
adalékanyag							
(K ₂ CO ₃)	g/h	-	-	15	-	-	-
a kvencselő víz							
fúvóka helyzete ¹⁾	mm	9705	8290	9705	8290	14750	14750

1) a szűkületbe történő belépés helyétől mérve

Az előállított koromféleségek korom-analitikai adatait az alábbi szabványok szerint határozzuk meg:

CTAB-felület:	ASTM D-3765
jódszám	ASTM D 1510
STSA	ASTM D 4820/5816
DBP-abszorpció:	ASTM D-2414
24M4-DBP-abszorpció:	ASTM D-3493

A mérési adatokat az alábbi 2. táblázat tartalmazza. A Δ DBP értéket a 24M4-DBP-abszorpciós érték DBP-abszorpciós értékből történő kivonásával számítjuk ki.

Az aggregátumnagyság eloszlási görbe meghatározásához a Brookhaven cég által gyártott Rotlich diódával ellátott BI-DCP tárcsás centrifugát használunk. Ezt a készüléket speciálisan az extinkció mérésekből a finom eloszlású szilárdanyagok aggregátumnagyság eloszlási görbéjének meghatározásához került kifejlesztésre és az aggregátumnagyság eloszlás meghatározására automatikus mérő- és kijelző programmal rendelkezik.

A mérések elvégzéséhez legelőször is 200ml etanolból, 5 csepp ammónia oldatból és 0,5g triton X-100-ból diszpergáló oldatot készítünk, majd az elegy térfogatát ásványi anyagoktól mentes vízzel 1000ml-re egészítjük ki. Emellett 0,5g Triton X-100-ból és 5 csepp ammónia oldatból szpin folyadékot készítünk, amelynek térfogatát, ahhoz ásványi anyagoktól mentes vizet öntve, ugyancsak 1000ml-re növeljük. .

Ezután 20mg kormot 20ml diszpergáló oldattal kezelünk és egy hűtő fürdőben 4,5 percen keresztül 100Wattos ultrahang teljesítménnyel (80%-os pulzálás) az oldatban szuszpendáljuk.

A tulajdonképpeni mérések megkezdése előtt a centrifugát 30 percen keresztül 11000^{-1} fordulatszámmal üzemeltetjük. Az abban forgó korongra 1ml etanolt spriccelünk és azután óvatosan 15ml szpin folyadékkal alárétegezzük. Körülbelül 1 perc elteltével 250ml korom szuszpenziót spriccelünk bele és a készülék mérési programját elindítjuk és a szpin folyadékot a centrifugában 50ml dodekánal fölülrétegezzük. Minden egyes mérésre kerülő minta esetében a meghatározást kétszer végezzük el.

Ezután következik az alapzaj figyelembevételével és automatikus alapvonal illesztéssel a nyers adatgörbe kiértékelése a műszer számítógépes programjával.

A ΔD_{50} érték az aggregátumnagyság eloszlás görbe fél csúcsmagasságánál mért szélessége. A D_w érték az aggregátumnagyság eloszlás tömeg középértéke. A D_{mode} érték a legnagyobb gyakorisággal előforduló aggregátumnagyság (az aggregátumnagyság eloszlási görbe csúcsmaximuma). Az M érték a D_w és a D_{mode} értékek hányadosa. A $D_{75\%/25\%}$ arányt annak a részecskeátmérőnek, amelyhez képest a kisebb részecskék aránya 75% és a nagyobb részecskék aránya 25%, valamint annak

a részecskeátmérőnek, amelyhez képest kisebb részecskék aránya 25% és a nagyobb részecskék aránya 75%, a hányadosaként számítjuk ki az összes tömeg aggregátumnagyság eloszlást tekintve.

2. táblázat

		I				II	
korom		R1	R2	R3	R4	R5	R6
CTAB	m ² /g	20	17	19	25	18	18
jódszám	mg/g	18	16	16	24	14	14
STSA	m ² /g	19	16	18	24	16	16
DBP	ml/100g	141	118	79	149	131	138
CDBP	ml/100g	76	76	60	79	73	75
ΔDBP	ml/100g	65	42	19	70	68	73
ΔDBP/DBP		0,46	0,36	0,24	0,47	0,52	0,53
<u>ΔDBP×100</u>	(ml/100g) ⁻¹						
DBP ²		0,33	0,30	0,30	0,32	0,40	0,38
D _w	nm	523	555	558	429	511	497
D _{mód}	nm	153	161	317	195	223	213
M érték		3,42	3,45	2,2	2,94	2,29	2,33
ΔD50	nm	576	621	512	437	398	350
s	nm	307	326	287	267	304	317
D 75%/25%		2,54	2,57	2,58	2,48	2,45	2,49

Példa

A kaucsuk keverékek esetében használt receptúrát az alábbi 3. táblázatban adjuk meg. A táblázatban használt phr egység 100 egység felhasznált nyerskaucsukra vonatkoztatott tömegrészeket jelent. A kaucsuk keverékek és azok vulkanizált elegyei előállítására szolgáló általános eljárás a következő szakkönyvben kerül ismertetésre: "Rubber Technology Handbook", W. Hofman, Hanser Verlag 1994.

Az 1 referencia korom jódszáma 21,7mg/g, CTAB = 24,3m²/g, DBP = 115,9ml/100g , CDBP = 78,0ml/100g, a $\Delta D50$ érték pedig = 296nm.

3. táblázat

anyag	C1 (phr)	C2 (phr)
1. szakasz		
Buna Ep G 5455	150	150
1 referencia korom	130	-
R1 korom	-	130
ZnO	5	5
sztearinsav	2	2
Lipoxol 4000 (PEG)	5	5
paraffinolaj	50	50
2. szakasz		
1. szakaszban kapott sarzs		
MTB	1	1
TBzTD	1,2	1,2
Renocure TP/S	2	2
kén	1,5	1,5

A Bayer AG által előállított polimer EP G 455 esetében egy EPDM polimerről van szó.

Az 1 referencia korom az EB 160, a Degussa AG által hagyományos módon előállított kazánkorom.

A Hüls AG által gyártott Lipoxol 4000 (PEG) polietilén-glikol-aktiválószer.

A Sun Oil Company (Belgium) N. V. által készített paraffinolaj lágyítóolaj.

A Bayer AG által gyártott MBT (Vulkazit Mercapto C) vulkanizáció gyorsító.

Az AkzoChemie GmbH által gyártott TBzTD (PerKacit TBzTD) második vulkanizáció gyorsító.

A Rhein Chemie Rheinau GmbH által gyártott Renocure TP/S egy vulkanizáció gyorsító.

A 4. táblázatban megadott keverék összetételnek megfelelő nyersgumi elegyeket állítunk elő egy zárt keverőedényben.

4. táblázat

1. szakasz

Beállítások

keverőberendezés	Werner & Pfleiderer GK 1,5E
fordulatszám	60min ⁻¹
dugattyúnyomás	5,5 x 10 ⁵ Pa
űrtérfogat,	1,58 liter
töltési fok	0,56
reakciót hőmérséklet	70°C
az elegyítés menete	
0 - 1 perc között	Buna EP G 5455. Korom ZnO, sztearinsav, paraffin olaj
1 perc	tisztítás, lipoxol 4000
1 - 5 perc között	keverés
5 perc	kihajtás
szarzs hőmérséklet	110-130°C
tárolás	24 óra szobahőmérsékleten

2. szakasz

Bállítások

keverőberendezés	Werner & Pfleiderer GK 1,5E
fordulatszám	50min ⁻¹
dugattyúnyomás	5,5 x 10 ⁵ Pa
űrtérfogat	1,58liter
töltési fok	0,54
reakciót hőmérséklet	70°C

az elegyítés menete

0 - 2 perc	1. szakaszban kapott sarzs, MBT, TBzTD, kén, Renocure TP/S
2 perc	kihajtás
sarzs hőmérséklet	60-105°C

Az alábbi 5. táblázatban a gumiteszteléshez szükséges módszereket foglaltuk össze.

5. táblázat

fizikai tesztelés	Szabvány/feltételek
ML 1+4, 100°C	DIN 53523/3, ISO 667
gyűrű szakítóvizsgálat, 23°C	DIN 53504, ISO 37
szakítószilárdság (Mpa)	
terhelésértékek (Mpa)	
szakadási nyúlás (%)	
Shore -A-keménység, 23°C (SH)	DIN 53 505
labda visszapattanás, 23°C (%)	ASTM D 5308
Phillips diszperzió ()	ISO/DIS11345
érdesség diszperzió / topográfia	a DE-PS 19917975 szabvány szerint

A példában a C1 referencia elegyet a találmány szerinti R1 kormot tartalmazó C2 keverékkel hasonlítjuk össze.

A 6. táblázatban mutatjuk be a gumitechnikai vizsgálat eredményeit. Az elegyek 12 percen belül 170°C-os hőmérsékleten vulkanizálódnak.

6. táblázat

		C1	C2
ML (1+4)	(MU)	48	49
Shore-A-keménység	(SH)	56	56
szakítószilárdság	(MPa)	8, 7	8, 2

		C1	C2
terhelésérték 100%	(MPa)	2, 3	2, 1
terhelésérték 300%	(MPa)	7, 3	6, 7
szakadási nyúlás	(%)	380	390
labda visszapattanás	(%)	59,3	60,1
Phillips diszperzió	()	6	8
érdesség diszperzió/topográfia			
Ra	[μ m]	0,764	0,234
Pc	[1/cm]	30	1
2-5 μ m csúcsok száma	[-]	224	16
5-10 μ m csúcsok száma	[-]	71	5
10-15 μ m csúcsok száma	[-]	10	0
>15 μ m csúcsok száma	[-]	5	0
csúcsfelület	[%]	9	0,8

Ahogy az a 6. táblázat adataiból világosan kitűnik, a C2 találmány szerinti korom felhasználásával készült elegy diszperziója számottevően jobb minőségű a C1 összehasonlító elegyhez képest.

Szabadalmi igénypontok

1. Korom, amely $10\text{m}^2/\text{g}$ és $35\text{m}^2/\text{g}$ közötti CTAB-felülettel, $40\text{ml}/100\text{g}$ és $180\text{ml}/100\text{g}$ közötti DBP-abszorpciós értékkel rendelkezik, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az aggregátumnagyság eloszlás $\Delta D50$ -értéke 340nm -nél nagyobb.
2. Az 1. igénypont szerinti korom, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy aggregátumnagyság eloszlás M értéke nagyobb, mint 2.
3. Az 1. igénypont szerinti korom, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az aggregátumnagyság eloszlás standard eltérése nagyobb, mint 300nm
4. Az 1. igénypont szerinti korom, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az aggregátumnagyság eloszlás $D75\%/D75\%$ aránya nagyobb, mint 0,24.
5. Az 1. igénypont szerinti korom, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a $\Delta\text{DBP}/\text{DBP}$ arány, nagyobb, mint 0,35.
6. Az 1. igénypont szerinti korom, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a $(\Delta\text{DBP} \times 100)/\text{DBP}^2$ arány nagyobb, mint $0,29(\text{ml}/100\text{g})^{-1}$.
7. Eljárás az 1. igénypont szerinti korom előállítására egy olyan reaktorban, amely a reaktor hosszanti tengelye mentén égető zónából, reakciózónából és bontó zónából áll, az eljárás során az égési alapanyagot oxigéntartalmú gázból teljes égéssel elégetjük az égetési zónában forró füstgázok áramát hozva létre, majd a füstgázt az égetési zónából a reakciózónán át a lebontó zónába vezetjük, a reakciózónában a korom nyersanyagokat bekeverjük a forró füstgázba és a bontó zónában víz bekeverésével leállítjuk a korom képződést, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a cseppfolyós és a gázhalmazállapotú korom nyersanyagot a reaktor szűkületben porlasztjuk be.

8. A 7. igénypont szerinti korom előállítási eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a korom nyersanyagokat sugárirányú fűvókákon át porlasztjuk be.

9. Az 1. igénypont szerinti korom alkalmazása gumikeverékekben erősítőkoromként.

10. Az 1. igénypont szerinti korom alkalmazása extrudált idomokban erősítőkoromként.

11. Nyersgumi elegyek, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy azok nyersgumiból, a találmány szerinti koromból, adott esetben tetszőleges kovasavból, organoszilánból és/vagy további nyersgumi segédanyagokból állnak.

2002. 08. 08.
DS

A meghatalmazott:



Szentpéteri Zsolt
szabadalmi ügyvivő
az S.B.G. & K. Szabadalmi Ügyvivői Iroda
tagja
H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 461-1000 Fax: 461-1099