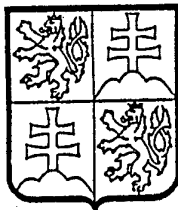


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu :

276 953

(21) Číslo přihlášky : 4527-90
(22) Přihlášeno : 18.09.90
(30) Prioritní data :

(40) Zveřejněno : 14.10.92
(47) Uděleno : 24.08.92
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 14.10.92

(13) Druh dokumentu : B6

(51) Int. Cl.⁵ :

D 06 P 1/52
D 06 P 1/58
D 06 P 1/62
D 06 P 1/651
C 09 D 17/00

(73) Majitel patentu : KAUCUK, s.p., Kralupy nad Vltavou, CS;
Růžička Jan ing., Kralupy nad Vltavou, CS

(72) Původce vynálezu : Pavlíček Jiří ing., Kralupy nad Vltavou, CS; Bittner Stanislav ing., Kralupy nad Vltavou, CS; Večerka František ing., Mělník, CS; Kovařík Jan, Kralupy nad Vltavou, CS; Marsa Jaroslav, Kralupy nad Vltavou, CS; Tomíček Vladimír, Kralupy nad Vltavou, CS; Růžička Jan ing., Kralupy nad Vltavou, CS; Peigel Pavel, Kralupy nad Vltavou, CS;

(54) Název vynálezu : Předsměs pro barvení polystyrenových plastů se zlepšenou dispergovatelností

(57) Anotace :

Předsměs pro barvení polystyrenových plastů se zlepšenou dispergovatelností se skládá z organického barviva nebo pigmentu, polyetyleny, směsi mono-, di- a triglyceridů mastných kyselin, sodné soli kyseliny dodecylbenzensulfonové a polystyrenového plastu. Směs vykazuje zvýšenou dispergovatelnost pigmentů, při dalším zpracování dochází ke snadnějšímu rozrušení agregátů pigmentových částic, což je doprovázeno zvýšením kryvosti pigmentu, snížením propustnosti světla a zlepšením lesku.

Vynález se týká předsměsi pro barvení polystyrenových plastů. Předsměs zajišťuje zlepšenou dispergovatelnost barviva v základním polymerním substrátu při současném zvýšení lesku výlisků a zachování dobré houževnatosti.

Polystyrenovými plasty se rozumí polyvinylaromatické hmoty, v jejichž řetězci se opakují strukturní stavební jednotky $-CH_2-CH_2-X$, kde X je aryl. K polyvinylovým hmotám řadíme také houževnaté polyvinylaromatické hmoty. Houževnatou polyvinylaromatickou hmotou se rozumí polystyren, který jako modifikující složku obsahuje nenasycený elastomer v množství 1 až 15 % hmot.

Pro barvení plastů, včetně polystyrenových hmot se používají:

- barviva rozpustná (organického typu),
- barviva nerozpustná - pigmenty (zpravidla anorganické, ale také organické sloučeniny),
- speciální aditiva (kovové prášky a podobně).

Vnášení těchto přísad se v technické praxi obvykle neprovádí přímým dávkováním do polymerního substrátu, ale ve dvou technologických stupních tak, že se připraví barevná předsměs, která se v dalším kroku dávkuje do polymerního materiálu. Předsměs je zpravidla tvořena disperzí čistého barviva v polymerním nosiči, který dále obsahuje změkčovadlo a další přísady. Pro předsměs je nejdůležitější, aby bylo dosaženo optimální dispergovatelnosti barviva nebo pigmentu. Některé pigmenty, zejména červené, se vyznačují vysokou schopností ke tvorbě agregátů pigmentových částic, které jsou při obvyklém zpracování na běžných vytlačovacích nebo vstřikovacích strojích obtížně dispergovatelné. Tyto agregáty potom vytvářejí na povrchu výlisků silně difuzně odrazný a opticky drsný povrch, který se projevuje proměnlivou intenzitou odraženého světla. Dochází ke speklóvému efektu, kdy se intenzita lesku mění od bodu k bodu, dochází k rapidnímu zhoršení vzhledových vlastností výrobků. Tento negativní jev bývá často doprovázen vznikem tzv. tokových drah na povrchu výlisků, které znehodnocují vzhledové vlastnosti výrobků. Nerovnoměrná dispergace barviva vede k poklesu pevnostních charakteristik výlisků, kdy agregáty plní funkci koncentrátorů napětí v polymerní matici a přispívají k iniciaci a růstu trhlin.

Z morfologického hlediska jsou barviva nebo pigmenty tvořeny:

- nejmenšími částicemi pigmentů,
- agregáty,
- aglomeráty,
- flokuláty.

Je známo, že optimální dispergace se dosahuje vhodnou sestavou strojního zařízení, volbou šneků, statickými vestavbami v plastikační zóně extruderů, předřazením mísičů, rychlomísičů a podobně. Dále je známo, že dispergaci je možno pozitivně ovlivnit přidávkou tzv. dispergačních přísad.

Klasifikace míry dispergovatelnosti je experimentálně nároč-

né. U transparentních materiálů, například standartního polystyrenu, je možno použít metodu měření propustnosti světelného toku, obvykle na fotometrickém principu. Pro hodnocení stupně dispergovatelnosti v houževnatých polyvinylaromatických hmotách, například houževnatém polystyrenu je možno použít světelnou mikroskopii v kombinaci s fázovým kontrastem, rastrovací a prozařovací elektronové mikroskopie, kontaktní rentgenové mikrografie a podobně. Pro rychlé hodnocení kvality dispergace se osvědčila metoda mikroskopického hodnocení v procházejícím světle, kdy preparát je tenká fólie připravená z hodnoceného materiálu. Použitím této metody bylo možno sledovat úroveň dispergace pigmentu při barvení polysterenových plastů včetně vlivu složení předsměsi na stupeň homogenity rozptýlení barviva v polymerní matici.

Nedostatečná úroveň dispergace se projevuje vznikem agregátů, speklovým efektem, v mezních případech potom vznikem "závojů" na povrchu výlisků. Nerovnoměrný stupeň dispergace má negativní dopad na kvalitu výsledného barevného odstínu, jeho brilanci, kryvost, popřípadě transparentci. Aglomeráty barviva působí v polymerní matici jako poruchová centra s negativním dopadem na fyzikálně-mechanické vlastnosti konečného výrobku.

Tyto nevýhody odstraňuje předsměs pro barvení polystyrenových plastů spočívající v tom, že se skládá z 10 až 15 dílů organického barviva popřípadě anorganického pigmentu na polymerním nosiči, z 0,5 až 8 hmot. dílů polyetylenu s tavným indexem 10 až 25g/10 min, z 0,005 až 0,5 hmot. dílů směsi mono-di a tri-glyceridů mastných kyselin, z 0,00005 až 0,005 hmot. dílů sodné soli kyseliny dodecylbenzensulfonové kyseliny a polystyrenového polymeru doplněného do 100 hmot. dílů předsměsi. Směs může dále obsahovat další běžné přísady jako například antioxydanty, maziva, retardéry hoření, modifikátory houževnatosti a podobně.

Směs podle vynálezu vykazuje zvýšenou dispergovatelnost pigmentů, při dalším zpracování dochází k snadnějšímu rozrušení agregátů pigmentových částic, což je doprovázeno zvýšením kryvosti pigmentu, snížením propustnosti světla a zlepšením lesku. Zvýšenou dispergací použitím uvedené předsměsi je možno vysvětlit vzájemnou interakcí kompozitních přísad se solí dodecylbenzensulfonové kyseliny.

Směs podle vynálezu vykazuje při mikroskopickém hodnocení výrazně zlepšenou dispergaci, dosahuje se lepší homogenity pro barvení. Se směsí se dobře manipuluje, vykazuje dobrou transportovatelnost. Při použití směsi podle vynálezu je možno použít organického barviva, popřípadě i anorganické pigmenty s nižší krycí mohutností. Jejich negativní dopad na vybarvitelnost je zcela kompenzováno dokonalou dispergací podle vynálezu.

Výhody směsi jsou dokumentovány následujícími příklady.

Příklad 1

Pro barvení polystyrenu na červený odstín bylo použito pigmentované barvivo (dále jen "červené barvivo") skládající se ze tří složek:

- a) červených perylenových pigmentů,
- b) pigmentů na bázi titanátů kovů,
- c) resinolové orange

v předsměsi o složení:

- polystyren,
- barevný koncentrát,
- polyetylen,
- Polynol A,
- dodecylbenzensulfonan sodný.

"Červené barvivo" bylo v rychlomísiči smícháno s dalšími složkami receptury (přehled složení je uveden v tabulce 1). Vyrobená předsměs byla dávkována do pomaluběžného mísiče v poměru, aby obsah červeného barviva byl vždy 1 % na výslednou směs. Směs byla homogenizována vytlačováním na extruzní lince za podmínek:

- teplota pod násypkou 160 °C,
- teplota plastikační zóny 185 °C,
- teplota na hlavě extruderu 220 °C.

Vlastnosti získaného granulátu jsou uvedeny v tabulce 2.

Charakteristiky použitých surovin:

- standardní polystyren perlový d střední 0,42 mm
tavný index 15,7 g/10 min
- blokový houževnatý polystyren sypná hmotnost 550 kg/m³
tavný index 3,8 g/10 min
- houževnatý polystyren perlový d střední 0,34 mm
tavný index 3,7 g/10 min
- Polynol A
Bílá až slabě nažloutlá látka ve formě prášku, teplota tání min. 65 °C, jodové číslo max. 5. Obsahuje minimálně 90 % monoglyceridů mastných kyselin, cca 5 % diglyceridů, cca 1 % triglyceridů, max. 3 % volného glycerolu a max. 1 % volných mastných kyselin.
- Polyetylen
Barevný prášek, velikost zrn se pohybuje mezi 30 až 500 um
sypná hmotnost 300 až 350 kg/m³
tavný index 17 g/10 min
měrná hmotnost 915 až 918 kg/m³
molekulová hmotnost 150 až 250 kg/mol
- Dodecylbenzensulfonát sodný
Mírně nažloutlý prášek nebo šupinky, obsah aktivní složky 92,5 % hmot., slabě hyroskopický charakter.

Tabulka 1

Složka	jednotky	b ě ž n ý p o s t u p		
		stand.PS	HPS perlový	HPS blokový
		1	2	3
červené barvivo	% hmot.	12,5	12,5	12,5
polyetylen	% hmot.	-	-	-
polynol A	% hmot.	-	-	-
dodecylbenzen-sulfonan sodný	% hmot.	-	-	-
polystyren		87,5	87,5	87,5
Celkem		100,00	100,00	100,00
PS stand.	% hmot.	-	-	-
HPS perle	% hmot.	-	-	-
HPS blokový	% hmot.	-	-	-

Tabulka 1 - pokrač.

Postup podle výsledku											
4	5	6	7	8	9	10	11	12			
12,5	12,5	12,5	10	15	10	15	10	15			
1	1	1	0,5	8	0,5	8	0,5	8			
0,05	0,05	0,05	0,005	0,5	0,005	0,5	0,005	0,5			
0,005	0,005	0,005	0,00005	0,0005	0,00005	0,0005	0,00005	0,0005			
-	-	-	-	-	-	-	-	-			
86,445	-	-	89,49495	76,4995	-	-	-	-			
-	86,445	-	-	-	89,49495	76,4995	-	-			
-	-	86,445	-	-	-	-	89,49495	76,4995			
100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00			

Tabulka 2

č. pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
sledovaný parametr												
stupeň disperze ČSN 64 0315	C	D	D	A	A	A	B	B	B	B	B	B
tavný index g/10 ČSN 64 0861	15,7	3,7	3,8	18,0	4,0	4,5	17,5	26,1	4,1	6,5	4,5	7,1
lesk, % ISO 2813	78,5	11,0	9,0	92,0	19,5	20,0	84,5	89,0	14,0	18,0	17,0	19,0
rázová houževnatost ₂ ČSN 64 0612 kJ/m	27,0	100,0	150,0	30,0	95,0	146,5	25,1	20,5	95,0	70,0	145,0	120,0
tepelná odolnost ČSN 64 0521 metoda B	83,0	90,0	86,0	82,5	88,0	85,5	83,0	79,0	88,0	83,5	86,0	81,5

Poznámka:

Stupeň disperze je klasifikován třídami A až D; třída A obsahuje nejmenší počet aglomerátů, přičemž jejich velikost se pohybuje v rozmezí 30 až 50 um. Třída D obsahuje shluky o rozměrech, které jsou větší než 70 um.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

Předsměs pro barvení polystyrenových plastů se zlepšenou dispergovatelností, zvýšenou krycí mohutností k dosažení vyššího lesku, vyznačená tím, že se skládá z 10 až 15 hmotnostních dílů organického barviva a/nebo anorganického pigmentu, na polymerním nosiči, z 0,5 až 8 hmotnostních dílů polyetylenu s tavným indexem 10 až 25 g/10 min, z 0,005 až 0,5 hmotnostních dílů směsi mono-, di- a tri- glyceridů mastných kyselin, z 0,00005 až 0,005 hmotnostních dílů alkalické soli, s výhodou sodné, kyseliny dodecylbenzensulfonové, do 100 hmotnostních dílů obsahuje polystyrenový polymer.

Konec dokumentu
