



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00247**

(22) Data de depozit: **06/04/2015**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/08/2019** BOPI nr. **8/2019**

(41) Data publicării cererii:
28/10/2016 BOPI nr. **10/2016**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **VULUGA ZINA,
ALEEA DEALUL MĂCINULUI NR.7, BL.D 34,
SC.B, ET.2, AP.22, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **SÂNPOREAN CĂTĂLINA- GABRIELA,
BD. MĂRĂȘTI NR. 19, AP. 2, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **IORGA MICHAELA DOINA,
STR. AGATHA BĂRSESCU NR. 10, BL. V19,
AP. 8, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **PANAITESCU DENIS MIHAELA,
PIAȚA KOGĂLNICEANU NR. 8, SC. B,
ET. 6, AP. 35, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,
RO;**

• **COROBEA MIHAI COSMIN,
BD. ION MIHALACHE NR. 47, BL. 16A,
SC. A, ET. 4, AP. 9, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **FLOREA DOREL, STR EMIL RACOVITA
NR.2, BL.R18, AP.9, SECT.4, BUCUREȘTI,
B, RO;**
• **IANCU STELA, STR.CLUJ NR.81, BL.9,
SC.C, ET.5, AP.95, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **DULDNER MONICA-MIRELA,
CALEA MOȘILOR NR.262, BL.8, SC.B,
ET.7, AP.53, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B,
RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**ZINA VULUGA, DENIS MIHAELA
PANAITESCU, CONSTANTIN RADOVICI,
CRISTIAN NICOLAE, MICHAELA DOINA
IORGA, "EFFECT OF SEBS ON
MORPHOLOGY, THERMAL, AND
MECHANICAL PROPERTIES OF
PP/ORGANOCLAY NANOCOMPOSITES",
POLYM. BULL., VOL. 69,
PP. 1073-1091, 2012**

(54) **CONCENTRAT PENTRU ÎMBUNĂTĂȚIREA REZISTENȚEI
LA ȘOC A POLIPROPILENEI CU FIBRĂ DE STICLĂ,
ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A ACESTUIA**



RO 131445 B1

1 Invenția se referă la o compoziție a unui concentrat pe bază de elastomer
termoplastic și nanosilicat stratificat natural din categoria smectitelor stratificate 2:1, sau din
3 categoria caolinitelor stratificate 1:1, destinat obținerii unor compozite pe bază de
polipropilenă conținând fibră de sticlă, la un procedeu de obținere a acestuia și la un
5 procedeu de utilizare a respectivului concentrat pentru îmbunătățirea rezistenței la șoc a
compozitelor pe bază de polipropilenă, copolimer cu curgere ridicată, conținând 20...40%
7 fibră de sticlă, utilizabile la obținerea de repere pentru industria auto.

Polipropilena (PP) este un polimer de mare tonaj, cu caracteristici performante, fiind
9 utilizată pe scară largă în numeroase domenii. Cu toate acestea, aplicațiile sale ingineresti
sunt limitate de rezistența slabă la impact, în special la temperaturi scăzute. Îmbunătățirea
11 rezistenței la impact a PP se poate obține prin adaosul de 10...20% elastomeri, dar în
detrimentul rigidității și a rezistenței, care scad simultan. Brevetul **EP 1814946 B1** descrie
13 o metodă de obținere a unui concentrat pe bază de elastomer termoplastic de tip cauciuc
butadien stirenic și diferite umpluturi organice sau anorganice alese dintre faină de lemn,
15 TiO₂, talc, cretă, caolin, negru de fum, hidroxid de aluminiu, hidroxid de magneziu, nitrit de
aluminiu, alumino silicat etc. Ca agent de dispersie a umpluturii, se recomandă ceara de
17 polietilenă sau stearați. Totodată, brevetul descrie un procedeu de utilizare a concentratului
ca modificador de șoc pentru diferiți polimeri termoplastici (polimeri și copolimeri stirenici-
19 ABS, ASA, GPPS, HIPS). În brevetul **EP 2380926 A1**, este descrisă o metodă de
îmbunătățire a rigidității și a transparenței polipropilenei copolimer prin utilizarea unui
21 concentrat obținut pe bază de polipropilenă (homopolimer sau copolimer) și un agent de
nucleere. Pentru realizarea compoziției, polipropilena trebuie să aibă anumite proprietăți
23 (distribuție de masă moleculară, indice de curgere, densitate, temperatură de topire etc.),
care se obțin în condiții specifice de polimerizare și de compoundare cu anumiți aditivi în
25 extruder dublu șnec. În ultimii 15 ani, nanocompozitele pe bază de PP și nanoargile au
câpătat o importanță deosebită deoarece, doar cu 5...10% nanoumplură, uniform
27 dispersată și orientată, se poate obține o creștere a tuturor proprietăților PP. Este necesară,
pe de o parte, modificarea suprafeței nanoargilei hidrofile pentru a o face mai hidrofobă și,
29 pe de altă parte, este necesară utilizarea unor agenți de compatibilizare pentru dispersia
uniformă a nanoargilei în matricea de PP nepolară. Cel mai adesea se utilizează PP
31 modificată cu anhidridă maleică, care reduce diferența de polaritate dintre PP și
nanoumplură. Brevetul **WO 2009/080208 A1** descrie o compoziție pe bază de PP, cu
33 proprietăți îmbunătățite la șoc (rezistență la șoc îmbunătățită la temperaturi scăzute) și
performanțe electrice, care conține o matrice pe bază de PP homo- sau copolimer și o fază
35 dispersă pe bază de PP homo- sau copolimer cu grupări de siliciu hidrolizabil, și o
nanoumplură cu grupări silanol care este puternic întrepătrunsă în faza dispersă.
37 Procedeu de obținere a compoziției este relativ laborios și implică o reacție de grefare sau
de copolimerizare pentru obținerea fazei disperse. În brevetul **WO 2010067955 A2**, este
39 descrisă o compoziție de concentrat cauciuc/nanoargilă utilizată la obținerea unui compozit
PP/cauciuc/nanoargilă cu rezistență înaltă la tracțiune și șoc, și o metodă de obținere a
41 concentratului cauciuc/nanoargilă, utilizând un polimer modificat cu conținut ridicat de
anhidridă maleică și un compatibilizator. Metoda de obținere a concentratului cauciuc/
43 nanoargilă previne scăderea modulului la încovoiere cauzat de adaosul de cauciuc în PP și
îmbunătățește rezistența la șoc. Cauciucul este selectat dintre copolimer polipropilenă-
45 etilenă, copolimer polietilenă-octenă, copolimer polietilenă-butadienă și EPDM. Nanoargila
este modificată organic cu ioni de oniu în spațiul interlamelar, de exemplu montmorillonit
47 modificat cu săruri cuaternare de alchil amoniu. Compozitul rezultat prezintă o rezistență la
șoc Izod de cca 60 kJ/m², la un conținut de cauciuc de 20...25%, dar un modul la încovoiere

RO 131445 B1

de maximum 1900 MPa, valoare insuficientă pentru multe aplicații. Pentru aplicații în sectorul auto sunt necesare valori ridicate atât pentru rezistența la tracțiune și modulul de elasticitate, cât și pentru rezistența la șoc, fiind de preferat un echilibru între rigiditatea și tenacitatea materialului. Creșterea importantă a rigidității PP se obține, de obicei, prin adaosul de fibră de sticlă, ceea ce are ca efect reducerea substanțială a ductilității la tracțiune și a rezistenței la șoc. La utilizarea fibrelor de sticlă ca agenți de ranforsare, ranforsarea se produce, de exemplu, datorită reacției de cuplare chimică dintre compușii organosilanici utilizați pentru modificarea suprafeței fibrei și grupările carboxil ale poliiolefinei carboxilate sau maleinizate adăugate ca agent de compatibilizare (**US 5910523**). Totuși, acest procedeu necesită o chimie specifică, iar ductilitatea este slabă.

Avantajul invenției este că, în compoziția concentratului, sunt aleși componenți care sunt amestecați într-un raport, într-o ordine și în niște condiții astfel stabilite încât, prin amestecare cu polipropilenă cu curgere ridicată conținând 20...40% fibră de sticlă, să producă un efect sinergetic în creșterea proprietăților.

Problema tehnică pe care le rezolvă invenția constă în realizarea unui concentrat pe bază de elastomer termoplasic și un nanosilicat stratificat natural din categoria smectitelor stratificate 2:1, sau din categoria caolinitelor stratificate 1:1, și a unui procedeu pentru obținerea concentratului sub formă granulară, în care nanosilicatul stratificat este uniform dispersat, ca urmare a adeziunii puternice la interfața elastomer/nanosilicat stratificat. Pentru realizarea adeziunii la interfață, se utilizează nanosilicați stratificați organofilizați cu săruri cuaternare de alchil amoniu, agenți de compatibilizare sau de dispersie (polimeri funcționali sau ionomeri oligotereftalici). Raportul dintre componenți, ordinea de amestecare și condițiile de compoundare sunt stabilite astfel încât compozitul final conținând fibră de sticlă, obținut prin amestecarea concentratului cu polipropilenă și fibră de sticlă, să aibă o rezistență la șoc îmbunătățită cu 100...200%, la un conținut de elastomer termoplastic de numai 20%, fără ca modulul de elasticitate și rezistența la tracțiune să scadă semnificativ față de compozitul fără concentrat. Ca urmare a efectului sinergetic dintre fibra de sticlă și componenții concentratului, odată cu creșterea conținutului de fibră de sticlă din compozit se obține o creștere a tuturor proprietăților.

Compoziția pentru realizarea concentratului pentru îmbunătățirea rezistenței la șoc a polipropilenei copolimer, cu indice de curgere în topitură ridicat, ICT de 80...100 g/10 min și cu un conținut de 20...40% fibră de sticlă tratată cu silan, pe bază de elastomer termoplastic și nanosilicat stratificat natural, din categoria smectitelor stratificate 2:1, sau din categoria caolinitelor stratificate 1:1, conform invenției, este constituită din următoarele componente, exprimate în procente gravimetrice:

a) 60...95% elastomer termoplastic de tip tribloc copolimer liniar poli[stiren-b-(etilenă-co-butilenă)-b-stiren], cu 29...30% unități stirenice, utilizat ca atare sau în amestec 19:1 cu dibloc copolimer liniar ales dintre stiren-butadien-stiren cu 30% unități stirenice și 35% unități vinilice și stiren-izopren-stiren cu 30% unități stirenice;

b) 4,3...40% nanosilicat stratificat organofilizat cu sare cuaternară de alchil amoniu, ales dintre montmorillonit organofilizat, modificat cu agent de dispersie ionomer oligotereftalic în raport 3:1 și haloisit organofilizat;

c) 0...10,6% agent de compatibilizare polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică;

d) 0,3%, față de elastomerul termoplastic, antioxidant 2,6-di-terț-butol-4-metilfenol.

Procedeu pentru obținerea concentratului constă în aceea că nanosilicatul stratificat organofilizat se usucă 3 h la 80°C și apoi, într-un amestecător intensiv, se introduce montmorillonitul organofilizat și sub agitare se încorporează în fir subțire ionomerul

RO 131445 B1

1 oligotereftalic, încălzit la 50...60°C, se continuă amestecarea timp de 15 min și rezultă
2 montmorillonitul organofilizat modificat. Apoi, într-un amestecător rotativ gravitațional, se
3 amestecă elastomerul termoplastic cu antioxidantul, cu agentul de compatibilizare și cu
4 montmorillonitul organofilizat modificat sau cu haloisitul organofilizat, timp de 15...20 min,
5 după care amestecul final rezultat se omogenizează în topitură într-un extruder dublu șnec,
6 echisens, la o turație a melcilor principali de 220...330 rpm și o temperatură pe capul de
7 extrudare de 160...180°C; firele extruse sunt răcite într-o baie de apă și apoi sunt granulate
8 într-un granulator montat în flux cu extruderul.

9 Procedeul de utilizare a concentratului, pentru îmbunătățirea rezistenței la șoc a
10 polipropilenei copolimer, cu indice de curgere în topitură ridicat, ICT de 80...100 g/10 min și
11 cu un conținut de 20...40% fibră de sticlă tratată cu silan, constă în aceea că, înainte de
12 utilizare, granulele de concentrat se usucă 2 h la 80°C și apoi, într-un amestecător rotativ
13 gravimetric, se amestecă timp de 15...20 min, în proporție de 21...33,5%, cu polipropilenă
14 copolimer cu ICT 80...100 g/10 min, cu 0...2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă
15 maleică și cu 20...40% fibră de sticlă tratată cu silan, după care amestecul final rezultat se
16 omogenizează în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor
17 principali de 220...330 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 160...180°C.

18 Aplicarea invenției conduce la următoarele avantaje:

19 - obținerea unui concentrat sub formă granulară care se dispersează ușor și uniform
20 într-o matrice de polipropilenă cu 20...40% fibră de sticlă;

21 - amestecarea concentratului cu polipropilenă copolimer și 20...40% fibră de sticlă
22 permite obținerea unor compozite cu rezistență la șoc îmbunătățită cu 100...200%, fără
23 scăderea rigidității acestora cu mai mult de 15...30%;

24 - amestecarea concentratului cu polipropilenă copolimer și 20...40% fibră de sticlă
25 permite obținerea unor compozite polimerice cu proprietăți îmbunătățite care își găsesc
26 utilizări în industria auto, precum și în alte domenii, pentru obținerea de repere mai ușoare
27 și cu rezistență mecanică înaltă, capabile să înlocuiască reperele din metal;

28 - procedeul conform invenției este simplu și se aplică pe utilaje tipice de
29 compoundare mase plastice, similare celor din dotarea producătorilor de profil.

30 Nanosilicatul stratificat 2:1, SSO, utilizat în această invenție, este un montmorillonit
31 natural, organofilizat prin reacție de schimb cationic cu o sare cuaternară de amoniu, și
32 anume clorură de dimetil sau dihidrogenat de amoniu, caracterizat printr-un spațiu bazal de
33 2,5...3,4 nm.

34 Nanosilicatul stratificat 1:1, NTS, utilizat în această invenție, este un haloisit natural
35 cu morfologie tubulară, modificat (organofilizat) cu o sare cuaternară de alchilamoniu.
36 Nanotuburile au diametre mai mici de 100 nm și lungimi cuprinse între 200 nm și 2 μm.

37 Elastomerul termoplastic, SEBS, utilizat în această invenție, este un tribloc copolimer,
38 linear poli[stiren-b-(etilenă-co-butilenă)-b-stiren] cu 29...30% unități stirenice, Mn ~ 79000,
39 densitatea 0,91 g/cm³, și indicele de curgere în topitură, ICT = 5,0 g/10 min (230°C/5 kg).
40 Ionomerul oligotereftalic utilizat în prezenta invenție este un ester tereftalic oligomer
41 funcționalizat cu grupări OH și SO₃⁻Na⁺, conform cererii de brevet **RO 128907 A2**.

42 Matricea polimerică, PP, utilizată pentru diluția concentratului obținut conform
43 invenției este o polipropilenă copolimer cu curgere înaltă, cu ICT 80...100 g/10 min
44 (230°C/2,16 kg).

45 Fibra de sticlă utilizată în această invenție este tip E acoperită cu silan.

46 Proprietățile la tracțiune ale compozitelor s-au determinat conform ISO 527, la 23°C
47 și 50% umiditate relativă, cu 50 mm/min pentru rezistența la tracțiune și 2 mm/min pentru
modulul de elasticitate, utilizându-se câte 5 epruvete pentru fiecare test, din fiecare probă.

RO 131445 B1

Rezistența la șoc Izod, crestat s-a măsurat conform ISO 180, utilizându-se câte 5 epruvete pentru fiecare probă.	1
Invenția va fi explicată mai în detaliu prin următoarele 5 exemple de realizare:	3
Exemplul 1	
Într-un amestecător rotativ gravitațional, s-a amestecat SEBS cu 0,3% 2,6-Di-terț-butil-4-metilfenol (față de SEBS) și cu 40% SSO modificat (30% SSO și 10% agent de dispersie), obținut în prealabil într-un amestecător intensiv, prin amestecarea SSO, care a fost uscat 3 h la 80°C, cu ionomerul oligotereftalic funcționalizat cu grupări OH și SO ₃ ⁻ Na ⁺ , încălzit în prealabil la 50...60°C și încorporat în fir subțire sub agitare. Amestecul rezultat s-a omogenizat în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor principali de 330 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 175 ± 5°C. Firele extruse au fost răcite într-o baie de apă și apoi au fost granulate într-un granulator montat în flux cu extruderul. Concentratul, sub formă de granule, s-a uscat 2 h la 80°C, după care 33,4% s-a amestecat, într-un amestecător rotativ gravimetric, cu polipropilenă copolimer cu ICT de 80...100 g/10 min, cu 2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și cu 20% fibră de sticlă, apoi s-a omogenizat în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor principali de 330 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 175 ± 5°C. S-a obținut un compozit, pe bază de PP copolimer, cu 20% SEBS, 20% fibră de sticlă tratată cu silan, 10% montmorillonit organofilizat, 2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și 3,3% ionomer oligotereftalic. Compozitul final prezintă o rezistență la șoc îmbunătățită cu 100% și o rezistență și un modul de elasticitate diminuate cu 30%, față de compozitul fără concentrat.	5 7 9 11 13 15 17 19 21
Exemplul 2	23
Procedeele de obținere a concentratului a fost similar cu cel descris în exemplul 1 cu deosebirea că SEBS-ul s-a amestecat cu 6,3% SSO modificat (4,7% SSO și 1,6% agent de dispersie). Concentratul, sub formă de granule, s-a uscat 2 h la 80°C, după care 21,4% s-a amestecat, într-un amestecător rotativ gravimetric, cu polipropilenă copolimer cu ICT de 80...100 g/10 min, cu 2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și cu 20% fibră de sticlă tratată cu silan, și apoi s-a omogenizat în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor principali de 220 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 175 ± 5°C. S-a obținut un compozit pe bază de PP copolimer cu 20% SEBS, 20% fibră de sticlă, 1% montmorillonit organofilizat, 2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și 0,33% ionomer oligotereftalic. Compozitul final prezintă o rezistență la șoc îmbunătățită cu 130% și o rezistență și un modul de elasticitate diminuate cu 25% față de compozitul fără concentrat.	25 27 29 31 33 35
Exemplul 3	
Într-un amestecător rotativ gravitațional, s-a amestecat SEBS cu dibloc copolimer liniar ales dintre stiren-butadien-stiren cu 30% unități stirenice și 35% unități vinilice (SBS), în raport 19:1, cu 0,3% 2,6-Di-terț-butil-4-metilfenol (față de amestecul SEBS-SBS) și cu 5% NTS, uscat în prealabil 3 h la 80°C. Amestecul rezultat s-a omogenizat în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor principali de 220 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 160 ± 5°C. Firele extruse au fost răcite într-o baie de apă și apoi au fost granulate într-un granulator montat în flux cu extruderul. Concentratul, sub formă de granule, s-a uscat 2 h la 80°C, după care, 21,1% s-a amestecat, într-un amestecător rotativ gravimetric, cu polipropilenă copolimer cu ICT de 80...100 g/10 min, cu 2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și cu 20% fibră de sticlă tratată cu silan, apoi s-a omogenizat în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor principali de 220 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 175 ± 5°C. S-a obținut un compozit	37 39 41 43 45 47

RO 131445 B1

1 pe bază de PP copolimer cu 20% (SEBS-SBS), 20% fibră de sticlă, 2,5% polipropilenă
2 grefată cu 1,5% anhidridă maleică și 1% nanotub de silicat. Compozitul final prezintă o
3 rezistență la șoc îmbunătățită cu 175%, iar rezistența și modulul de elasticitate scad cu 20%
și respectiv 25%, față de compozitul fără concentrat.

5 **Exemplul 4**

6 Într-un amestecător rotativ gravitațional, s-a amestecat SEBS cu 0,3% 2,6-Di-terț-
7 butil-4-metilfenol (față de SEBS), cu 10,6% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică
și cu 4,3% NTS, uscat în prealabil 3 h la 80°C. Amestecul rezultat s-a omogenizat în topitură
9 într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor principali de 220 rpm și o
temperatură pe capul de extrudare de 160 ± 5°C. Firele extruse au fost răcite într-o baie de
11 apă și apoi au fost granulate într-un granulator montat în flux cu extruderul. Concentratul, sub
formă de granule, s-a uscat 2 h la 80°C, după care 23,6% s-a amestecat, într-un amestecător
13 rotativ gravimetric, cu polipropilenă copolimer cu ICT de 80...100 g/10 min și cu 30% fibră
de sticlă tratată cu silan, apoi s-a omogenizat în topitură într-un extruder dublu șnec,
15 echisens, la o turație a melcilor principali de 220 rpm și o temperatură pe capul de extrudare
de 175 ± 5°C. S-a obținut un compozit pe bază de PP copolimer cu 20% SEBS, 30% fibră
17 de sticlă, 2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și 1% nanotub de silicat.
Compozitul final prezintă o rezistență la șoc îmbunătățită cu 100%, iar rezistența și modulul
19 de elasticitate scad cu 25% și respectiv 15%, față de compozitul fără concentrat.

21 **Exemplul 5**

22 Într-un amestecător rotativ gravitațional, s-a amestecat SEBS cu 0,3% 2,6-Di-terț-
butil-4-metilfenol (față de SEBS) și cu 5% NTS, uscat în prealabil 3 h la 80°C. Amestecul
23 rezultat s-a omogenizat în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a
melcilor principali de 220 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 160 ± 5°C. Firele
25 extruse au fost răcite într-o baie de apă și apoi au fost granulate într-un granulator montat
în flux cu extruderul. Concentratul, sub formă de granule, s-a uscat 2 h la 80°C, după care
27 21,1% s-a amestecat, într-un amestecător rotativ gravimetric, cu polipropilenă copolimer cu
ICT de 80...100 g/10 min, cu 2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și cu 30%
29 fibră de sticlă tratată cu silan, apoi s-a omogenizat în topitură într-un extruder dublu șnec,
echisens, la o turație a melcilor principali de 220 rpm și o temperatură pe capul de extrudare
31 de 175 ± 5°C. S-a obținut un compozit pe bază de PP copolimer cu 20% SEBS, 30% fibră
de sticlă, 2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și 1% nanotub de silicat.
33 Compozitul final prezintă o rezistență la șoc îmbunătățită cu 200%, iar rezistența și modulul
de elasticitate scad cu 8% și, respectiv, 3%, față de compozitul fără concentrat.

RO 131445 B1

Revendicări

1. Compoziție pentru realizarea concentratului pentru îmbunătățirea rezistenței la șoc a polipropilenei copolimer, cu indice de curgere în topitură ridicat, ICT de 80...100 g/10 min, și cu un conținut de 20...40% fibră de sticlă tratată cu silan, pe bază de elastomer termoplastice și nanosilicat stratificat natural, din categoria smectitelor stratificate 2:1, sau din categoria caolinitelor stratificate 1:1, **caracterizată prin aceea că** este constituită din următoarele componente, exprimate în procente gravimetrice:
- a) 60...95% elastomer termoplastice de tip tribloc copolimer liniar poli[stiren-b-(etilenă-co-butilenă)-b-stiren], cu 29...30% unități stirenice, utilizat ca atare sau în amestec 19:1 cu dibloc copolimer liniar ales dintre stiren-butadien-stiren cu 30% unități stirenice și 35% unități vinilice, și stiren-izopren-stiren cu 30% unități stirenice;
 - b) 4,3...40% nanosilicat stratificat organofilizat cu sare cuaternară de alchil amoniu, ales dintre montmorillonit organofilizat, modificat cu agent de dispersie ionomer oligotereftalic în raport 3:1 și haloisit organofilizat;
 - c) 0...10,6% agent de compatibilizare polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică;
 - d) 0,3%, față de elastomerul termoplastice, antioxidant 2,6-di-terț-butil-4-metilfenol.
2. Procedeu pentru obținerea concentratului definit în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că** nanosilicatul stratificat organofilizat se usucă 3 h la 80°C și apoi, într-un amestecător intensiv, se introduce montmorillonitul organofilizat, sub agitare se încorporează în fir subțire ionomerul oligotereftalic, încălzit la 50...60°C, se continuă amestecarea timp de 15 min și rezultă montmorillonitul organofilizat modificat; apoi, într-un amestecător rotativ gravitațional, se amestecă elastomerul termoplastice cu antioxidantul, cu agentul de compatibilizare și cu montmorillonitul organofilizat modificat sau cu haloisitul organofilizat, timp de 15...20 min, după care, amestecul final rezultat se omogenizează în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor principali de 220...330 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 160...180°C, firele extruse sunt răcite într-o baie de apă și apoi sunt granulate într-un granulator montat în flux cu extruderul.
3. Procedeu de utilizare a concentratului, definit în revendicarea 1, pentru îmbunătățirea rezistenței la șoc a polipropilenei copolimer, cu indice de curgere în topitură ridicat, ICT de 80...100 g/10 min și cu un conținut de 20...40% fibră de sticlă tratată cu silan, **caracterizat prin aceea că**, înainte de utilizare, granulele de concentrat se usucă 2 h la 80°C și apoi, într-un amestecător rotativ gravimetric, se amestecă timp de 15...20 min, în proporție de 21...33,5%, cu polipropilenă copolimer cu ICT 80...100 g/10 min, cu 0...2,5% polipropilenă grefată cu 1,5% anhidridă maleică și cu 20...40% fibră de sticlă tratată cu silan, după care amestecul final rezultat se omogenizează în topitură într-un extruder dublu șnec, echisens, la o turație a melcilor principali de 220...330 rpm și o temperatură pe capul de extrudare de 160...180°C.

