

Даний винахід відноситься до сажі (технічного вуглецю), до способу її одержання і її використання.

З заявки DE 19650500 відомі леговані, одержувані в пірогенних умовах оксиди металів і/або оксиди металів, леговані одним або декількома легуючими компонентами в кількості від 0,00001 до 20 мас. %. Такі леговані, одержувані в пірогенних умовах оксиди одержують завдяки тому, що при полум'яному гідролізі сполук металів, що випаровуються (летучих) і/або оксидів металів до газової суміші додають аерозоль, що містить водний розчин відповідного металу і/або оксиду металу.

Відомий далі спосіб одержання газової сажі (DRP 29261, DE-PS 2931907, DE-PS 671739, Carbon Black, Prof. Donnet, вид-во MARCEL DECCER, INC. New York, 1993, сс. 57 і далі), який полягає в тому, що насичений парами олії газ-носії, що містить водень, спалюють на виході з багаточисленних випускних отворів у надлишку повітря. Полум'я вдаряється у валки, що мають водяне охолодження, що приводить до припинення реакції горіння. Частина сажі, що утворюється усередині полум'я, осідає на валках і її з цих валків зскрібають. Сажу, що залишилася ж у потоці газу, який відходить, відокремлюють за допомогою фільтрів.

Відомий далі спосіб одержання газової каналної сажі (Carbon Black, Prof. Donnet, вид-во MARCEL DECCER, INC. New York, 1993, сс. 57 і далі), який полягає в тому, що використовують велику кількість невеликих пальників, що живляться природним газом, полум'я яких вдаряється в залізні жолоби (канали). Сажу, що осідає на стінках цих жолобів, зіскрібають і уловлюють у відповідній воронці.

Сажа, яка одержана за допомогою вищеписаних способів містить численні кисневі функціональні групи на поверхні і є в силу технологічних особливостей процесу високоструктурною, тобто ця сажа складається з великих і розгалужених агрегатів.

Недолік відомих типів сажі полягає в тому, що вони володіють обумовленою специфікою технологічного процесу дуже високою структурністю, а знизити їх структурність безпосередньо в процесі їх одержання неможливо.

З врахуванням вищесказаного в основу даного винаходу було покладено завдання запропонувати сажу, що має низьку структурність, володіє при її використанні у лаках більш низькою в'язкістю і більш високою насиченістю забарвлення і дозволяє використовувати її в більш високій концентрації в системах зв'язуючих при збереженні постійної в'язкості в порівнянні з високоструктурними сажими.

Ще одне завдання даного винаходу полягало у можливості забезпечити цілеспрямоване регулювання структурності сажі в процесі її одержання.

Об'єктом винаходу є сажа, яка відрізняється тим, що ОАН-показник, визначений на гранульованій (у виді крупинок) сажі, складає менш ніж 120 мл/100 г, краще менш ніж 110 мл/100 г, особливо краще менш ніж 100 мл/100 г.

СОАН-показник, визначений на гранульованій сажі, може складати менш ніж 90 мл/100 г, краще менш ніж 85 мл/100 г, особливо краще менш ніж 80 мл/100 г.

Різниця між ОАН-показником і СОАН-показником, визначена на гранульованій сажі, може складати менш ніж 30 мл/100 г, краще менш ніж 25 мл/100 г, особливо краще менш ніж 20 мл/100 г.

Пропонована у винаході сажа може являти собою полум'яну сажу, газову сажу і газову каналну сажу.

Вміст калію в сажі, вимірюваний на порошковій сажі, може бути вище ніж 5 мкг/г, краще вище ніж 10 мкг/г, особливо краще вище ніж 50 мкг/г. Калій може розподілятися у всій частці сажі статистично.

БЕТ-поверхня сажі (питома поверхня, визначена методом Браунауера-Еммета-Теллера) може складати від 50 м²/г до 500 м²/г, краще від 100 м²/г до 400 м²/г.

Пропоновану у винаході сажу можна не піддавати додатковій переробці, але можна і піддавати такій переробці, наприклад оксидувати, функціоналізувати або гранулювати (у виді крупинок).

Ще одним об'єктом винаходу є спосіб одержання пропонованої в ньому сажі, який відрізняється тим, що розчин відповідної солі за допомогою газу, краще повітря, азоту, водню і/або вуглеводню, переводять в аерозоль і потім вводять у зону утворення сажі. Цей аерозоль можна вмішувати у вихідний матеріал перед пальником. Насамперед такий підхід доцільний у спосіб одержання газової сажі, коли аерозоль вмішують у суміш газу-носія і парів олії перед пальником.

Сольовий розчин може являти собою розчин відповідної солі у воді, спирті або олії. Подібний розчин може включати будь-яку сіль, що здатна розчинятися у воді, спирті або олії і без проблем може переводитися в аерозоль. Як такий розчин можна використовувати, наприклад, розчин солі лужного або лужноземельного металу, краще розчин солі калію, особливо краще розчин карбонату калію.

Аерозоль можна одержувати за рахунок диспергування сольового розчину повітрям, використовуваним для тонкорозпилювальної форсунки, і наступною подачею аерозольного туману, що утворюється, за допомогою бічного повітря з розпилювальної ємності на ділянку нагрівання.

Розпилювальна форсунка може складатися з двох звернених назустріч одна одній форсунок, через які пропускають рідину разом з повітрям.

Ту частину сольового розчину, що у розпилювальній ємності не вдалося перевести в аерозоль, можна направляти вниз у рециркуляційний збірник.

На ділянці нагрівання аерозольний туман можна нагрівати до моменту, коли припиняється конденсація сольового розчину. Температура на ділянці нагрівання може знаходитися в інтервалі від 50 до 400°C.

Установка для одержання аерозолю може виконуватися із скла, кераміки або високоякісної сталі.

Пропонована у винаході сажа може використовуватися для виготовлення чорнила, фарб, лаків, друкованих фарб і фарб для струминного друкування, а також для фарбування пластмас.

Переваги пропонованої у винаході сажі полягають у тому, що вона має не настільки високу ("знижену") структурність і при використанні в лаку має більш низьку в'язкість і більш високу насиченість кольору. У порівнянні з високоструктурними сажими її можна використовувати в більш високих концентраціях у системах зв'язуючих при збереженні постійної в'язкості.

Приклад.

На прикладеному до опису кресленні схематично показана дослідна установка.

У звичайному (тонко)плівковому випарнику, що є в продажі випарюють використовуваний для одержання сажі вихідний матеріал I GN фірми Rutgers Chemicals AG при температурі, яка зазначена в таблиці 1. Пари олії за допомогою зазначеного в таблиці 1 потоку газоподібного водню подають в апарат для газової сажі. Безпосередньо перед пальником (див. DE-PS 671739) до газу домішують повітря й аерозоль у зазначених у таблиці кількостях і цю суміш подають до полум'я пальника. Аерозоль утворюють в апаратурі, що складається з зони розпилення і ділянки нагрівання. У зоні розпилення розчин карбонату калію в зазначеній в таблиці концентрації транспортують до двох звернених назустріч одна одній форсункам, що за допомогою повітря, що пропускається через них, утворюють у виді дрібних крапель туман. Сконденсований розчин витікає з апарата. Цей туман за допомогою повітря подають на ділянку нагрівання, де його стабілізують при 180°C. Сажу, що утворилася, осаджують у звичайних наявних у продажі фільтрувальних установках. Гранульовану (у виді крупинок) сажу одержують з порошкової сажі в звичайних наявних у продажі і використовуваних для таких цілей грануляторах.

У таблиці 1 представлені технологічні параметри і результати експериментальних досліджень у прикладах 1-4.

Таблица 1

Приклад	Порівняльний приклад 1	2	3	4
Концентрація поташу в г/л	-	3,0	10,0	50,0
Об'ємна витрата водню в м ³ /год	4,0	4,0	4,0	4,0
Кількість парів олії в кг/год	5,8	5,8	5,7	5,6
Температура випарювання в °C	268,7	268,7	269,6	269,5
Об'ємна витрата повітря в м ³ /год	19,0	17,0	17,0	17,0
Температура повітря в °C	298	280	291	294
Об'ємна витрата повітря при розпиленні в м ³ /год	0,0	0,5	0,5	0,5
Об'ємна витрата повітря при подачі аерозолю в м ³ /год	0,0	1,5	1,5	1,5
Масова витрата розчину добавок у г/год	0,0	100,0	100,0	100,0
Температура на ділянці нагрівання аерозольної установки в °C	-	180,0	180,0	180,0
Порошкова сажа				
Вміст калію в мкг/г	<1	37	102	390
БЕТ-поверхня в м ² /г	148,5	155,3	152,7	154,5
STSA-показник в м ² /г	127,6	131	134,1	138,3
Світлопропускання в %	91,9	94,6	93,6	92,7
Витрата олії в г/100 г	651	595	577	558
OAN-показник у мл/100 г	146	132,0	101,1	101,1
В'язкість при 80 с ⁻¹ в мПа·с	197	159	119	119
В'язкість при 800 с ⁻¹ в мПа·с	107	85	70	65
Насиченість кольору Mu	268,2	270,5	273,4	275,8
Колірний відтінок dM	8,8	9,2	10	10,3
Гранульована сажа (у виді крупинок)				
БЕТ-поверхня в м ² /г	147,6	151,8	150,1	152,5
STSA-показник в м ² /г	133,8	138,5	142,6	147,6
OAN-показник в мл/100 г	128	119,7	92,3	90,7
COAN-показник в мл/100 г	94,1	87,3	77,8	72,1
В'язкість при 80 с ⁻¹ в мПа·с	79	60	51	40
В'язкість при 800 с ⁻¹ в мПа·с	52	48	39	37
Насиченість кольору Mu	267,8	268,5	270,7	270,8
Колірний відтінок dM	9,5	8,5	8,3	8,6

Методика досліджень.

Вміст калію.

Зразок вагою рівно 2 г поміщують у чистий платиновий тигель. Протягом ночі цей зразок у муфельній печі при 600°C перетворюють у золу.

Залишки розчиняють у 5 мл теплої соляної кислоти (30%-ої, з високим ступенем чистоти) і додаванням високочистої води об'єм розчину доводять до 50 мл. Вміст калію в розчині визначають за допомогою атомно-абсорбційної спектроскопії (AAC).

БЕТ-поверхня	ASTM D 4820
STSA-показник	ASTMD 5816
Світлопропускання	ASTMD 1618
OAN-показник	ASTMD 2414, однак з

використанням зразка
масою 15 г і парафінової
олії
COAN-показник ASTMD 3493, однак з
використанням зразка
масою 15 г і парафінової
олії

Витрата олії.

Зразок сажі сушать протягом 1 години при 115°C. Потім зразок протягом приблизно 30 хв охолоджують у ексикаторі. У випадку гранульованої сажі її перед додаванням олії необхідно подрібнити за допомогою сталевого шпателя з метою одержати таку ж гомогенну пасту, як і для порошкоподібної сажі. Витрату олії визначають додаванням по краплях з 2-міліметрової бюретки лляної оліфи згідно DIN 55932 (фірма Alberdingk, Krefeld) до 0,5 г сажі і наступним розтиранням еластичним сталевим шпателем. Додавання олії припиняють у момент утворення гомогенної, стійкої у вертикальному положенні пасти. Наявність подібної пасти можна встановити її витягуванням вгору, при якому утвориться конусоподібна вершина, і наступним легким ударом цієї конусоподібної вершини об скляну пластину, при якому вона надломлюється, однак не розсипається або не розтікається. Оцінку результатів проводять у відповідності із стандартом DIN EN ISO 787-5 (формула 2).

Одержання чорного лаку і вимірювання в'язкості:

Для одержання матеріалу, що розтирається, у реакційну посудину спочатку поміщають 45,8 г води, а потім за допомогою шпателя в зазначеній послідовності додають при перемішуванні наступні компоненти:

Tego® Dispers 750 W, 40%-ний	23,4 г
Tego® Dispers 760 W, 35%-ний	6,6 г
Tego® Foamex	0,3 г
АМП 90	0,5 г
сажа	12 г

При необхідності значення рН за рахунок додаткового додавання АМП 90 можна встановити на 8,5-9. Попереднє диспергування матеріалу, що розтирається, здійснюють за допомогою лабораторного дисольвера (тип Pendraulik LR 34) при 4000 об/хв протягом 5 хв із диском розміром 40 мм. По завершенні попереднього диспергування рекомендується повторно перевірити значення рН і при необхідності додаванням АМП встановити на задане значення. Власне диспергування здійснюють у диспергаторі типу Skandex Disperser (BA-S 20) з використанням 540 г кульок із хроманітової сталі (діаметр 3 мм) протягом 60 хв при стадії охолодження 2. Значення рН варто повторно проконтролювати і при необхідності встановити його додаванням АМП на задане значення.

У відповідності із стандартами DIN 54453 і DIN 53019 на матеріалі, що розтирається, за допомогою ротаційного віскозиметра (тип Visco-Tester 550, з пластиною PK 100/конусом 1°) фірми Haake визначають в'язкість при різних зусиллях зрушення.

Для одержання чорного лаку 5,4 г матеріалу, що розтирається, і 24,6 г поліуретанової дисперсії (тип U 710, виробник фірма Alberdingk Boley) змішують протягом 3 хв у пластмасовій ємності місткістю 50 мл за допомогою дисольвера з діаметром диску 40 мм при 2000 об/хв.

Готовий лак за допомогою гантелеподібного аплікатора при ширині зазору 150 мкм наносять на скляну пластину розміром 90x130x1 мм. Після 30-хвилинної витримки ("провітрювання") при кімнатній температурі лаковий шар протягом 30 хв стверджують у сушильній шафі при 80°C.

Насиченість кольору M_u і колірний відтінок dM визначають у відповідності із стандартом DIN 55979 через скло за допомогою спектрального фотометра типу Q-Color 35 фірми Pausch.

Абревіатура АМП означає 2-аміно-2-метил-1-пропанол (виробник фірма Angus Chemie).

Абревіатура N-МП означає N-метил-2-піролідинон.

Tego® Dispers 750 W, Tego® Dispers 760 W і Tego® Foamex є продуктами фірми Tego Chemie, Essen.

У порівнянні із сажею за прикладом 1 (порівняльний приклад) пропонується у винаході сажа за прикладами 2-4 має низьку структурність. Лаки, одержані з використанням пропонованої у винаході сажі (приклади 2-4), мають більш низьку в'язкість і мають більш високу насиченість кольору на відміну від сажі в порівняльному прикладі 1.

У таблиці 2 наведені технологічні параметри і результати експериментальних досліджень у прикладах 5-8.

Таблиця 2

Приклад	Порівняльний приклад 5	6	7	8
Концентрація поташу в г/л	-	3,0	10,0	50,0
Об'ємна витрата водню в м³/год	4,0	4,0	4,0	4,0
Кількість парів олії в кг/год	3,0	3,0	2,6	3,0
Температура випарювання в °C	242	242	242	242
Об'ємна витрата повітря в м³/год	15,5	13,5	13,5	13,5
Температура повітря в °C	290	296	298	292
Об'ємна витрата повітря при розпиленні в м³/год	0,0	0,5	0,5	0,5
Об'ємна витрата повітря при подачі аерозолі в м³/год	0,0	1,5	1,5	1,5
Масова витрата розчину добавок у г/год	0,0	100,0	100,0	100,0

