

Представлений винахід відноситься до вогнестійкої полімерної композиції та до її застосування, а також до способу одержання вогнезахисного засобу.

Синтетичні, відповідно полімерні матеріали широко використовуються як конструкційний матеріал у будівництві, меблевій промисловості, у транспортному машинобудуванні або в електротехнічній, а також електронній промисловості. Полімери для можливості їх застосування в багатьох галузях повинні відповідати національним або міжнародним нормам по вогнестійкості. Оскільки більшість полімерів за своєю природою є горючими матеріалами, їх, для можливості їх віднесення до розряду вогнестійких матеріалів, необхідно відповідним чином модифікувати. Для цього до полімерних матеріалів звичайно додають органічні або неорганічні вогнезахисні засоби, або антипірени. З усієї різноманітності антипіренів найбільш широкого поширення набули гідрати металів, насамперед гідрати алюмінію [G. Kischbaum, Kunststoffe, 79, 1999, сс.1205-1208, і R. Schmidt, Kunststoffe, 88, 1998, сс.2058-2061]. Вогнезахисна дія гідроксиду алюмінію базується на термічному відщепленні хімічно зв'язаної води при температурі від 200 до 400°C. У процесі такого ендотермічного розкладання гідроксиду відбувається поглинання енергії, що супроводжується охолодженням поверхні виконаного із синтетичного матеріалу виробу. Водяна пара, що вивільняється в ході цього процесу, додатково розбавляє горючі органічні продукти розкладу полімеру. Оксид алюмінію, що залишається, адсорбує поліциклічні ароматичні сполуки, які утворюються при згоранні полімерної матриці. Оскільки такі сполуки входять до складу чорного диму, що виділяється при горінні, гідроксид алюмінію при пожежі сприяє також зниженню щільності димового газу. Тим самим застосування нетоксичного і такого, що не містить галогенів гідроксиду алюмінію дозволяє одержувати полімерні склади, що не містять галогенів і які при горінні виділяють лише невелику кількість димового газу.

Однак істотний недолік, пов'язаний із застосуванням гідроксиду алюмінію як антипірену, полягає у необхідності додавати його у великих кількостях до синтетичних матеріалів для надання їм властивостей, що відповідали б різним нормам по вогнестійкості. У результаті, через настільки високий ступінь наповнення антипіреном подібних вогнестійких полімерних сумішей значно утрудняється їх переробка, наприклад екструзією, а механічні властивості самих цих сумішей часто не відповідають встановленим до них вимогам. Швидкість екструзії при нанесенні полімерного покриття на мідні жили або при покриванні кабелю полімерною оболонку є одним з важливих факторів, яким визначаються витрати на виготовлення кабелів. Наповнені тонкоосажденим гідроксидом алюмінію полімерні склади, що не тільки відповідають традиційним вимогам, встановленим до їх електричних і механічних властивостей і вогнестійких властивостей, але і допускають можливість їх екструзії з високою швидкістю, відіграють ключову роль у підвищенні конкурентоздатності виготовлених з їх застосуванням, таких, що не містять галогенів вогнестійких кабелів і в збільшенні їх частки на ринку в порівнянні з кабелями, які виготовлено за іншими технологіями.

Один з можливих шляхів підвищення перероблюємості полімерних складів, наповнених гідроксидом алюмінію, полягає в нанесенні на його частки покриття з органічних добавок, наприклад силанів, титанатів. Введення забезпечених таким покриттям часток гідроксиду алюмінію до складу термопластів дозволяє значно підвищити швидкість їх екструзії.

В основу представленого винаходу була покладена задача розробити полімерну композицію з традиційно високим ступенем її наповнення тонкоосажденим гідроксидом алюмінію, яка не мала б описаних вище недоліків і яка б навіть при високому вмісті в ній наповнювача, що досягає 80%, усе ще зберігала б гарну перероблюваність. Задача винаходу полягала також у розробці відповідного способу одержання подібної полімерної композиції, який би у порівнянні з традиційними методами нанесення покриттів на наповнювач був би простим і економічним у втіленні.

Визначену вище задачу вдалося вирішити за рахунок застосування тонкоосажденного гідроксиду алюмінію, підданого особливій розмельно-сушильній процедурі. Використовуваний для цих цілей розмельно-сушильний агрегат складається з жорстко змонтованого на масивному валу ротора, що обертається з високою коловою швидкістю. Такий швидко обертовий ротор створює в потоці, який пропускають через розмельно-сушильний агрегат з високою витратою гарячого повітря надзвичайно інтенсивні повітряні вихори, які захоплюють матеріал, що висушується і знаходиться в агрегаті, прискорюють його і забезпечують настільки тонке його диспергування, що в результаті питома поверхня цього матеріалу значно збільшується. Частки гідроксиду алюмінію, що здійснюють вихоровий рух, виходять з розмельно-сушильного агрегату після їх повного висушування з наступним їх відділенням від гарячого повітря і випарів. Колова швидкість ротора становить від 40 до 140 м/с. Температура гарячого повітря, яке використовують для сушіння становить від 150 до 450°C. При цьому можуть використовуватися відомі розмельно-сушильні агрегати, описані, наприклад, у [Lueger, Lexikon der Technik, т.48, с.394].

Таким способом гідроксид алюмінію одержують у вигляді ультрадисперсних порошків, що мають надзвичайно низьку маслоємність. Маслоємність запропонованих у винаході продуктів щонайменше на 20% нижча маслоємності комерційно доступних продуктів. Цю величину отримали при порівнянні отриманих запропонованим у винаході способом продуктів із продуктами з порівнянною дисперсністю і з порівнянною або навіть більшою питомою поверхнею, яку визначають за адсорбцією азоту (методом Браунауера-Еммета-Теллера або скорочено БЕТ-методом).

Згідно рентгеновських дифрактограм у складі отриманого запропонованим у винаході способом гідроксиду алюмінію поруч з очікуваною кристалічною модифікацією гідраргіліту присутня також деяка кількість беміту, що становить приблизно 1%. Гідроксид алюмінію такого складу одержують у тому випадку, коли температура гарячого повітря в процесі розмелу матеріалу з одночасним його сушінням перевищує 270°C. На відміну від цього, комерційно доступні дрібнокристалічні гідроксиди алюмінію, з якими порівнювали отриманий запропонованим у винаході способом гідроксид алюмінію, повністю складаються з гідраргіліту. В отриманому запропонованим у винаході способом продукті беміт знаходиться переважно на поверхні часток.

Крім маслоємності, яку визначають за методом Баумана, досліджували також вологоємність отриманих запропонованим у винаході способом порошків [H. Baumann, Fette, Seifen, Anstrichmittel, 68, 1966, сс.741-743]. Цей метод використовується для класифікації мінеральних матеріалів і наповнювачів за показниками їх полярності, відповідно гідрофільності. Такий метод дозволяє оцінити насамперед ступінь гідрофобізації

неорганічних наповнювачів у результаті нанесення на їх поверхню покриттів з органічних добавок. Згідно цього методу речовини, що поглинають більшу кількість води з розрахунку на одиницю маси наповнювача, класифікують як більш гідрофільні в порівнянні з речовинами, що поглинають меншу кількість води. Запропоновані у винаході вогнезахисні засоби порівнювали з комерційно доступними стандартними продуктами. Вологоємність отриманих запропонованим у винаході способом гідроксидів алюмінію на 36%, відповідно на 27% нижче вологоємності комерційно доступних порівняльних продуктів.

У порівнянні з комерційно доступними порівняльними продуктами, отримані описаним вище способом продукти створювали набагато менше проблем при їх введенні в полімери і надавали суміші кращі реологічні властивості. Було встановлено, що мінеральні наповнювачі, які використовують відповідно до винаходу є більш гідрофобними в порівнянні з наповнювачами, що використовувалися до цього часу. Крім цього нові наповнювачі несподівано виявляли кращу сумісність з полімерною матрицею. Це пов'язано з тим, що чим менша маслоємність мінерального наповнювача, тим менша кількість полімеру потрібна для змочування поверхні його часток. У свою чергу зі зменшенням кількості полімеру, що витрачається на змочування поверхні часток мінерального наповнювача, зростає кількість полімерних ланцюгів всередині матриці, що можуть брати участь у процесі взаємного зсуву. У результаті полімерні композиції, що містять наповнювачі з низькою маслоємністю, мають меншу в'язкість у порівнянні з полімерними композиціями, отриманими з використанням наповнювачів з високою маслоємністю. Сказане відноситься до розплавів полімерів і до рідких, при кімнатній температурі, реакційноздатних смол перед їх повним зшиванням навіть при високому вмісті в них наповнювача, що досягає 80%.

При введенні продукту, що має подібні характеристики, у ненасичений полієфір (скорочено названий далі НПЕ) його в'язкість значно знижується в порівнянні з в'язкістю сумішей, що містять комерційно доступні порівняльні продукти в тій же концентрації. Відповідно з використанням отриманого запропонованим у винаході способом продукту можна також одержувати суміші з більш високим вмістом у них наповнювача, які все ще зберігають надзвичайно високу плинність. При вмісті наповнювача в кількості 50мас.% в'язкість композиції, до складу якої входить отриманий запропонованим у винаході способом продукт, приблизно на 60% нижча в'язкості композиції, що містить стандартні продукти.

При введенні висушеного, описаним вище способом, гідроксиду алюмінію в термопластичну полімерну матрицю в розплаві, отриманий у результаті склад має, як і очікується, низьку в'язкість в розплавленому стані, визначену у вигляді індексу розплаву. Подібний ефект виявляється при використанні і без використання широко розповсюджених низькомолекулярних прискорювачів фазових перетворень, про що свідчать результати дослідів, що проводилися з використанням у полімерній композиції співполімеру етилену з вінілацетатом (який скорочено також називають ЕВА або ЕВА-співполімером) і аміносилану при різних концентраціях (див. приклад 4). При цьому наповнювач і полімер використовували в композиції при сталому співвідношенні між ними, варіючи вміст у ній аміносилану. Композицію, що містить як наповнювач отриманий запропонованим у винаході способом продукт, порівнювали з композиціями, що містять як наповнювач комерційно доступні стандартні продукти. Композиції, що містять як наповнювач продукт, що є об'єктом даного винаходу, у всьому діапазоні концентрацій в них аміносилану мають, як і очікувалося, значно більш високий індекс розплаву. У процентному співвідношенні подібне підвищення індексу розплаву в порівнянні з композиціями, що містять як наповнювач стандартний продукт, становить близько 20-40%.

З використанням описаного вище гідроксиду алюмінію одержували полімерні композиції (компаунди), які у якості простих основних полімерних сумішей мають важливе прикладне значення в техніці і відповідно до цього використовуються як матеріал для виготовлення вогнестійких оболонок, які не містять галогенів, для кабелів або як ізоляційні матеріали для кабелів. Одержувана в результаті полімерна композиція разом з надзвичайно високими механічними і вогнезахисними властивостями має надзвичайно високу плинність (реологічні властивості) у розплавленому стані. Наявність у полімерних композиції, що містять отриманий запропонованим у винаході способом гідроксид алюмінію, такого більш високого індексу розплаву, відповідно меншої в'язкості найбільш виразно проявляється при їх порівнянні з композиціями, які містять стандартні продукти на основі комерційно доступних тонкокристалічних гідроксидів алюмінію.

Настільки значне покращення реологічних властивостей розплаву композицій з високим вмістом наповнювача є основною умовою, якою визначається можливість екструзії таких вогнестійких матеріалів з високою швидкістю при їх нанесенні на електричні провідники в процесі виготовлення електричних дротів. У прикладі 9 наведені результати, отримані при екструзії двох полімерних сумішей при їх нанесенні на мідну жилу електричного дроту. При цьому суміш, що містить отриманий запропонованим у винаході способом продукт, допускала можливість її переробки в розплаві при більш низькому тиску і при більш низькій температурі в порівнянні з композицією, що містить комерційно доступний порівняльний продукт, при незмінних значеннях інших параметрів, тобто при одній і тій же частоті обертання шнека екструдера й одній і тій ж швидкості витягування. Для фахівця в галузі екструзії полімерів подібні результати однозначно вказують на можливість переробки запропонованої у винаході суміші при виготовленні з неї ізоляції для електричних дротів, відповідно кабелів з більш високою швидкістю екструзії, відповідно витягування за рахунок збільшення частоти обертання шнека.

Запропоноване у винаході рішення не тільки дозволяє одержувати полімерні композиції з низькою в'язкістю їх розплаву при звичайно високому вмісті в них наповнювача, але й дозволяє також одержувати полімерні композиції з ще більш високою вогнестійкістю за рахунок подальшого підвищення вмісту в них наповнювача. При цьому, однак, в'язкість розплаву і механічні властивості таких полімерних композицій вдається зберегти на традиційно високому рівні, чого неможливо досягти при використанні стандартних продуктів.

Нижче винахід більш детально розглянуто на декількох прикладах. У прикладах 1 і 2 описані запропоновані у винаході продукти і їх одержання. У прикладах 3-9 розглянуті переваги, які досягаються при застосуванні запропонованих у винаході продуктів.

Приклади

У прикладах 1 і 2 описаний спосіб одержання запропонованих у винаході продуктів.

Приклад 1

Кек, отриманий у результаті фільтрації тонкокристалізованого гідроксиду алюмінію з питоною

поверхню приблизно $3\text{м}^2/\text{г}$ і залишковою вологістю приблизно $50\text{мас.}\%$, подавали за допомогою звичайних засобів подачі, у розмельно-сушильний агрегат. Цю тверду речовину подавали в розмельно-сушильний агрегат з витратою $200\text{кг}/\text{г}$. У розмельно-сушильний агрегат подавали також гаряче повітря з температурою на вході в агрегат від 270 до 290°C . Повітря подавали в агрегат з витратою, що становила в робочих умовах $5000\text{м}^3/\text{г}$. Окружну швидкість ротора встановлювали на $80\text{м}/\text{с}$. Висушений продукт відокремлювали пропусканням потоку, що виходить з агрегату, через фільтр із відповідним розміром пор і відводили з розмельно-сушильного агрегату через пористий лопатевий затвор. Найбільш істотні характеристики одержаного таким чином порошку наведені нижче в таблиці 1, у якій для порівняння представлені також характеристики трьох комерційно доступних антипіренів на основі вискодисперсного гідроксиду алюмінію. При цьому порівняльний продукт В одержували на основі того ж самого вискодисперсного гідроксиду у вигляді відфільтрованого кека, що містить вологу, який використовували при одержанні запропонованого у винаході продукту А.

Запропонований у винаході продукт А і порівняльні продукти В, С і D досліджували на вологоємність за методом Баумана. Відповідне обладнання і відповідна методика вимірювання описані в [статті Н. Baumann, GIT-Fachzeitschrift für das Laboratorium, №6, червень 1967, сс.540-542, а також у статті Н. Baumann, Fette, Seifen, Anstrichmittel, 68, 1966, сс.741-743]. На Фіг.1 показаний графік залежності вологоємності вогнезахисних засобів, які порівнювалися між собою, від тривалості їх витримки у воді. Ступінь насичення продуктів водою досягала максимальної після закінчення 5-15хв. При збільшенні тривалості витримки у воді подальше її поглинання продуктами, які тестували, не спостерігалось. Вологоємність запропонованого у винаході продукту А щонайменше на 36% нижча вологоємності порівняльних продуктів. Подібні значення були отримані і при визначенні маслоємності. Насичення маслом продукту А досягало межі вже при 21% ($0,21\text{г}$ олеїнової кислоти на 1г наповнювача), тоді як насичення маслом комерційно доступних продуктів досягало межі лише при 27-35%.

Таблиця 1

Параметр	Метод	Гідроксид алюмінію з питомою поверхнею $4\text{м}^2/\text{г}$			
		Продукт А	Продукт В	Продукт С	Продукт D
d_{90} (мкм)	лазерна гранулометрія	0,5	0,5	0,6	0,6
d_{50} (мкм)	лазерна гранулометрія	1,2	1,4	1,6	1,6
d_{10} (мкм)	лазерна гранулометрія	2,6	3,2	3,4	5,3
Питома поверхня згідно БЕТ-методу ($\text{м}^2/\text{г}$)	DIN 66131	3,8	3,1	3,5	4,6
Вміст беміту	рентгеновська дифрактометрія	1%	-	-	-
Вологість (%)	DIN EN ISO 787-2	0,19	0,19	0,24	0,23
Маслоємність (%)	DIN EN ISO 787-5	21	27	29	35
Вологоємність (мл/г)	за Бауманом	0,43	0,68	0,68	0,71

Примітка:

величина d_{90} : крупність 90% від усієї кількості часток перевищує зазначене значення;

величина d_{50} відповідає середньому діаметру часток: діаметр 50% від усієї кількості часток більший зазначеного значення, а діаметр інших 50% від усієї кількості часток менший зазначеного значення;

величина d_{10} : крупність 10% від усієї кількості часток перевищує зазначене значення.

Приклад 2

Кек, одержаний у результаті фільтрації тонкокристалізованого гідроксиду алюмінію з питомою поверхнею приблизно $6\text{м}^2/\text{г}$ і залишковою вологістю приблизно $53\text{мас.}\%$, подавали за допомогою звичайних засобів подачі, у розмельно-сушильний агрегат. Цю тверду речовину подавали в розмельно-сушильний агрегат з витратою $200\text{кг}/\text{г}$. У розмельно-сушильний агрегат подавали також гаряче повітря з температурою на вході в агрегат від 250 до 280°C . Повітря подавали в агрегат з витратою, що становила в робочих умовах $5000\text{м}^3/\text{г}$. Частоту обертання ротора встановлювали в межах від 2000 до $3000\text{об}/\text{хв}$. Висушений продукт відокремлювали пропусканням потоку, що виходить з агрегату, через фільтр із відповідним розміром пор і відводили з розмельно-сушильного агрегату через пористий лопатевий затвор. Найбільш істотні характеристики одержаного таким чином порошку Е наведені нижче в таблиці 2, у якій для порівняння представлені також характеристики комерційно доступного продукту F. У цій таблиці наведені також дані для продукту G, який одержували на основі того ж самого вискодисперсного гідроксиду у вигляді відфільтрованого кека, що містить вологу, який використовували при одержанні запропонованого у винаході продукту Е, але згідно методу, який лежить в основі одержання комерційно доступного продукту F.

Запропонований у винаході продукт Е і комерційно доступний продукт F, а також продукт G досліджували на вологоємність за методом Баумана. Отримані в цьому досліді результати в графічному вигляді представлені на Фіг.2, на якій показана залежність вологоємності обох наповнювачів від тривалості їх витримки у воді. Ступінь насичення продуктів водою досягала максимальної по проходженню 5-15хв. При збільшенні тривалості витримки у воді подальше її поглинання продуктами, які тестували, не спостерігалось. Вологоємність запропонованого у винаході продукту Е щонайменше на 27% нижча вологоємності продуктів F і G. Подібні значення були отримані і при визначенні маслоємності. Ступінь насичення маслом продукту Е досягала максимальної вже після поглинання 24% масла, тоді як ступінь насичення маслом продукту F досягала максимальної лише після поглинання 34% масла. Насичення маслом продукту G досягало межі при 31%, що приблизно на 30% перевищує маслоємність запропонованого у винаході продукту Е.

Таблиця 2

Параметр	Метод	Гідроксид алюмінію з питомою поверхнею 6м ² /г		
		Продукт Е	Продукт F	Продукт G
d ₉₀ (мкм)	лазерна гранулометрія	0,5	0,5	0,6
d ₅₀ (мкм)	лазерна гранулометрія	0,9	1,1	1,1
d ₁₀ (мкм)	лазерна гранулометрія	2,6	2,7	2,4
Питома поверхня згідно БЕТ-методу (м ² /г)	DIN 66131	6,9	6,0	5,2
вміст беміту	рентгенівська дифрактометрія	1%	-	-
Вологість (%)	DIN EN ISO 787-2	0,19	0,40	0,26
Маслоємність (%)	DIN EN ISO 787-5	24	34	31
Вологоємність (мл/г)	за Бауманом	0,77	1,00	0,98

Приклад 3

Запропонований у винаході продукт А і порівняльні продукти В, С і D змішували з ненасиченим полієфіром Palapreg P17, що випускається фірмою BASF AG. Для змішування наповнювача в ненасичений полієфір використовували мішалку типу IKA-RE 166. Продукт Palapreg P17 і наповнювач, взяті в однакових кількостях, перемішували спочатку протягом 3хв при частоті обертання мішалки, рівній 3500 об/хв, а потім ще протягом 2хв при частоті обертання мішалки, рівній 5500об/хв, з одержанням у результаті однорідно диспергованої суміші зі змістом у ній наповнювача, рівним 50мас.%. Одержану таким шляхом наповнену смолу витримували протягом 2г при температурі 22°C, а потім вимірювали її в'язкість за допомогою віскозиметра Брукфілда, типу RVT, при частоті обертання шпинделя, рівній 20об/хв (з використанням шпинделя №6). Отримані результати наведені нижче в таблиці 3.

Таблиця 3

Вогнезахисний засіб	Абсолютна в'язкість (Па-с)	Відносна в'язкість
Немає	3,81	1
Продукт А	32,4	8,5
Продукт В	95,2	25,0
Продукт С	99,0	26,0
Продукт D	>200*	-

Примітка:

*виміри проводили з використанням шпинделя №7, при цьому була досягнута межа вимірів.

З приведених у таблиці даних випливає, що суміш, яка містить продукт А має набагато меншу в'язкість. В'язкість сумішей, що містять продукти В і С, у три рази перевищує в'язкість суміші, що містить продукт А, а суміш, що містить продукт D, має настільки високу в'язкість, що вона взагалі не піддається вимірюванню за допомогою віскозиметра, який використовують для цих цілей.

Приклад 4

Запропонований у винаході продукт А і порівняльні продукти вводили в ЕВА-співполімер зі змістом вінілацетату, рівним 19мас.%. Наповнювач використовували в постійній кількості, рівній 61,3мас.%, варіюючи вміст у суміші аміносилану (продукт Dynasylan AMEO, що випускається фірмою Degussa AG), який використовували як прискорювач фазових перетворень. Суміші готували в диспергуючому змішувачі типу LDUK 1,0 фірми Werner und Pfleiderer. Індекс розплаву вимірювали у відповідності зі стандартом ASTM D 1238 з використанням приладу Melt Flow Tester 6942 (21,6кг/190°C). Отримані результати вимірів індексу розплаву (IP) у графічному вигляді представлені на Фіг.3.

Суміш, що містить продукт А, має більш високий індекс розплаву у всьому діапазоні концентрацій у ній аміносилану. Індекс розплаву сумішей, що містять продукти А, В, С і D, поступово зменшується зі збільшенням концентрації в них аміносилану, а графіки, що відображають зміну індексу розплаву цих сумішей, мають вигляд прямих взаємно паралельних ліній.

У прикладах 5-10 узагальнені результати досліджень, які проводились на термопластичних полімерних композиціях, що мають важливе практичне значення.

Приклад 5

У наведеній нижче таблиці 4 вказані склад і найбільш важливі характеристики полімерних композицій на основі ЕВА-співполімера зі змістом вінілацетату 19мас.%. Порівнювані між собою вогнезахисні засоби являють собою тонкокристалічні гідроксиди алюмінію, питома поверхня яких, визначена БЕТ-методом, становить приблизно 4м²/г. Трьома гідроксидами алюмінію стандартної якості, з якими порівнюється гідроксид алюмінію запропонованого у винаході типу, є комерційно доступні продукти.

Суміші готували в диспергуючому змішувачі типу LDUK 1,0 фірми Werner und Pfleiderer. Зразки для наступних випробувань вирубували з пластин, отриманих пресуванням з розплаву в пресі типу Polystat 300S фірми Schwabenhan. Механічні властивості зразків визначали у відповідності зі стандартом DIN 53504 на машині для випробувань на розтягання типу Tiratest 2705. Індекс розплаву вимірювали у відповідності зі стандартом ASTM D 1238 з використанням приладу Melt Flow Tester 6942, а кисневий індекс визначали у відповідності зі стандартом ISO 4589 (ASTM D 2863) за допомогою приладу FTA фірми Stanton Redcroft.

Таблиця 4

Склад	4.1	4.2	4.3	4.4
Escorene UL00119	38,3	38,3	38,3	38,3

Dynasylan AMEO	0,4	0,4	0,4	0,4
Продукт А	61,3			
Продукт В		61,3		
Продукт С			61,3	
Продукт D				61,3
Σ	100	100	100	100
Міцність при розтяганні (МПа)	13,5	13,6	13,5	12,2
Подовження при розриві (%)	210	210	193	181
ГКІ (% O ₂)	38,2	37,6	36,3	37,5
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/160°C	1,6	1,1	1,0	1,2
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/190°C	4,2	3,1	2,6	3,0

Примітка:

продукт Escorene UL00119 являє собою ЕВА-співполімер, що випускається фірмою ExxonMobil;

продукт Dynasylan AMEO являє собою аміносилан, що випускається фірмою Degussa AG;

міцність при розтяганні визначали вимірюванням залежності напруга-подовження у відповідності зі стандартом DIN 53504;

подовження при розриві визначали вимірюванням залежності напруга-подовження у відповідності зі стандартом DIN 53504;

ГКІ (граничний кисневий індекс) визначали у відповідності зі стандартом ISO 4589;

IP (індекс розплаву) визначали у відповідності зі стандартом ASTM D 1238.

При порівнянні наведених у таблиці даних стає очевидно, що суміш, яка містить отриманий запропонованим у винаході способом продукт А, має найкращі показники серед усіх сумішей, що містять порівнювані між собою продукти. Так, зокрема, композиція 4.1 разом з надзвичайно високими механічними властивостями має індекс розплаву, який щонайменше на 35% перевищує індекс розплаву порівняльних матеріалів.

Приклад 6

У наведеній нижче таблиці 5 зазначені склад і найбільш важливі характеристики полімерних композицій на основі ЕВА-співполімера зі змістом вінілацетату 26мас.%. Порівнювані між собою вогнезахисні засоби являють собою тонкокристалічні гідроксиди алюмінію, питома поверхня яких, визначена БЕТ-методом, становить приблизно 4м²/г. Трьома гідроксидами алюмінію стандартної якості, з якими порівнюється гідроксид алюмінію запропонованого у винаході типу, є комерційно доступні продукти.

Суміші і зразки для випробувань одержували аналогічно прикладу 5.

У цьому прикладі індекс розплаву композиції, що містить отриманий запропонованим у винаході способом гідроксид алюмінію, також значно перевищує індекс розплаву інших композицій. При цьому індекс розплаву композиції, що містить отриманий запропонованим у винаході способом продукт, щонайменше на 25% перевищує індекс розплаву композицій, що містять продукти стандартної якості (див. характеристики композиції 5.1 у порівнянні з характеристиками композицій 5.2-5.4).

Таблиця 5

Склад	5.1	5.2	5.3	5.4
Escorene UL00226	38,3	38,3	38,3	38,3
Dynasylan AMEO	0,4	0,4	0,4	0,4
продукт А	61,3			
продукт В		61,3		
продукт С			61,3	
продукт D				61,3
Σ	100	100	100	100
Міцність при розтяганні (МПа)	12,6	12,2	12,0	10,5
Подовження при розриві (%)	243	256	221	220
ГКІ (% O ₂)	37,1	36,1	36,7	37,1
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/160°C	3,8	3,0	2,6	3,1
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/190°C	10,6	8,5	7,0	7,2

Примітка:

продукт Escorene UL00226 являє собою співполімер, що випускається фірмою ExxonMobil.

Приклад 7

У приведеній нижче таблиці 6 зазначені склад і найбільш важливі характеристики полімерних композицій на основі ЕВА-співполімера зі змістом вінілацетату 19мас.%. У цьому прикладі між собою порівнюються композиції, що містять тонкокристалічні гідроксиди алюмінію, питома поверхня яких, визначена БЕТ-методом, становить приблизно 6м²/г. Гідроксид алюмінію запропонованого у винаході типу одержували за методом, описаним у прикладі 2. Порівняльна композиція містила комерційно доступний гідроксид стандартної якості.

Суміші і зразки для випробувань одержували аналогічно прикладу 5.

Отримані в цьому прикладі результати також підтверджують наявність у розплаві композиції, що містить запропонований у винаході продукт Е властивостей, які значно переважають властивості розплаву порівняльної композиції. Композиція, що містить запропонований у винаході продукт Е, разом з більш високими показниками подовження при розриві має також індекс розплаву, що у залежності від умов

вимірювання щонайменше на 68% перевищує індекс розплаву композиції, що містить продукт F.

Таблиця 6

Склад	6.1	6.2
EscoreneUL00119	38,3	38,3
Dynasylan AME O	0,4	0,4
Продукт E	61,3	
Продукт F		61,3
Σ	100	100
Міцність при розтяганні (МПа)	14,7	14,8
Подовження при розриві (%)	173	152
ГКІ (% O ₂)	42,6	42,7
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/160°C	1,0	0,5
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/190°C	2,7	1,6

Приклад 8

У приведеній нижче таблиці 7 зазначені склад і найбільш важливі характеристики полімерних композицій на основі ЕВА-співполімера зі змістом вінілацетату 26мас.%. У цьому прикладі між собою порівнюються композиції, кожна з яких містить один із двох описаних у прикладі 7 тонкокристалічних гідроксидів алюмінію, питома поверхня яких, визначена БЕТ-методом, становить приблизно 6м²/г.

Суміші і зразки для випробувань одержували аналогічно прикладу 5.

Композиція, що містить запропонований у винаході продукт E, і в цьому прикладі виявляє високі механічні властивості і має високий ГКІ-показник і надзвичайно високий індекс розплаву.

Таблиця 7

Склад	7.1	7.2
Escorene UL00226	38,3	38,3
Dynasylan AME O	0,4	0,4
Продукт E	61,3	
Продукт F		61,3
Σ	100	100
Міцність при розтяганні (МПа)	14,9	15,2
Подовження при розриві (%)	206	184
ГКІ (% O ₂)	42,3	40,6
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/160°C	2,6	1,7
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/190°C	7,3	3,9

Приклад 9

У приведеній нижче таблиці 8 зазначені склад і найбільш важливі характеристики полімерних композицій на основі суміші ПЕ/ЕВА (ЕВА зі змістом вінілацетату 26мас.%). Порівнювані між собою вогнезахисні засоби являють собою тонкокристалічні гідроксиди алюмінію, питома поверхня яких, визначена БЕТ-методом, становить приблизно 4м²/г. Трьома гідроксидами алюмінію стандартної якості, з якими порівнюється гідроксид алюмінію запропонованого у винаході типу, є комерційно доступні продукти, що використовувалися в прикладі 4 і прикладі 5.

Суміші і зразки для випробувань одержували аналогічно прикладу 5.

Результати, отримані в цьому прикладі, також підтверджують отримані в попередніх прикладах результати, які свідчать про підвищення індексу розплаву композиції при використанні в ній отриманого запропонованим у винаході способом гідроксиду алюмінію.

Таблиця 8

Склад	8.1	8.2	8.3	8.4
ExxonMobile LL 1004 YB	9,66	9,66	9,66	9,66
Escorene Ultra 00226	29	29	29	29
Silquest FR-693	0,8	0,8	0,8	0,8
Silquest PA-826	0,30	0,30	0,30	0,30
Interox TMCH-75-AL	0,04	0,04	0,04	0,04
Irganox 1010	0,20	0,20	0,20	0,20
Продукт A	60			
Продукт B		60		
Продукт C			60	
Продукт D				60
Σ	100	100	100	100
Міцність при розтяганні (МПа)	8,5	8,7	8,6	7,4
Подовження при розриві (%)	200	187	143	118
ГКІ (% O ₂)	36,8	35,6	33,4	33,5
IP (см ³ /10хв), 21,6кг/190°C	8,8	5,2	5,1	5,0

Примітка:

продукт ExxonMobile LL 1004 YB являє собою лінійний поліетилен низької густини, що випускається фірмою ExxonMobile;
продукт Silquest FR-693 являє собою вінілсилановий ефір, що випускається фірмою Osi Specialities;
продукт PA-826 являє собою модифікований вінілом полідиметилсилоксан;
продукт Interlox TMCH-75-AL являє собою 75%-ний розчин трет-амілпероксипівалату в аліфатичних сполуках, що випускається фірмою Peroxid Chemie;
продукт Irganox 1010 являє собою термостабілізатор, що випускається фірмою Ciba SC (тетракіс-3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гідроксифеніл)пропіонат пентаеритриту).

Приклад 10

В описаних нижче випробуваннях як порівняльний продукт використовували продукт із найкращими, серед усіх зазначених у таблиці 8, порівняльними показниками.

У приведеній нижче таблиці 9 представлені результати, отримані в дослідях по визначенню взаємозв'язку напруга-подовження і при визначенні індексу розплаву для композицій 8.1 і 8.2, який одержували за методом, трохи модифікованим у порівнянні з методом, описаним у прикладі 9. У цьому випадку полімерну суміш одержували з використанням шнекової місильної машини Buss Co-Kneuter типу MDK/E46-11D. Зразки для випробування механічних властивостей вирубували з екструдованих смуг, отриманих за допомогою одношнекового екструдера (ED 30-GL фірми Extrudex). Механічні властивості і індекс розплаву отриманих цим методом композицій перевищують аналогічні показники, зазначені в таблиці 7. У цьому випадку також слід зазначити наявність високого індексу розплаву в суміші, що містить отриманий запропонованим у винаході способом продукт.

Таблиця 9

Використовуваний вогнезахисний засіб	Міцність при розтяганні (МПа)	Подовження при розриві (%)	IP (см ³ /10хв), 21,6кг/160°C
Продукт А	10,2	258	9,4
Продукт В	10,4	264	5,9

Реологічні властивості розплавів обох отриманих таким шляхом композицій вимірювали за допомогою капілярного реометра (фірми Bohlin, типу Rosand RH7-2, температура вимірювання 150°C). Отримані результати в графічному вигляді представлені на Фіг.4, на якій показана залежність в'язкості зсуву від швидкості зсуву.

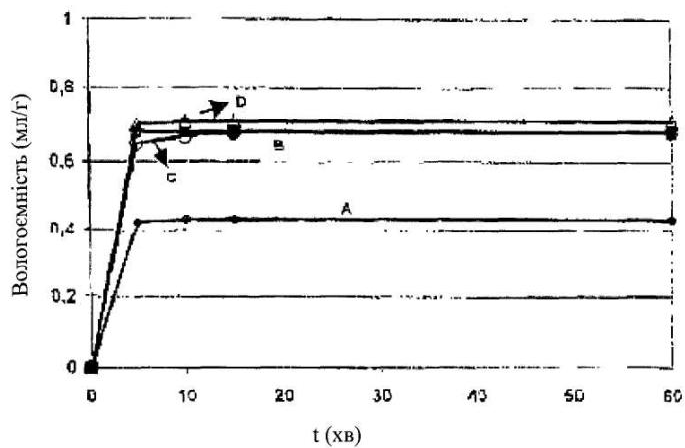
У порівнянні з композицією, що містить порівняльний продукт В, яка містить отриманий запропонованим у винаході способом продукт А, композиція має у всьому діапазоні швидкості зсуву меншу в'язкість зсуву, що узгоджується з її індексом розплаву.

Обидві полімерні композиції додатково наносили екструзією на тонкий мідний провідник із круглим перетином площею 0,5мм². Ці експерименти проводили з використанням екструдера Francis Shaw Extruder, обладнаного ВМ-шнеком (скорочення "ВМ" від "Brevet Maillefer", патент на ім'я фірми Maillefer). Найбільш важливі параметри цих експериментів показані нижче в таблиці 10.

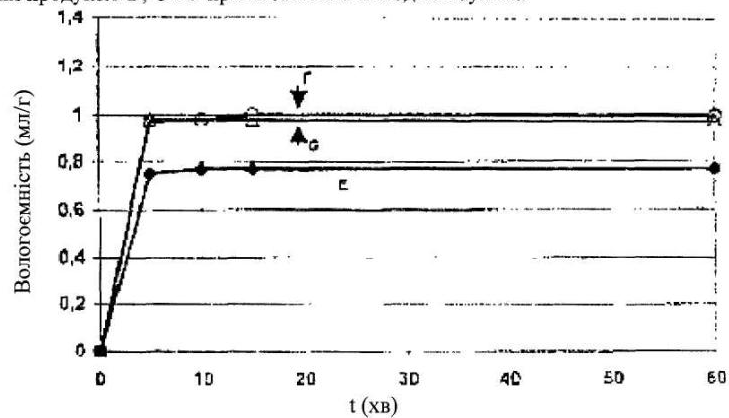
При незмінній швидкості витягування, відповідно екструзії композицію, що містить отриманий запропонованим у винаході способом гідроксид алюмінію, можна наносити екструзією на мідний провідник з прикладанням до розплаву меншого тиску і при меншій температурі розплаву в порівнянні з композицією, що містить порівняльний продукт. І навпаки, швидкість витягування мідного провідника при нанесенні на нього ізоляції з композиції, що містить отриманий запропонованим у винаході способом гідроксид алюмінію, можна підвищити, збільшивши частоту обертання шнека до значень понад 30об/хв і збільшивши тим самим тиск, що прикладається до розплаву, і його температуру, наприклад, до значень, на які ці параметри встановлюються при переробці полімерної композиції, що містить порівняльний продукт В, і при частоті обертання шнека, рівній 30об/хв. Варто, однак, відзначити, що установка, на якій проводили подібні експерименти, не була розрахована на роботу з більш високою швидкістю витягування провідника, який покривають ізоляцією.

Таблиця 10

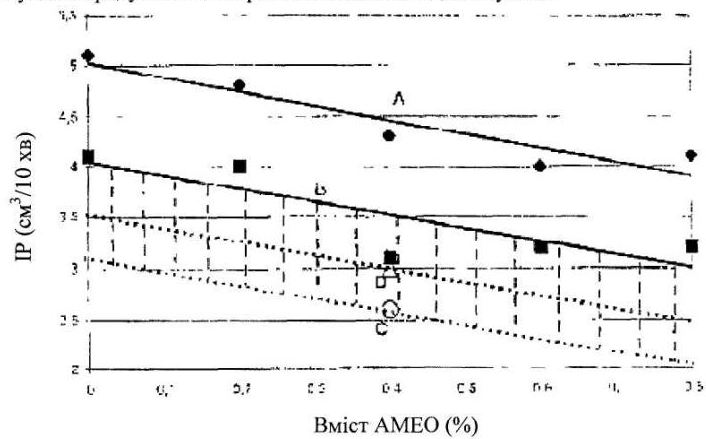
Наповнювач	Параметри, відрегульовані на постійні значення			Параметри, які регулюють в процесі екструзії	
	швидкість витягування (м/хв)	частота обертання шнека (об/хв)	внутрішній/зовнішній діаметр екструзійної голівки (мм)	температура розплаву (°C)	тиск, який прикладають до розплаву (бар)
Продукт А	650	30	0,85/1,4	151	750
Продукт В	650	30	0,85/1,4	168	800



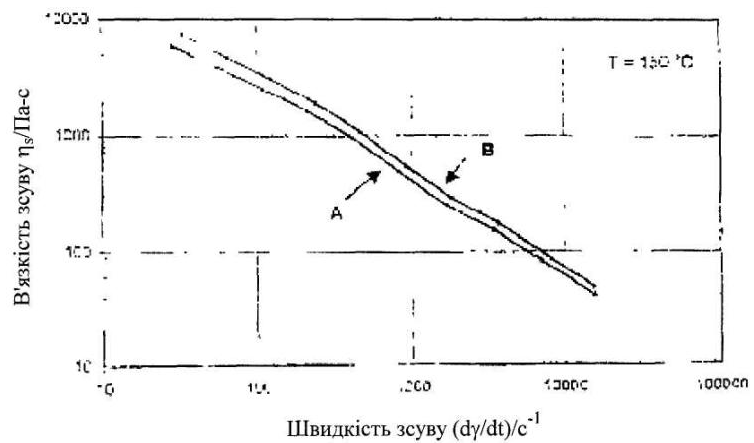
Фіг. 1: Вологоємність запропонованого у винаході продукту А і комерційно доступних продуктів В, С і D при визначенні методом Баумана



Фіг. 2: Вологоємність запропонованого у винаході продукту Е і комерційно доступних продуктів F і G при визначенні методом Баумана



Фіг. 3: Значення IP в залежності від вмісту аміносилану



Фіг. 4: В'язкість зсуву композицій зазначеного в таблиці 8 складу