

Sposób wytwarzania termoplastycznej kompozycji polietylenowej

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania termoplastycznej kompozycji polietylenowej w procesie uplastyczniania dwuślimakowego
5 znajdującą zastosowanie w pławach nawigacyjnych.

Znane są liczne rozwiązania dotyczące wytwarzania kompozycji polietylenowych oraz sposobów ich przetwarzania w procesach uplastyczniania i wylączania, zarówno jedno-, jak i dwuślimakowego. W dokumentach patentowych przedstawione są w szczególności kompozycje o złożonej strukturze molekularnej,
10 kompozycje wielofrakcyjne oraz materiały zawierające różnego rodzaju wypełniacze, których celem jest uzyskanie określonych właściwości mechanicznych, reologicznych lub przetwórczych.

Znane są z europejskiego zgłoszenia patentowego nr EP2267070A1 polietylenowe kompozycje typu bimodalnego, otrzymywane w układach wieloreaktorowych, charakteryzujące się ściśle kontrolowanym rozkładem masy
15 cząsteczkowej oraz parametrami reologicznymi dostosowanymi do wytwarzania rur i powłok ochronnych.

W europejskim opisie patentowym nr EP3660090B1 przedstawiono kompozycję polietylenową przeznaczoną do formowania mikroporowatych struktur, definiowaną poprzez charakterystyczny przebieg momentu obrotowego w
20 trakcie uplastyczniania i parametry proszku polietylenowego.

Z polskiego zgłoszenia patentowego nr PL432092A1 znane są sposób wytwarzania regranulatu o ulepszonych właściwościach użytkowych oraz regranulat uzyskany tym sposobem. Sposób polega na tym, że posortowany odpad
25 polietylenowy LDPE mieli się, miesza i ujednolica po czym umieszcza w bębnie wylączarki i podgrzewa do temperatury 160 - 260°C, korzystnie 180°C. Gdy surowiec ulega wstępnemu uplastycznieniu, dodaje się uprzednio przygotowane napelniacze w postaci kompozycji polimerowych na nośniku LDPE, pozyskanym z recyklingu oraz z dodatkiem zeolitu, talku oraz tlenku cynku. Każda kompozycja
30 polimerowa jest sporządzana oddzielnie i dodawana oddzielnie. Regranulat,

stanowi odpad polietylenowy LDPE w ilości 88 – 92%, korzystnie 90%, zeolit w ilości 4 - 6 części procentowych, korzystnie 5%, talk, korzystnie 2 - 4%, korzystnie 3% oraz tlenek cynku w ilości 1,5 - 2,5%, korzystnie 2%.

5 Z polskiego opisu patentowego nr PL246152B1 znany jest sposób wytwarzania w procesie wytłaczania z wykorzystaniem mieszania wstępnego oraz precyzyjnego dozowania dodatków kompozycji polimerowej składającej się z tworzywa biodegradowalnego z grupy poliestrów alifatycznych, karbonizowanego włókna roślinnego, wermikulitu ekspandowanego, gliceryny bezwodnej i alkoholu etylowowinylowego.

10 Celem wynalazku jest otrzymanie termoplastycznej kompozycji polietylenowej o wysokiej stabilności właściwości mechanicznych i reologicznych.

Istotą sposobu wytwarzania termoplastycznej kompozycji polietylenowej w procesie wytłaczania w procesie uplastyczniania dwuślimakowego z zastosowaniem głowicy granulacyjnej wytłaczarki, **według wynalazku, jest to, że**
15 umieszcza się w pojemniku mikrokulki szklane o granulacji od 250 µm do 630 µm w ilości od 10% do 15% wagowo składu kompozycji, po czym zalewa się mikrokulki szklane acetonem technicznym w proporcji 1:1,6. Następnie potrząsa się pojemnikiem w czasie od 90 s do 180 s z częstotliwością od 2 Hz do 3 Hz. Następnie suspensję umieszcza się na sicie o oczkach o wielkości od 220 µm do
20 250 µm pod wyciągiem mechanicznym na czas 24 h do pełnego odparowania acetonu technicznego. Następnie do mieszalnika planetarnego z dozownikiem grawimetrycznym wprowadza się uprzednio przygotowane mikrokulki szklane oraz polietylen typu LLDPE w ilości od 85% do 90% wagowo składu kompozycji, po czym całość miesza się mieszadłem planetarnym z prędkością 25 obr/min.
25 Następnie mieszaninę podaje się do leja zasypowego układu uplastyczniającego wytłaczarki dwuślimakowej, po czym nagrzewa się mieszaninę w strefie pierwszej do temperatury 150°C, w strefie drugiej do temperatury 160°C, w strefie trzeciej do temperatury 165°C, w strefie czwartej do temperatury 170°C, w strefie piątej do temperatury 173°C, a w strefie szóstej do temperatury 175°C i wytłacza się
30 mieszaninę przez głowicę granulacyjną wytłaczarki z jedną strefą grzejną o

temperaturze 175°C przy obrotach ślimaka 1,75 s⁻¹. Następnie chłodzi się wytłoczoną w płaszczu wodnym o temperaturze 55°C, po czym wprowadza się do głowicy tnącej i rozdrabnia się do postaci granulatu.

Korzystnym skutkiem wynalazku jest to, że umożliwia wytworzenie termoplastycznej kompozycji polietylenowej zawierającej jednorodny rozkład mikrokulek szklanych poprawiających właściwości mechaniczne i reologiczne kompozycji. Dzięki zastosowaniu mikrokulek szklanych, kompozycja charakteryzuje się zwiększoną odpornością na zużycie tribologiczne.

Przykład 1

Termoplastyczną kompozycję polietylenową wytworzono w procesie wytłaczania w procesie uplastyczniania dwuślimakowego przeciwbieżnego z zastosowaniem głowicy granulacyjnej wytłaczarki. W pierwszym etapie przygotowano wypełniacz w postaci mikrokulek szklanych refleksyjnych o granulacji od 250 µm do 630 µm oraz współczynnika załamania światła klasy A dostarczonych przez Interminerglass Sp. z o.o. W pojemniku umieszczono 4,5 kg mikrokulek szklanych, które następnie zalano 7,2 kg acetonu technicznego o wzorze chemicznym C₃H₆O, co odpowiadało stosunkowi 1:1,6. Następnie pojemnik zamknięto i wstrząsano ręcznie, stosując ruchy posuwisto-zwrotne, w czasie 180 s z częstotliwością 3 Hz, zapewniając równomierne zwilżenie powierzchni wypełniacza. Po wstrząśnięciu suspensję odprowadzono na sito o oczkach o wielkości 250 µm i pozostawiono pod wyciągiem na czas 24 h do całkowitego odparowania rozpuszczalnika. Uzyskano sypki, aktywowany powierzchniowo wypełniacz, niewykazujący aglomeracji i zachowujący pierwotną geometrię. W drugim etapie mieszaninę surowcową przygotowano w mieszalniku planetarnym wyposażonym w dozownik grawimetryczny dostarczony przez Brabender Technologie GmbH. Do układu podano 30 kg granulatu polietylenowego typu LLDPE oraz 4,5 kg przygotowanych mikrokulek szklanych. Dozowanie prowadzono w trybie rzeczywistej kontroli przepływu masowego, utrzymując odchylenie proporcji na poziomie ±0,15%, co zapewniło stabilność i jednorodność mieszaniny wsadowej. Całość mieszano mieszadłem planetarnym w

czasie 6 min z prędkością 25 obr/min. Następnie premiks podano do leja zasypowego wylączarki dwuślimakowej przeciwbieżnej w układzie laboratoryjnym typu Leistritz Laborextruder LSM30, o średnicy ślimaków 34 mm i stosunku $L/D = 23$. Proces prowadzono przy profilu temperaturowym sześciu stref cylindra: strefa I - zasypu: 150°C, strefa II: 160°C, strefa III: 165°C, strefa IV: 170°C, strefa V: 173°C, a strefa VI przed dyszą: 175°C, zaś głowicę granulacyjną wylączarki utrzymywano w temperaturze 175°C. Obroty ślimaków wynosiły 1,75 s⁻¹, a ciśnienie uplastycznienia nie przekraczało 8 MPa, dzięki czemu zachowano integralność mikrokulek i jednorodność stopu. Zwoje ślimaków posiadały konfigurację ściśle zazębiającą się, generującą intensywne mieszanie dystrybucyjno-dyspersyjne bez nadmiernej kompresji objętościowej. Kompozycję wylączano przez dyszę o średnicy 2,8 mm, a następnie schładzano w płaszczu wodnym granulatora przy temperaturze czynnika chłodzącego 55°C. Po stabilnym schłodzeniu wytłoczoną podawano do głowicy tnącej granulatora i rozdrabniano do postaci granulatu.

Otrzymano kompozytowy granulaty w formie walców o średnicy 2,8 mm i długości 5 ± 1 mm. W przekroju granulatu stwierdzono równomiernie rozproszone wtrącenia wypełnienia w postaci nieuszkodzonych mikrokulek. Kompozyt charakteryzował się gęstością pozorną 920 kg/m³, wytrzymałością na rozciąganie 33 MPa, modułem Younga 1520 MPa oraz wydłużeniem przy zerwaniu 9,0%.

Przykład 2

Termoplastyczną kompozycję polietylenową wytworzono w procesie wylączania w procesie uplastycznienia dwuślimakowego przeciwbieżnego z zastosowaniem głowicy granulacyjnej wylączarki. W pierwszym etapie przygotowano wypełniacz w postaci mikrokulek szklanych refleksyjnych o granulacji od 250 µm do 630 µm oraz współczynnika załamania światła klasy A, dostarczonych przez Interminerglass Sp. z o.o. W pojemniku umieszczono 3 kg mikrokulek szklanych, które następnie zalano 4,8 kg acetonu technicznego o wzorze chemicznym C₃H₆O, co odpowiadało stosunkowi 1:1,6. Następnie pojemnik zamknięto i wstrząsano ręcznie, stosując ruchy posuwisto-zwrotne, w

czasie 90 s z częstotliwością 2 Hz, zapewniając równomierne zwilżenie powierzchni wypełniacza. Po wstrząsaniu suspensję odprowadzono na sito o oczkach o wielkości 220 μm , na którym rozprowadzono suspensję i pozostawiono pod wyciągiem na czas 24 h do całkowitego odparowania rozpuszczalnika. W wyniku procesu uzyskano sypki wypełniacz o podwyższonej adhezji powierzchniowej, bez zmian czynnika chemicznego względem procesu bazowego. W drugim etapie mieszaninę surowcową przygotowano w mieszalniku planetarnym wyposażonym w dozownik grawimetryczny dostarczony przez Brabender Technologie GmbH. Do układu podano 30 kg granulatu polietylenowego typu LLDPE oraz 3 kg przygotowanych mikrokulek szklanych. Dozowanie prowadzono w trybie rzeczywistej kontroli przepływu masowego, utrzymując odchylenie proporcji na poziomie $\pm 0,15\%$, co zapewniło stabilność i jednorodność mieszaniny wsadowej. Całość mieszano mieszadłem planetarnym w czasie 6 min z prędkością 25 obr/min. Następnie premiks podano do lejka zasypowego wytłaczarki dwuślimakowej przeciwbieżnej w układzie laboratoryjnym typu Leistritz Laborextruder LSM30, o średnicy ślimaków 34 mm i stosunku $L/D = 23$. Proces prowadzono przy profilu temperaturowym sześciu stref cylindra: strefa I - zasypu: 150°C, strefa II: 160°C, strefa III: 165°C, strefa IV: 170°C, strefa V: 173°C, a strefa VI przed dyszą: 175°C, zaś głowicę granulacyjną wytłaczarki utrzymywano w temperaturze 175°C. Obroty ślimaków wynosiły 1,75 s^{-1} , a ciśnienie uplastycznienia nie przekraczało 8 MPa, dzięki czemu zachowano integralność mikrokulek i jednorodność stopu. Zwoje ślimaków posiadały konfigurację ściśle zazębiającą się, generującą intensywne mieszanie dystrybucyjno-dyspersyjne bez nadmiernej kompresji objętościowej. Kompozycję wytłaczano przez dyszę o średnicy 2,8 mm, a następnie schładzano w płaszczu wodnym granulatora przy temperaturze czynnika chłodzącego 55°C. Po stabilnym schłodzeniu wytłoczynę podawano do głowicy tnącej granulatora i rozdrabniano do postaci granulatu.

Otrzymano kompozytowy granulat w formie walców o średnicy 2,8 mm i długości $5 \pm 0,7$ mm, o jednorodnym przekroju, bez aglomeracji wypełnienia, o gęstości pozornej 902 kg/m^3 , wytrzymałości na rozciąganie 34 MPa, module

Younga 1605 MPa oraz wydłużeniu przy zerwaniu 9,3%. Kompozyt wykazał także stabilną charakterystykę lepkości w szerokim zakresie ścinania, co potwierdza wysoką powtarzalność procesu wytwarzania.

RZECZNIK PATENTOWY
Podew
mgr Paulina Pater
Nr ew. 3571

