

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 242585 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **435509**

(22) Data zgłoszenia: **2020.09.28**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2022.04.04 BUP 14/2022**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2023.03.13 WUP 11/2023**

(51) MKP:

C08L 75/04 (2006.01)

C08J 9/00 (2006.01)

C08J 9/35 (2006.01)

C08G 18/08 (2006.01)

C08G 101/00 (2006.01)

C08K 3/04 (2006.01)

G10K 11/165 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**PRZEDSIĘBIORSTWO MOLTER SPÓŁKA
Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ,
Rudna Mała, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

**JOANNA RYSZKOWSKA,
Konstancin-Jeziorna, PL
RAFAŁ OLIWA, Rzeszów, PL
PAULINA OSTYŃSKA, Boguchwała, PL
LESŁAW BICHAJŁO, Rzeszów, PL**

(74) Pełnomocnik:

Grażyna Tomaszewska, Warszawa, PL

(54) Tytuł:

Sposób wytwarzania elastycznej pianki poliuretanowej z recyklingu PET

PL 242585 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania elastycznej pianki poliuretanowej z recyklingu PET, przeznaczonej do wytwarzania ekranów akustycznych montowanych w ciągach komunikacyjnych, w celach tłumienia hałasu wokół tych ciągów i zapewnienia bezpieczeństwa ich użytkownikom.

Z opisu zgłoszeniowego polskiego wynalazku nr P-400 402, znany jest sposób wytwarzania modułowych paneli konstrukcyjnych, zwłaszcza ekranów akustycznych i modułowy panel konstrukcyjny wytworzony tym sposobem. Panele ekranów akustycznych są wytwarzane z granulatów polimerowo-drzewnych kompozytów WPC. Żebra i przegrody paneli wypełnia się kompozytem w postaci sztywnej pianki poliuretanowej z wypełniaczem drzewnym lub celulozowym bądź pianki poliolefin i/lub spienionym odpadowym granulatem kompozytowym. W pobliżu krawędzi paneli są montowane kształtowe pręty wykonane z kompozytów z włóknem ciągłym, otrzymywane w procesie pultruzji.

Celem rozwiązania, według wynalazku, jest opracowanie sposobu wytwarzania masy przeznaczonej na ekrany akustyczne, montowane wzdłuż ciągów komunikacyjnych dla ochrony otoczenia wokół tych ciągów przed generowanym przez nie hałasem. Chodzi też o ochronę użytkowników wspomnianych ciągów komunikacyjnych.

Celem realizacji wynalazku jest również opracowanie dla potrzeb rozwoju drogownictwa nowoczesnych materiałów, które oprócz znacznie wyższej w stosunku do wcześniej stosowanych surowców izolacyjności dźwiękowej będą się wyróżniać także zwiększoną wytrzymałością mechaniczną na uderzenia, wstrząsy, podmuchy wiatru, działanie opadów atmosferycznych i inne. Ponadto będą się wyróżniać wyższym współczynnikiem niepalnienia i składem opartym na surowcu pochodzącym z recyklingu, a także odpadach surowców naturalnych, dając możliwość ich praktycznego wykorzystania.

Istotę wynalazku stanowi sposób wytwarzania elastycznej pianki poliuretanowej na bazie polioli z recyklingu, polegający na tym, że w pierwszej kolejności sporządza się przedmieszkę polioliową, mieszając 57,4-76,6% wagowych polioliu polieterowego o masie cząsteczkowej 5000 g/mol i liczbie hydroksylowej około 33 mg KOH/g z 9,6% wagowymi poliestru pozyskanego w procesie recyklingu PET o średniej masie cząsteczkowej, korzystnie 330 i liczbie hydroksylowej około 425 mg KOH/g oraz z 9,6-28,7% wagowymi polioliu fosforanowego o liczbie hydroksylowej około 170 mg KOH/g, ponadto z dodatkiem 2,0-2,9% wagowych czynnika spieniającego, korzystnie w formie wody, a także 1,2-1,7% wagowymi czynnika zmniejszającego napięcie powierzchniowe.

Wymienione składniki miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego, obracającego się z prędkością 1500 obrotów/minutę przez co najmniej 5 minut. Następnie do uzyskanej masy dla nadania jej podwyższonej odporności na płomień dodaje się 6-10% wagowych grafitu ekspandowanego o rozmiarze ziaren mniejszych niż 0,96 mm i 0,8-1,2% wagowych perlitu o rozmiarze ziaren 150 mesh, a także 25-45% napełniacza naturalnego.

Napełniaczem naturalnym są pozostałości poprodukcyjne z przerobu owoców takich jak: malina, aronia, porzeczka lub inne. Odpady mają postać wyłoków zmielonych w młynku udarowym do rozmiaru cząsteczek 13-1400 μm i suszonych w temperaturze 70°C przez 18 godzin, aż do uzyskania wilgotności mniejszej niż 6%.

Przedmieszkę uzupełnioną o wymienione składniki miesza się za pomocą szybkoobrotowego urządzenia mechanicznego z mieszadłem turbinowym o prędkości obrotowej 5000-6000 obrotów na minutę w temperaturze pokojowej przez okres korzystnie 10 minut.

Zmodyfikowaną przedmieszkę polioliową pozostawia się na przeciąg 55-65 minut w celu odpowietrzenia. Można skrócić czas odpowietrzania poprzez umieszczenie przedmieszki w komorze próżniowej.

Po upływie określonego czasu, gdy przedmieszka zostanie odpowietrzona, dodaje się do niej kolejno izocyjanian, korzystnie w postaci 4,4'-diizocyjanianu difenylometanu w ilości 25-45 g w przeliczeniu na 100 g przedmieszki oraz katalizator w ilości 1,0-1,6 g w przeliczeniu na 100 g przedmieszki. Katalizatorem jest 1,4-diazabicyklo[2.2.2]-oktan. Wszystkie składniki wraz z przedmieszką miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego, zapewniającego przepływ radialny, a po uzyskaniu jednorodności masę przelewa się do formy, w której następuje spienienie układu reakcyjnego i wytworzenie elastycznej pianki poliuretanowej na bazie polioli z recyklingu PET, zawierającej naturalne wypełniacze.

Zakłada się, że wytworzona pianka ma gęstość 65 kg/m³, twardość 5 kPa. Jej dźwiękochłonność wynosi 9 dB, a indeks tlenowy palności jest powyżej 25% co świadczy o wysokiej efektywności rozwiązania i wysokiej uzyskanego surowca do wznoszenie ekranów drogowych. Chodzi także o takie zalety jak wysoka wytrzymałość mechaniczna i niewielki stopień palności, a ponadto wysoka odporność na działanie warunków atmosferycznych.

Przykład I

Sposób wytwarzania pianki poliuretanowej na bazie polioli z recyklingu PET, przy wykorzystaniu jako napełniacze naturalnych pozostałości poprodukcyjnych z przetwórstwa owoców, głównie z malin, polega na tym, że w pierwszej kolejności sporządza się przedmieszkę polioliową.

W celu otrzymania 100 g przedmieszki miesza się 57,4 g polioli polieterowego Rokopol M1170 o masie cząsteczkowej 5000 g/mol i liczbie hydroksylowej około 33 mg KOH/g z 9,6 g polioli Polios 420PTA, pochodzącego z recyklingu odpadu PET o średniej masie cząsteczkowej około 330 i liczbie hydroksylowej około 425 mg KOH/g, z 28,7 g polioli fosforanowego o liczbie hydroksylowej około 170 mg KOH/g i nazwie handlowej Exolite OP550. Ponadto dodaje się 2,9 g wody jako środka spieniającego i 1,5 g silikonowego środka powierzchniowo czynnego o nazwie handlowej Niaux Silicone L-6900, Momentive. Wszystkie te składniki miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego, obracającego się z prędkością 1500 obrotów/minutę przez 5 minut. Następnie do tak uzyskanej przedmieszki dodaje się napełniacze naturalne w postaci wysuszonych i zmielonych wyłóków z malin w ilości stanowiącej 30% masy przedmieszki, ekspandowany grafit dla nadania masie podwyższonej odporności na płomień w ilości 10% masy przedmieszki oraz perlit w ilości 1% masy przedmieszki. Ziarna ekspandowanego grafitu mają rozmiar nie większy niż 0,96 mm, natomiast wielkość ziaren perlitu wynosi 150 mesh.

Przedmieszkę polioliową wraz z wymienionymi składnikami miesza się za pomocą szybkoobrotowego mieszadła mechaniczno-turbinowego z prędkością obrotową 5000–6000 obrotów na minutę w temperaturze pokojowej przez 10 minut.

Uzyskaną zmodyfikowaną przedmieszkę polioliową pozostawia się na przeciąg 60 minut w celu odpowietrzenia, po czym dodaje się 4,4'-diizocyjanian difenyloketanu (nazwa handlowa ONGRONAT TR 4040) w ilości 30 g w przeliczeniu na 100 g zmodyfikowanej przedmieszki oraz katalizator 1,4-diazabicyklo[2.2.2.]-oktan (nazwa handlowa DABCO) w ilości 1,1 g w przeliczeniu na 100 g zmodyfikowanej przedmieszki, po czym masę wraz z kolejnymi składnikami miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego zapewniającego przepływ radialny, przez 15 sekund. Po uzyskaniu jednorodności masę przelewa się do formy, w której następuje spienienie układu reakcyjnego i wytworzenie elastycznej pianki poliuretanowej na bazie polioli z recyklingu PET, zawierającej naturalne wypełniacze z owoców malin, odpornej mechanicznie i na działanie płomieni, nadającej się do wytwarzania ekranów akustycznych.

Przykład II

Sposób wytwarzania pianki poliuretanowej na bazie polioli z recyklingu PET i przy wykorzystaniu jako napełniacze naturalnych pozostałości poprodukcyjnych z przetwórstwa owoców, głównie z porzeczek, polega na sporządzeniu przedmieszki polioliowej.

W celu uzyskania 100 g przedmieszki polioliowej z zawartością wypełniaczy w postaci wyłóków z porzeczek, miesza się 76,6 g polioli polieterowego Rokopol M1170 o masie cząsteczkowej 5000 g/mol i liczbie hydroksylowej około 33 mg KOH/g z 9,6 g polioli Polios 420PTA, pochodzącego z recyklatu PET o średniej masie cząsteczkowej około 330 i liczbie hydroksylowej około 170 mg KOH/g oraz z 9,6 g polioli fosforanowego o liczbie hydroksylowej około 170 mg KOH/g i nazwie handlowej Exolite OP550, z dodaniem 2,0 g wody jako środka spieniającego i 1,5 g silikonowego środka powierzchniowo czynnego o nazwie handlowej Niaux Silicone L-6900, Momentive. Wszystkie składniki miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego, obracającego się z prędkością 1500 obrotów/minutę przez 5 minut.

Do tak uzyskanej przedmieszki dodaje się napełniacze naturalne w postaci wysuszonych i zmielonych wyłóków z porzeczek w ilości stanowiącej 30% masy przedmieszki, ponadto ekspandowany grafit dla nadania masie podwyższonej odporności na płomień w ilości 10% wagowych przedmieszki oraz perlit w ilości 1% wagowy przedmieszki. Ziarna ekspandowanego grafitu mają rozmiar nie większy niż 0,96 mm, natomiast wielkość ziaren perlitu wynosi 150 mesh. Całość kompozycji wraz z wymienionymi składnikami miesza się za pomocą szybkoobrotowego mieszadła turbinowego z prędkością obrotową 5000–6000 obrotów na minutę w temperaturze pokojowej przez 10 minut.

Uzyskaną zmodyfikowaną przedmieszkę polioliową pozostawia się na przeciąg 60 minut w celu odpowietrzenia, po czym do niej dodaje się 4,4'-diizocyjanian difenyloketanu (nazwa handlowa ONGRONAT TR 4040) w ilości 30 g w przeliczeniu na 100 g zmodyfikowanej przedmieszki oraz katalizator 1,4 diazabicyklo[2.2.2.]-oktan (nazwa handlowa DABCO) w ilości 1,1 g w przelicze-

niu na 100 g zmodyfikowanej przedmieszki. W dalszej kolejności masę wraz z uzupełnionymi składnikami miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego przez 15 sekund, zapewniając przepływ radialny, a następnie, po uzyskaniu jednorodności masę przelewa się do formy, w której następuje spienienie układu reakcyjnego i wytworzenie elastycznej pianki poliuretanowej na bazie polioli z recyklingu PET, zawierającej naturalne wypełniacze, odpornej mechanicznie i na działanie płomieni, przeznaczonej do wytwarzania ekranów akustycznych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania elastycznej pianki poliuretanowej na bazie polioli z recyklingu, **znamienny tym**, że sporządza się przedmieszkę polioliową, mieszając 57,4–76,6% wagowych polioliu polietereowego o masie cząsteczkowej 5000 g/mol i liczbie hydroksylowej około 33 mg KOH/g z 9,6% wagowymi poliestru pozyskanego w procesie recyklingu PET o średniej masie cząsteczkowej, korzystnie 330 i liczbie hydroksylowej około 425 mg KOH/g, a także z 9,6–28,7% wagowymi polioliu fosforanowego o liczbie hydroksylowej około 170 mg KOH/g i z 2,0–2,9% wagowymi czynnika spieniającego, korzystnie w postaci wody oraz z 1,2–1,7% wagowymi czynnika zmniejszającego napięcie powierzchniowe, przy czym mieszanie dokonuje się za pomocą mieszadła mechanicznego, obracającego się z prędkością 1500 obrotów/minutę przez co najmniej 5 minut, następnie do uzyskanej przedmieszki polioliowej dodaje się 6–10% wagowych grafitu ekspandowanego o rozmiarze ziaren mniejszych niż 0,96 mm, 0,8–1,2% wagowych perlitu o rozmiarze ziaren 150 mesh, a także 25–45% wypełniacza naturalnego w postaci pozostałości poprodukcyjnych z przerobu owoców, a w dalszej kolejności przedmieszkę uzupełnioną o następne składniki miesza się za pomocą szybkoobrotowego mieszadła mechanicznego z prędkością obrotową 5000–6000 obrotów na minutę, w temperaturze pokojowej przez okres korzystnie 10 minut, po czym zmodyfikowaną przedmieszkę pozostawia się na przeciąg 55–65 minut, po czym dodaje się do niej kolejno izocyjanian, korzystnie w postaci 4,4'-diizocyjanianu difenylometanu w ilości 25–45 g w przeliczeniu na 100 g przedmieszki oraz katalizator w ilości 1,0–1,6 g w przeliczeniu na 100 g przedmieszki, w postaci 1,4-diaza-bicyklo[2.2.2]-oktanu, ponownie przedmieszkę wraz z uzupełnionymi składnikami miesza, a następnie przelewa do formy dla przeprowadzenia spienienia układu reakcyjnego.
2. Sposób, według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako wypełniacze naturalne stosuje się wytloki, korzystnie z owoców, zmielone w młynku udarowym do rozmiaru cząsteczek 13–1400 μm , następnie wysuszone w temperaturze 70°C przez 18 godzin do maksymalnej wilgotności 6%.
3. Sposób, według zastrz. 1, **znamienny tym**, że przedmieszkę polioliową zmodyfikowaną wraz ze składnikami miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego, zapewniającego przepływ radialny.