

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

109 463

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 21.11.77 (P. 215884)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 25.09.78

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1981

Int. Cl².

CO8L 23/02

CO8K 5/14

CO8K 9/04

Twórcy wynalazku: Tadeusz Diem, Wojciech Fabianowski, Marek Sakowski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Warszawska,
Warszawa (Polska)

Środek do sieciowania poliolefin

Przedmiotem wynalazku jest środek do sieciowania poliolefin nie zawierający nadtlenu.

Sieciowanie poliolefin prowadzi do zmiany ich własności mechanicznych, podwyższenie odporności termicznej i odporności na działanie rozpuszczalników, zwiększa lepkość w stanie stopionym. Reakcja sieciowania poliolefin polega w zasadzie na reakcji rekombinacji makrorodników, zazwyczaj wobec substancji niskocząsteczkowych, posiadających własności przenoszenia łańcucha reakcji.

Znane środki do sieciowania poliolefin oparte są na nadtlenukach organicznych i są kłopotliwe do stosowania ze względu na znaczną szybkość reakcji degradacji poliolefiny w stosunku do reakcji sieciowania poliolefiny. Szczególnie w przypadku sieciowania poliolefin zawierających trzeciorzędowe węgle, takich jak polipropylen lub jego mieszaniny, konieczne jest stosowanie środków pomocniczych, które szybko reagując z wytworzonym makrorodnikiem tworzą nowy rodnik bardziej stabilny, a jednocześnie zdolny do rekombinacji z innym makrorodnikiem — czyli do utworzenia wiązania między łańcuchami węglowymi.

Celem wynalazku jest opracowanie środka do sieciowania poliolefin, zwłaszcza polipropylenu i jego mieszanin, który nie wymaga stosowania nadtlenu organicznego i w konsekwencji zmniejsza szybkość reakcji degradacji poliolefiny.

Środek do sieciowania poliolefin według wynalazku składa się z 0,5-2 części wagowych bezwodnika maleinowego, 1-5 części wagowych dwuwinylobenzenu, 0-3 części wagowych styrenu, 0-10 części wagowych alkoholu etylowego i/lub 0-5 części wagowych glikolu etylenowego oraz 0-5 części wagowych maleinianu dwuetylowego.

Zastosowanie takiego środka do sieciowania, pozwala na uzyskanie 37% frakcji żelowej w przypadku sieciowania polipropylenu i 33% frakcji żelowej w przypadku sieciowania mieszaniny polipropylenu z inną poliolefiną.

Zawartość frakcji żelowej oznaczono w następujący sposób, próbkę usieciowanego tworzywa o masie m_1 umieszczono w zamkniętej torebce z siatki miedzianej 100 mesh o masie m_2 . Torebkę z próbką ogrzewano do wrzenia we wrzącym ksylenie, pod chłodnicą zwrotną przez 4 godziny, 2 godziny we wrzącym metanolu, następnie suszono do stałej masy i ważono — otrzymując masę m_3 . Zawartość procentową frakcji żelowej obliczano ze wzoru:

$$\% \text{ frakcji żelowej} = \frac{m_3 - m_2}{m_1 - m_2} \cdot 100\%$$

Dokładność oznaczenia wynosiła 2,5%.

W poniższych przykładach przedstawiono proces sieciowania z wykorzystaniem środków sieciujących według wynalazku.

Przykład I. Przygotowano mieszaninę o następującym składzie:

Polipropylen Polypro F-400	100 cz. wag.
Bezwodnik kwasu maleinowego	1 cz. wag.
Styren	1 cz. wag.
Dwuwinylobenzen	3 cz. wag.
Alkohol etylowy	10 cz. wag.

Przed wytłoczeniem mieszanina była przetrzymywana przez tydzień w temperaturze pokojowej, aby dodane środki ciekłe równomiernie zwilżyły granulat polipropylenu. Granulat opudrowano talkiem i tak przygotowaną mieszaninę wytłoczono na wytłaczarce jednoślismakowej o średnicy cylindra 25 mm, L/D = 25, przy zachowaniu następujących temperatur w poszczególnych strefach:

Cylinder	Głowica
I strefa 130°	I strefa 210°
II strefa 160°	II strefa 225°
III strefa 190°	
IV strefa 230°	

Czas przebywania mieszaniny w wytłaczarce wynosił około 5 minut. W otrzymanym profilu stwierdzono zawartość frakcji żelowej 37%.

Przykład II. Interesujące własności posiadają polimery otrzymane przez sieciowanie mieszaniny polietylenu i polipropylenu. W celu otrzymania próbek tworzyw sztucznych tego rodzaju przygotowano mieszaninę o następującym składzie:

Polietylen Politen I 020/G0-00	50 cz. wag.
Polipropylen Polypro F-400	50 cz. wag.
Bezwodnik kwasu maleinowego	1 cz. wag.
Alkohol etylowy	10 cz. wag.
Dwuwinylobenzen	3 cz. wag.

Po wytłoczeniu profilu stwierdzono 33% zawartości frakcji żelowej.

Zastrzeżenie patentowe

Środek do sieciowania poliolefin nie zawierający nadtlenu, z n a m i e n n y t y m, że składa się z 0,5–2 części wagowych bezwodnika maleinowego, 1-5 części wagowych dwuwinylobenzenu, 0-3 części wagowych styrenu, 0-10 części wagowych alkoholu etylowego i/lub 0-5 części wagowych glikolu etylenowego oraz 0-5 części wagowych maleinianu dwuetylowego.