



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8102930**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het bereiden van polymeersmelten die vrijwel vrij zijn van vluchtige bestanddelen.**
- ⑤1 Int.Cl³: C08F 10/00, C08F 6/28, B29F 3/03.
- ⑦1 Aanvrager: Stamicarbon B.V. te Geleen.
- ⑦4 Gem.: Dr. H.B. van Leeuwen c.s.
Octrooibureau DSM
Postbus 9
6160 MA Geleen.

- ②1 Aanvraag Nr. 8102930.
- ②2 Ingediend 17 juni 1981.
- ③2 --
- ③3 --
- ③1 --
- ⑥2 --

- ④3 Ter inzage gelegd 17 januari 1983.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

STAMICARBON B.V.

Uitvinders: Albert J.H. BRASZ te Born
Nicolaas P. NAGTZAAM te Sittard
Henricus J. HELMONDS te Ulestraten
Cornelis BRONKE te Geleen

1

3287

WERKWIJZE VOOR HET BEREIDEN VAN POLYMEERSMELTEN DIE VRIJWEL VRIJ ZIJN
VAN VLUCHTIGE BESTANDDELEN

De uitvinding betreft een werkwijze voor het bereiden van polymeersmelten die vrijwel vrij zijn van vluchtige bestanddelen, uitgaande van hoogvisceuze alkeenpolymeersmelten die solvent(en) en/of resten monomeer bevatten.

5 Voor het ontgassen van solventhoudende polymeersmelten is het bekend schroefextruders te gebruiken die voorzien zijn van ontgassingsopeningen onder verminderde druk.

De verwerking van bepaalde alkeenpolymeersmelten veroorzaakt echter, met name in meerschroefsextruders, een zodanige opwarming van de polymeersmelt, dat koeling via de extruderwand noodzakelijk is. De
10 aanvraagster heeft evenwel ontdekt dat het gebruik van dergelijke gekoelde ontgassingsextruders voor het verwerken van hoogvisceuze polymeersmelten ongunstige gevolgen kan hebben. Men heeft inderdaad vastgesteld dat bij verwerking van alkeenpolymeren die een smeltindex
15 (zoals hierna nader gedefinieerd) met een waarde van minder dan 4 dg/min. hebben, onder gangbare koelvoorwaarden, de polymeersmelt in de ontgassingszone(s) van de extruder samenbalt tot een massa die niet meer over de extruderschroef uitsmeert. Dit verschijnsel heeft een
20 zeer nadelige invloed op het ontgassen van de polymeersmelt.

20 Gevonden werd nu dat deze nadelige verschijnselen bij het verwerken van hoogvisceuze polyalkeensmelten in een getempereerde ontgassingsextruder vermeden kunnen worden en polymeersmelten verkregen kunnen worden die vrijwel vrij zijn van vluchtige bestanddelen door onder wel bepaalde voorwaarden te werken.

25 Deze nieuwe werkvoorwaarden volgens de uitvinding worden daardoor gekenmerkt dat een smelt van een alkeenpolymer met een smeltindex lager dan 4 (zoals hierna nader gedefinieerd) bij een gehalte aan vluchtige bestanddelen lager dan 10% in één of meer secties met een kneedzone met drukopbouw en een ontgassingszone met verminderde druk,

81 02 930

behorende bij tot een gekoelde ontgassingsextruder, wordt behandeld, waarbij in de kneedzone(s) sterk gekoeld wordt, terwijl in de ontgassingszone(s) minder gekoeld of verwarmd wordt.

Onder smeltindex van een alkeenpolymeer zoals hierin gebruikt verstaat
 5 men de hoeveelheid polymeer die onder standaardvoorwaarden van temperatuur en druk via een standaarduitloopopening uitvloeit, uitgedrukt in dg/minuut. Voor polyetheen worden meer bepaald de standaardvoorwaarden volgens de norm ISO R 292 gebruikt. Voor andere alkeenpolymeren worden zodanige standaardnormen gehanteerd dat produkten met
 10 verwerkings- en vloeieigenschappen die onder aangepaste temperatuur- en drukvoorwaarden vergelijkbaar zijn met die van bepaalde polyetheenprodukten, een smeltindex opleveren die vergelijkbaar is met de smeltindex van die bepaalde polyetheenprodukten volgens de norm ISO R 292. Zo levert bijvoorbeeld de ASTM norm D 1238, bij een belasting
 15 van 2,16 kg en een temperatuur van 503 °K voor polypropreen smeltindexwaarden die in de praktijk vergeleken kunnen worden met de smeltindexwaarden volgens de ISO norm R 292 voor polyetheen.

Uit nader onderzoek is gebleken dat het samenballen van de polymeersmelt optreedt wanneer het temperatuurverschil tussen de polymeersmelt en de gekoelde extruderwand groter is dan een bepaalde kritische waarde. Dit kritische temperatuurverschil blijkt enerzijds afhankelijk te zijn van de viscoelastische eigenschappen (o.a. molekuulstructuur) van het polyalkeen dat verwerkt wordt, waarbij de viscoelastische eigenschappen op zich afhankelijk zijn van de temperatuur waarbij verwerkt wordt. Zo heeft men kunnen waarnemen dat
 20 naarmate het materiaal hoger molekulaair is en/of meer vertakt het kritische temperatuursverschil tussen de polymeersmelt en de extruderwand, waarbeneden de polymeersmelt gaat samenballen, kleiner (d.w.z. kritischer) is. Verder is ook het kritische temperatuursverschil
 25 kleiner naarmate de temperatuur van de smelt lager ligt.
 30

Bij voorkeur wordt de werkwijze volgens de uitvinding zo uitgevoerd, dat in een gekoelde ontgassingsextruder de temperatuur van de extrudermantel in de ontgassingszone(s) hoger gehouden wordt dan de temperatuur waarbij de polymeersmelt tot een massa samenbalt die
 35 geheel of gedeeltelijk van de extruderschroef loslaat, voor de betrokken polymeersmeltsamenstelling en temperatuur.

Dit houdt in dat de temperatuur van de extrudermantel in de ontgassingszone(s) moet beantwoorden aan de relatie:

$$T_{\text{ext}} > T_{\text{sm}} - \Delta T_{\text{kr}}$$

waarin het T_{ext} de temperatuur van de binnenmantelwand van de extruder is, T_{sm} de temperatuur van de polymeersmelt, en T_{kr} het karakteristieke temperatuursverschil voorstelt tussen een gekoelde extruderwand en de polymeersmelt waarbij, voor de betrokken polymeersmelt-samenstelling en temperatuur, de polymeersmelt samenbalt. Die karakteristieke extruderwandtemperatuur kan voor elke te verwerken polymeersamenstelling gemakkelijk door de vakman proefondervindelijk bepaald worden.

De doeltreffendheid van de werkwijze volgens de uitvinding wordt nog vergroot door het in de kneedzone(s) van de ontgassingsextruder in de polymeersmelt inkneden van een uitdrijf-medium voor de vluchtige bestanddelen zoals, in het bijzonder, water en/of stoom, methanol of een inert gas zoals bijvoorbeeld stikstof.

Zoals vermeld wordt het polyalkeen in de werkwijze volgens de uitvinding bij een gehalte aan vluchtige bestanddelen van minder dan 10 gew.-% in de ontgassingszones met verminderde druk verwerkt.

De werkwijze is echter bijzonder geschikt voor het verwerken van polymeeroplossingen zoals deze verkregen worden bij processen waarbij alkenen in oplossing ge(co)polymeriseerd worden (zogenaamde solutie-processen). Hierbij ontstaan oplossingen van polyalkenen met een gehalte aan vluchtige bestanddelen (oplosmiddel, zoals bijvoorbeeld hexaan of benzine, en comonomer, zoals bijvoorbeeld hexeen, octeen of decen) dat aanzienlijk hoger kan liggen.

Volgens een uitvoeringsvorm van de uitvinding kan nu de polymeersmelt ook bij een gehalte aan vluchtige bestanddelen tussen 5 en 25 gew.-% in de extruder ingeleid worden, waarbij de polymeeroplossing vóór de ontgassingszone(s) met verminderde druk door een flashverdampingszone met achterwaartse flashontgassing gaat waar het gehalte aan vluchtige bestanddelen tot minder dan 2-10 gew.-% wordt teruggebracht.

Bij voorkeur wordt een ontgassingsextruder gebruikt met één achterwaartse flashontgassingsopening en twee voorwaartse ontgassingszones met verminderde druk, waarbij de druk op de achterwaartse ontgassingsopening ongeveer atmosferisch is terwijl bij de

eerste ontgassingszone een druk begrepen tussen 50 en 250 mbar en bij de tweede ontgassingszone een druk begrepen tussen 10 en 100 mbar gehandhaafd wordt.

5 Zeer geschikt kan worden gebruik gemaakt van een dubbelschroefs-extruder met schroeven met gelijke rotatierichting, en meer in het bijzonder een dubbelschroefsextruder met parallelle nauwkammende schroeven met gelijke rotatierichting.

Volgens een verdere voorkeur van de uitvinding kan de doeltreffendheid van de werkwijze nog verder opgevoerd worden door gebruik
10 te maken van een tandradpomp voor de uiteindelijke drukopbouw in de polymeersmelt vanaf de laatste ontgassingszone naar de spuitplaat.

Het gebruik van een dergelijke tandradpomp maakt het inderdaad mogelijk de ontgassing bij een hogere temperatuur te bedrijven, zonder dat bij de spuitplaat een voor het polymeer nadelige te hoge
15 temperatuur ontstaat.

De werkwijze volgens onderhavige uitvinding is bijzonder geschikt gebleken voor het behandelen van polyalkeensmelten die bestaan uit een etheenpolymeer of copolymeer met een smeltindex lager dan 4 volgens de norm ISO R 292, en in het bijzonder met een smeltindex lager 3. Materialen die heel bijzonder geschikt blijken voor ver-
20 werking volgens de werkwijze zijn meer bepaald polyalkeensmelten van zogenaamd lineair lagedichtheidspolyetheen.

De uitvinding wordt verder verduidelijkt door de volgende voorbeelden, zonder evenwel daartoe te worden beperkt.

25 Voorbeelden

Smelten van verschillende hoogvisceuse polyalkeenmaterialen (smeltindex < 4 dg/min.) worden verwerkt in een dubbelschroefs ontgassingsextruder met parallelle nauwkammende schroeven met gelijke rotatierichting, zoals schematisch weergegeven in bijgesloten figuur
30 1. De extruder bestaat uit een invoersectie 2, een achterwaartse ontgassingssectie 1 bij nagenoeg atmosferische druk, een eerste mengsectie 3 met een toevoer 31 voor uitdrijfwater/stoom, een eerste ontgassingssectie 4 bij verminderde druk, een tweede mengsectie 5 met een toevoer 51 voor uitdrijfwater/stoom, een tweede ontgassingssectie
35 6 bij verminderde druk, een uiteindelijke drukopbouwende sectie 7.8 en een granulator 9.

81 02 930

Voorbeeld 1

Een polyetheenmonster met een dichtheid van 937 kg/m^3 en een smeltindex van 1 dg/min wordt als een solutie die 87 gew.-% polyetheen en 13 gew.-% hexaan-octeenmengsel bevat bij een temperatuur van 220°C in de extruder ingeleid en onder verschillende temperatuur- respectievelijk koelkondities verwerkt.

Door de achterwaartse ontgassing van de polymeeroplossing wordt het gehalte aan vluchtige bestanddelen teruggebracht tot minder dan 6 gew.-% bij het inkomen in de eerste mengsectie 3.

10 a. Koeling van de gehele extrudermantel tot een temperatuur beneden de kritische 'samenbal'-temperatuur.

In de mengsecties 3 en 5 wordt water ingeleid als uitdrijfmedium.

De extrudermantel wordt over de gehele lengte van de mengsecties, ontgassingssecties en uiteindelijke drukopbouwsectie sterk gekoeld (2800 l koelolie van 100°C). Via een observatieraam kan men vaststellen dat de polymeersmelt in de ontgassingszones samenbalt en van de extruderschroeven loslaat. De temperatuur van de extrudermantel en van de polymeersmelt in de ontgassingszones 4 en 6, alsook de temperatuur van de smelt aan de drukzijde van de spuitplaat van de granulator 9, zijn in tabel 1 weergegeven, samen met het gehalte aan vluchtige bestanddelen in de polymeersmelt na de laatste ontgassingszone.

20 b. Koeling van de gehele extrudermantel tot een temperatuur boven de kritische 'samenbal'-temperatuur.

25 In de mengsecties 3 en 6 wordt water ingeleid als uitdrijfmedium. De extrudermantel wordt over de gehele lengte van de mengsecties, ontgassingssecties en uiteindelijke drukopbouwsectie zoveel gekoeld (2800 l koelolie van 210°C) dat geen samenballing van de polymeersmelt in de ontgassingszones optreedt. De temperaturen van de extrudermantel en van de polymeersmelt in de ontgassingssecties 4 en 6 alsook de temperatuur van de smelt aan de drukzijde van de spuitplaat van de granulator 11, zijn in tabel 1 weergegeven, samen met het restgehalte aan hexaan en aan octeen in de polymeersmelt na de laatste ontgassingszone. Het totale restgehalte aan vluchtige bestanddelen bedraagt 560 ppm , maar de temperatuur van de smelt bij de spuitplaat is aanzienlijk hoger dan in bovenstaande proef.

c. Werkvoorwaarden volgens de uitvinding: selectieve koeling van de extrudermantel in de mengsecties.

In de mengsecties 3 en 5 wordt water ingeleid als uitdrijfmedium. De extrudermantel wordt in de mengsecties 3 en 5 en in de uiteindelijke
5 drukopbouwende sectie 7/8 sterk gekoeld (2100 l koelolie van 210°C).
In de ontgassingsmengsecties 4 en 6 wordt beperkt gekoeld (900 l koelolie van 170°C).

Via de observatieramen in de ontgassingssecties kan men waarnemen dat de polymeersmelt niet samenbalt en goed over de extruderschroeven
10 uitsmeert. De temperaturen van de extrudermantel en van de polymeersmelt in de ontgassingszones, alsook de temperatuur van de smelt bij de spuitplaat zijn in tabel 1 weergegeven, samen met het gehalte aan vluchtige bestanddelen in de polymeersmelt na de laatste ontgassingszone.

15 Tabel 1

Ontgassing van een polyetheensmelt met smeltindex 1, onder werkvoorwaarden volgens de uitvinding (c) en onder vergelijkingsvoorwaarden (a en b).

Verwerkingsvoorwaarden		Temperaturen in °C						Restgehalten (ppm)		
20	waarden	1e ontgas- singszone			2e ontgas- singszone			Spuit- plaat	hexaan	octeen
		Text	T _{sm}	ΔT	Text	T _{sm}	ΔT			
	sterke koeling									
25	gehele extruder a)	152	186	34	144	175	31	220	780	1890
	matige koeling									
	gehele extruder b)	230	248	18	225	248	23	268	140	320
	selektieve sterke koeling in meng-									
30	secties c)	193	204	11	180	192	12	227	300	680

Voorbeeld 2

Een polyetheenmonster met een dichtheid van 920 kg/m^3 en een smeltindex van 2 dg/min. wordt als een solutie die 87 gew.-% polyetheen en 13 gew.-% hexaan-octeenmengsel bevat bij een temperatuur van 220°C in de extruder ingeleid en onder verschillende temperatuur-respectievelijk koelcondities verwerkt.

Door de achterwaartse ontgassing van de polymeeroplossing wordt het gehalte aan vluchtige bestanddelen teruggebracht tot minder dan 6 gew.-% bij het inkomen van de eerste mengsectie 3.

10 In de mengsecties 3 en 5 wordt water ingeleid als uitdrijfmedium.

a. Koeling van de gehele extrudermantel tot een temperatuur beneden de kritische 'samenbal'-temperatuur.

De extrudermantel wordt over de gehele lengte van de mengsecties, ontgassingssecties en uiteindelijke drukopbouwsectie sterk gekoeld (2800 l koelolie van 78°C). De polymeersmelt balt in de ontgassingszones samen en smeert niet meer over de extruderschroeven uit.

De temperaturen van de extrudermantel en van de polymeersmelt in de ontgassingszones, en de temperatuur van de smelt aan de drukzijde van de spuitplaat zijn in tabel 2 weergegeven, samen met het gehalte aan vluchtige bestanddelen in de polymeersmelt na de laatste ontgassingszone.

b. Koeling van de gehele extrudermantel tot een temperatuur boven de kritische 'samenbal'-temperatuur.

25 De extrudermantel wordt over de gehele lengte van de mengsecties, ontgassingssecties en uiteindelijke drukopbouwsectie zoveel gekoeld (2800 l koelolie van 185°C) dat geen samenballen van de polymeersmelt in de ontgassingszones optreedt.

De temperatuur van de extrudermantel en van de polymeersmelt in de ontgassingszones en de temperatuur van de smelt aan de drukzijde van de spuitplaat zijn in tabel 2 weergegeven, samen met het restgehalte aan hexaan en aan octeen in de polymeersmelt na de laatste ontgassingszone. Het totale restgehalte van vluchtige bestanddelen bedraagt 965 ppm maar de temperatuur van de smelt bij de spuitplaat is aanzienlijk hoger dan in bovenstaande proef.

c. Werkvoorwaarden volgens de uitvinding: selectieve koeling van de extrudermantel in de mengsecties.

- De extrudermantel wordt selectief in de mengsecties 3 en 5 en in de uiteindelijke drukopbouwende sectie 7/8 sterk gekoeld (1900 l koelolie van 85°C). In de ontgassingssecties 4 en 6 wordt beperkt gekoeld (900 l koelolie van 165°C). De polymeersmelt balt niet samen en smeert goed uit over de extruderschroeven. De temperaturen van de extrudermantel en van de polymeersmelt zoals gemeten in de ontgassingszones en de temperatuur van de smelt bij de spuitplaat zijn in tabel 2 weergegeven, samen met het restgehalte aan hexaan en aan octeen in de polymeersmelt na de laatste ontgassingszone.

Tabel 2

- Ontgassing van een polyetheensmelt met smeltindex 1, onder werkvoorwaarden volgens de uitvinding (c) en onder vergelijkingsvoorwaarden (a en b).

	Verwerkingsvoor- waarden	Temperaturen in °C							Restgehalten (ppm)	
		1e ontgas- singszone			2e ontgas- singszone			Spuut- plaat	hexaan	octeen
		Text	T _{sm}	ΔT	Text	T _{sm}	ΔT			
20	sterke koeling									
	gehele extruder a)	127	172	45	123	165	42	200	970	2380
	matige koeling									
	gehele extruder b)	205	222	17	201	220	19	230	215	750
25	selektieve sterke koeling in meng- secties c)	185	193	8	178	185	7	205	320	725

Voorbeeld 3

Drukopbouw voor de spuitplaat met behulp van een tandradpomp.

- Een polyetheen monster met een dichtheid van 937 km³ en een smeltindex

8102930

van 1 dg/min. wordt als een solutie die 87 gew.-% polyetheen en 13 gew.-% hexeen-octeenmengsel bevat verwerkt in eenzelfde ontgassings-extruder als hierboven beschreven, behalve dat de uiteindelijke drukopbouw niet in een dubbelschroefsectie wordt verwezenlijkt, maar dat
5 de extruder, zoals in bijgesloten figuur 2 weergegeven aan de uitgang van de laatste ontgassingszone 6 verbonden is met een tandradpomp 10 die de noodzakelijke druk voor de granulator verschaft.
De polymeersolutie wordt bij een temperatuur van 220°C ingeleid en door de achterwaartse ontgassing wordt het gehalte aan vluchtige
10 bestanddelen teruggebracht tot minder dan 6 gew.-%.
In de mengsecties 3 en 5 wordt water ingeleid als uitdrijfmedium. De extrudermantel wordt selectief gekoeld in de mengsecties 3 en 5, en niet gekoeld in de ontgassingssecties 4 en 6, zodanig dat de temperatuur van de smelt bij het uitkomen van de laatste ontgassingszone
15 239°C bedraagt. Door het gebruik van de tandradpomp is de temperatuur van de smelt bij de spuitplaat van de granulator niet hoger dan 240°C, terwijl men een totaal restgehalte aan vluchtige bestanddelen van 560 ppm meet.

Wanneer de uiteindelijke drukopbouw met behulp van een dubbelschroefsectie 7/8 volgens figuur 1 wordt verwezenlijkt moet, voor
20 eenzelfde temperatuur van 240°C bij de spuitplaat van de granulator zodanig gekoeld worden dat de temperatuur van de smelt bij het uitkomen van de laatste ontgassingszone 221°C bedraagt. Onder die omstandigheden meet men een totaal restgehalte aan vluchtige bestanddelen
25 van 850 ppm.

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bereiden van polymeersmelten die vrijwel vrij zijn van vluchtige bestanddelen, van polyalkenen met een smeltindex lager dan 4, door verwerking van smelten die vluchtige bestanddelen bevatten in een gekoelde ontgassingsextruder, met het kenmerk, dat het polyalkeen bij een gehalte aan vluchtige bestanddelen lager dan 10% in een of meer secties met een kneedzone met drukopbouw en een ontgassingszone met verminderde druk wordt behandeld, waarbij in de kneedzone(s) sterk gekoeld wordt terwijl in de ontgassingszone(s) minder gekoeld of verwarmd wordt.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de temperatuur van de extrudermantel in de ontgassingszone(s) hoger is dan de temperatuur waarbij, voor de betrokken polymeersmeltsamenstelling en temperatuur, de polymeersmelt tot een massa samenbalt die geheel of gedeeltelijk van de extruderschroef loslaat.
3. Werkwijze volgens conclusie 1-2, met het kenmerk, dat de temperatuur van de extrudermantel in de ontgassingszone(s) beantwoordt aan de voorwaarde
$$T_{\text{ext}} > T_{\text{sm}} - \Delta T_{\text{kr}}$$
waarin T_{ext} de temperatuur van de binnenmantelwand van de extruder en T_{sm} de temperatuur van de polymeersmelt voorstellen, terwijl T_{kr} het karakteristieke kritische temperatuursverschil voorstelt tussen een gekoelde extruderwand en een polymeersmelt waarbij, voor de betrokken polymeersmeltsamenstelling en temperatuur, de polymeersmelt samenbalt tot een massa die wezenlijk niet meer over de extruderschroef uitsmeert.
4. Werkwijze volgens conclusie 1-3, met het kenmerk, dat in de kneedzone(s) een uitdrijfmedium voor de vluchtige bestanddelen wordt ingekneed.
5. Werkwijze volgens conclusie 4, met het kenmerk, dat als uitdrijfmedium water en/of stoom gebruikt wordt.
6. Werkwijze volgens conclusies 1-5, met het kenmerk, dat de polymeersmelt voorafgaand in een flashontgassingszone met achterwaartse flashontgassing behandeld is, waarin het gehalte aan vluchtige bestanddelen van een initiale waarde tussen 5 en 25 gew.-% teruggebracht wordt tot een waarde lager dan 2-10 gew.-%.

7. Werkwijze volgens conclusies 1-6, met het kenmerk, dat een ontgassingsextruder met een achterwaartse flashontgassingsopening en twee voorwaardse ontgassingszones met verminderde druk wordt gebruikt, waarbij de druk op de achterwaartse ontgassingsopening
5 ongeveer atmosferische is terwijl bij de eerste ontgassingszone een druk begrepen tussen 50 en 250 mbar, en bij de tweede ontgassingszone een druk begrepen tussen 10 en 100 mbar gehandhaafd wordt.
8. Werkwijze volgens conclusies 1-7, met het kenmerk, dat een
10 dubbelschroefsextruder met schroeven met gelijke rotatierichting wordt gebruikt.
9. Werkwijze volgens conclusie 8, met het kenmerk, dat een extruder met parallelle nauwkammende schroeven wordt gebruikt.
10. Werkwijze volgens conclusies 1-9, met het kenmerk, dat de uitein-
15 delijke extruderdruk bij de uitgang van de extruder vanaf het uitkomen van de laatste ontgassingszone tot stand gebracht wordt met behulp van een tandradpomp.
11. Werkwijze volgens conclusie 10, met het kenmerk, dat gebruik
20 gemaakt wordt van een dubbelschroefsextruder waarin de kneedzone(s) van de ontgassingszone(s) met verminderde druk gescheiden zijn door twee dubbele schroefelementen met tegengestelde spoed.
12. Werkwijze volgens conclusie 1-11, met het kenmerk, dat men een
25 polyalkeensmelt behandeld bestaande uit een etheenpolymeer of copolymeer met een smeltindex lager dan 4 volgens de norm ISO R 292.
13. Werkwijze volgens conclusie 12, met het kenmerk, dat men een etheenpolymeer of copolymeer behandeld met een smeltindex lager dan 3.
- 30 14. Werkwijze volgens conclusie 12-13, met het kenmerk, dat men een polyalkeensmelt behandelt van lineair lagedichtheidspolyetheen.

GL/

81 02 930

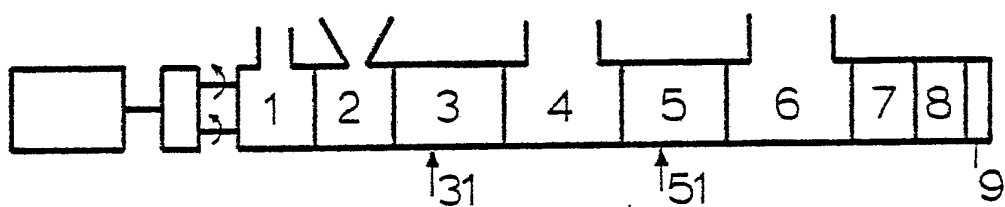


FIG. 1

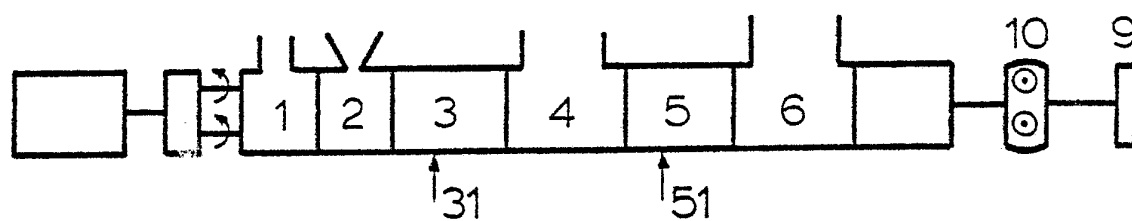


FIG. 2