



## SUOMI—FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus  
Patent- och registerstyrelsen

[B] (11) **KUULUTUSJULKAISU** 67321  
**UTLÄGGNINGSSKRIFT**

C (45) Patentti-työnantaja 11 33 1985  
Patent meddelat

(51) Kv.lk.<sup>3</sup> /Int.Cl.<sup>3</sup> B 29 F 3/01, B 29 G 2/00

(21) Patentihakemus — Patentansöknin	781777
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	05.06.78
(23) Alkuperäpäivä — Giltighetsdag	05.06.78
(41) Tulut julkaisti — Blivit offentlig	06.12.79
(44) Nähtävöksiänon ja kuuljulkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	30.11.84
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet	

(71) Moskovsky Khimiko-Tekhnologicheskyy Institut Imeni D.I. Mendeleeva,  
Miussskaya ploschad 9, Moskva, USSR(SU)

(72) Vasily Petrovich Menshutin, Moskva, Modest Sergeevich Akutin, Moskva,  
Nikolai Viktorovich Iovdalsky, Krasnodar, Alla Naumovna Minakova,  
Zhdanov, Evgeny Romanovich Zherebtsov, Moskovskaya oblast, Anatoly  
Danilovich Sokolov, Moskva, Vsevolod Vasilievich Abramov, Moskva,  
Galina Dmitrievna Melekhova, Moskovskaya oblast, Alexandr Nikolaevich  
Ustkachkintsev, Moskovskaya oblast, USSR(SU)

(74) Oy Kolster Ab

(54) Menetelmä erittäin viskoosisen kerta- tai kestopuovimateriaalin suulake-  
puristamiseksi - Förfarande för strängsprutning av ett högvisköst härd-  
eller termoplastmaterial

Keksinnön kohteena on menetelmä erittäin viskoosisen kerta-  
tai kestopuovimateriaalin suulakepuristamiseksi.

Polymeeriaineen käsittely suulakepuristusmenetelmällä mää-  
rää joko lopullisten tuotteiden tai jatkokäsittelyyn sopivien  
rakeiden tuotannon. Suulakepuristusmenetelmä käsittää aineen sulat-  
tamisen ja sulatteen puristamisen suulakelaitteen läpi rakeiden tai  
lopullisten tuotteiden valmistamiseksi. Polymeeriaineiden käytöllä  
rakeistetussa muodossa on tiettyjä etuja. Rakeet tekevät mahdolli-  
seksi tarkan annostuksen, mikä johtuu hyvästä juoksevuudesta, ja ne  
myötävaikuttavat myös parempiin työolosuhteisiin työtilojen oleelli-  
sesti alentuneen pölyämisen vaikutuksesta.

Nykyään kuumassakovettuvien seka-aineiden rakeistaminen on suuri tekninen ongelma, huolimatta siitä, että on käytettävissä tiettyjä menetelmiä kuumassa kovettuvien rakeistettujen aineiden valmistamiseksi.

Kuumassa kovettuvien aineiden käsittely ruiskupuristus- tai muottipuristusmenetelmillä ruuvilla esiplastisoimalla määrää tiukennettuja vaatimuksia granulometrisen yhdistelmän muuttumatto- muudelle.

Rakeistettujen kuumassa kovettuvien sekamuovien valmistus suoritetaan kahdella tavalla, nimittäin: joko seka-aineiden valmistuksen aikana tai sen jälkeen, ts. ennen tuotteiksi muovaamista.

Tekniikan tasolla tunnetaan kuumassa kovettuvien muovien rakeistamiseksi menetelmä suulakepuristamalla ja se käsittää melamiini- tai fenolihartsien sulattamisen suulakepuristimessa ja saadun tuotteen suulakepuristamisen ristikon läpi lämpötilassa väliltä 80-100°C; näin muodostetut säikeet leikataan ennalta määrätyn kokoisiksi rakeiksi. Kuitenkin tähän liittyvät vaikeudet, jotka aiheutuvat lämpötilaolosuhteiden ylläpitämisestä suurella tarkkuudella, vaikeuttavat oleellisesti suulakepuristusprosessia. Lisäksi saaduilla rakeilla ei ole riittävän hyvät ruiskupuristus- ominaisuudet.

"Werner & Pfleiderer", eräs länsisaksalainen yhtiö, on yrittänyt voittaa tämän haitan kehittämällä jatkuvan menetelmän kuumassa kovettuvan seka-aineen valmistamiseksi ja sen rakeistamiseksi suulakepuristamalla. Tässä menetelmässä lähtömassa sulatetaan, homogenoidaan ja kondensoidaan osaksi, minkä jälkeen siihen lisätään "aine", joka pysäyttää kondensoimisreaktion ja alentaa tuotteen viskositeettiä. Tällaisena "aineena" käytetään vettä 0,5-, 8,0 paino-%:n määrä.

On kuitenkin myös tunnettua, että veden lisääminen kuumassa kovettuvaan seka-aineeseen huonontaa tästä aineesta myöhemmin valmistettavien tuotteiden eristys- ja fysikaalismekaanisia ominaisuuksia.

Suulakepuristettaessa lämpömuovautuvaa ainetta rajoittaa purseen ulosvirtausta erilaisten vikojen muodostuminen sen pinnalle, mistä on seurauksena lopullisten tuotteiden huonontunut ulkonäkö. Lisäksi kohdataan suuria vaikeuksia suulakepuristettaessa erittäin viskoosisia lämpömuovautuvia aineita.

Tekniikan tasolla tunnetaan myös menetelmä tuotteiden valmistamiseksi kestumuveista, kuten polyolefiineistä, joiden sula-

indeksi on 0,3 g/10 min. ja tämä menetelmä käsittää polymeerin sekoittamisen voiteluaineen kanssa ja sen jälkeen pursutuksen mäntäsuulakepuristimessa. Menetelmä lopullisten puristettujen tuotteiden valmistamiseksi suoritetaan seuraavalla tavalla. Polymeeriaineen rakeita syötetään syöttölaatikosta suulakepuristuskanavaan, jossa rakeet pehmenetään lämpötilan vaikutuksella, sulatetaan ja sitten niiden kulkiessa jäähdytysvyöhykkeen kautta puristetaan tuotteiksi. Kestomuovin muovattavuus varmistetaan tässä tapauksessa lisäämällä siihen voiteluaineita, kuten glyserolia korkeampien alifaattisten happojen amidien kanssa. Tällä alan aikaisemmalla menetelmällä on kuitenkin tiettyjä haittoja, kuten alhainen muovaustuotantokyky (lopullisen tuotteen ulosvirtausnopeus on ainoastaan 0,15-0,64 m/min) ja alhainen aineen tiivistymisaste muodostussuulakkeessa, mistä on seurauksena lopullisen tuotteen huonontunut laatu. Suuresti paisutettujen kestomuovien, tai kestomuovien, jotka sisältävät suuren määrän geelimäistä jaetta, puristaminen on täysin mahdoton suorittaa käyttäen tätä menetelmää, ts. suulakepuristamista, silloinkin kun lisätään voiteluaineita.

Keksinnön kohteena on menetelmä kertamuovimateriaalin nopeaksi suulakepuristamiseksi kun sulan materiaalin viskositeetti on  $50 \cdot 10^6 - 300 \cdot 10^6$  p.

Keksinnölle on tunnusomaista, että materiaaliin lisätään ennen suulakepuristusta voiteluainetta, joka alentaa sulatteen ulkoista kitkaa, sellaisessa määrin, että sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan välinen suhde on 1,5-4,0, ja että suulakepuristus suoritetaan lämpötilassa  $90-110^{\circ}\text{C}$  nopeudella 20-300 m/min.

Keksinnön kohteena on myös menetelmä kestomuovimateriaalin suulakepuristamiseksi sulaindeksin ollessa 0,1-0,01 g/10 min nopeudella 20-300 m/min, jolle menetelmälle on tunnusomaista, että materiaaliin lisätään ennen suulakepuristusta voiteluainetta, joka alentaa sulatteen ulkoista kitkaa, sellaisessa määrin, että sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan välinen suhde on 1,5-4,0, ja että suulakepuristus suoritetaan lämpötilassa  $140-170^{\circ}\text{C}$ .

Keksinnön mukainen menetelmä tekee mahdolliseksi valmistaa kuumana kovettuvista aineista rakeita, joista edelleen voidaan valmistaa tuotteita tavanomaisin eri menetelmin.

Tästä rakeistetusta aineesta saatavilla tuotteilla on hyvät fysikaalimekaaniset ja eristävät ominaisuudet.

Tämän keksinnön mukainen menetelmä tekee myös mahdolliseksi lämpömuovautuvista aineista valmistaa erilaisia muotoiltuja tuotteita, kuten putkia ja levyjä kasvaneella pursutusnopeudella ja niiden pinnan hyvällä laadulla.

Kuten jo edellä mainittiin tulisi sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan arvojen suhteen vaihdella välillä 1,5 - 4,0. Tämän suhteen alentamisesta 1,5:n alapuolelle on seurauksena purseen pinnan laadun huononeminen, mikä johtuu sulatteen lisääntyneestä tarttumisesta suulakepuristuslaitteiston ainekseen. Tämän suhteen nostaminen 4,0:n yläpuolelle tekee välttämättömäksi käyttää hyvin suuria paineita pursotuksessa, ts. voimia, jotka vaaditaan työntämään aine muodostussuulakkeen läpi. Tämä suhde on ratkaiseva, koska se sallii menetelmän toteuttamisen olosuhteissa, joissa sulatettu aine liukuu seiniä pitkin suulakepuristuslaitteen sisätyöpinnoilla. Aineen liikkuminen suulakepuristimessa ja muodostussuulakkeessa tapahtuu tässä tapauksessa jännityksettömän tulpan muodossa, mikä tarkoittaa, että aineen liikkeen nopeudet alueilla lähellä laitteen seinämiä ja aineen nopeudet sen sisätilassa lähestyvät toisiaan tai ovat samat. Tämä asiantila tekee mahdolliseksi aineiden suulakepuristamisen suorittamisen lisääntyneillä nopeuksilla väliltä 20-300 m/min.; lisäksi alle 20 m/min. nopeudella seiniä lähellä olevia liukumisolosuhteita ei voida taata.

Kuumana kovettuvan lähtöaineen viskositeetin tulisi olla väliltä  $50 \times 10^6$  -  $300 \times 10^6$  poisia. Tämä viskositeettialue tulisi pitää edellämäintun suhteen ylläpitämiseksi sulatteen ulkoisen ja sisäisen kitkan arvojen välillä edellämääritetyllä alueella.

Lämpömuovautuvan lähtöaineen sulaindeksin tulisi vaihdella välillä 0,01 - 0,1 g/10 min. Tämä on myös välttämätöntä sulatteen ulkoisen ja sisäisen kitkan arvojen välisen suhteen pitämiseksi edellä määritetyllä alueella. Käsite "sulaindeksi" kuten sitä tässä käytetään, tarkoittaa polymeerin massaa (grammoissa) joka pursuaa standardiviskosimetrikapillaarin läpi  $190^{\circ}\text{C}$ :n lämpötilassa 2,16 kgf:n kuormalla ulosvirtauksen 10 minuutin aikana. Kapillaarin standardimitat ovat seuraavat: pituus  $8,000 \pm 0,025$  mm; läpimitta  $2,095 \pm 0,005$  mm; viskosimetrisylinterin sisäläpimitta

on  $9,54 \pm 0,016$  mm.

Keksinnön mukaisesti kuumassa kovettuvan aineen suulakepuristaminen suoritetaan lämpötila-alueella  $90-110^{\circ}\text{C}$ . Alle  $90^{\circ}\text{C}$ :n lämpötilassa aine ei sulata täydellisesti, minkä vuoksi aine ei homogenoidu täydellisesti haitaten siten pursutusprosessia. Toisaalta lämpötilassa  $110^{\circ}\text{C}$ :n yläpuolelta on syvä kondensaatioreaktion lisäys mahdollinen, jolloin aine muuttuu sulamattomaan tilaan, minkä seurauksena suulakepuristaminen on mahdotonta.

Keksinnön mukaisesti lämpömuovautuvan aineen suulakepuristaminen suoritetaan lämpötilavälillä  $140-170^{\circ}\text{C}$ . Lämpötilassa  $140^{\circ}\text{C}$ :n alapuolella aineella on hyvin korkea viskositeetti, minkä vuoksi sen pursutus vaatii korkeiden paineiden käyttöä. Lämpötilan nostamisesta yli  $170^{\circ}\text{C}$ :n on seurauksena sulatetun aineen sisäisten ja ulkoisten kitka-arvojen välisen suhteen särkyminen.

Keksinnön mukaisesti aineen suulakepuristaminen suoritetaan lisäämällä siihen yhdistettä, joka alentaa sulatteen tarttumisvuorovaikutusta pursutuslaitteiston pinnan kanssa, määrä, joka takaa sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan edellä määritellyn suhteen.

Tällaisina yhdisteinä kuumassa kovettuvien aineiden suulakepuristusta varten käytetään seuraavia: sinkkidialkyyliditiofosfaattia (jossa alkyylisi sisältää 4-8 hiiliatomia) 0,5-2,5 paino-%:n määrä; sinkkidialkyyliditiofosfaatin ja epoksisteariinihappo-2-etyyliheksylaatin seosta suhteessa 20-50:80-50, 0,5-2,5 paino-%:n määrä; sinkkidialkyyliditiofosfaatin ja polyhydroksipropyleeniglykolin seosta suhteessa 30-50:70-50, 0,5-2,5 paino-%:n määrä.

Suulakepuristettaessa lämpömuovautuvia aineita käytetään tällaisina yhdisteinä seuraavina: bariumsulfonaattia 0,5-2,0 paino-%:n määrä tai kalsiumsulfonaattia määrä väliltä 0,5-2,0 paino-%.

Keksinnön mukainen suulakepuristusmenetelmä tekee kuumana kovettuvan aineen rakeistamisen mahdolliseksi ilman ei-toivottua saatujen rakeiden ennen aikaista kovettumista.

Keksinnön mukaisen pursutusmenetelmän tämä etu voidaan selittää sillä, että löydetty suhde sisäisten ja ulkoisten kitka-arvojen välillä pääasiallisesti poistaa sulatekerrosten leikkausvääntymän toistensa suhteen, minkä vuoksi ei tapahdu aineen huomattavaa kuumentumista, mikä yleensä on seurauksena sen ennen aikaisesta kovettumisesta. Lisäksi lämpösäteily, joka liittyy sulatetun

aineen ulkoiseen kitkaan, puristussuulakkeen pinnan kanssa, vähenee myös. Tämä tekee mahdolliseksi lisätä purseen ulosvirtausnopeutta 300 m/min. asti ja siten oleellisesti lisätä menetelmän tuotantokykyä.

Saadut rakeet ovat muodoltaan säännöllisen sylinterimäisiä, ne eivät paakkuunnu varastoitaessa ja niitä voidaan käsitellä millä tahansa tavanomaisella menetelmällä, kuten ruiskupuristamalla tai muottipuristamalla. Rakeiden valmistukseen keksinnön mukaisesti ei liity pölyämistä, minkä johdosta räjähdysvaara vähenee ja työskentelyolosuhteet parantuvat.

Keksinnön mukainen menetelmä tekee mahdolliseksi lämpömuovautuvan aineen, sekä paisutettuna että paisuttamattomana, sekä osittain silloitetun polymeerin, esim. jo käytössä olleen kesto-  
muovin suulakepuristamisen suorittamisen. Tekemällä näin lopulliset muovatut tuotteet eivät ole oleellisen alttiita ei-toivotulle paisumiselle tai muodon muutokselle. Tämä keksinnön mukaisen pursutusmenetelmän etu voidaan selittää sillä, että sulatetun aineen sisäisen ja ulkoisen kitkan arvojen välinen löydetty suhde vähentää säikeen leikkauskomponentin merkitystä sulatetun aineen ulosvirtauksen aikana ja tähän liittyviä normaalijännityksiä, jotka ovat vastuussa purseen paisumisarvosta.

Kaikki tämä tekee mahdolliseksi lisätä purseen ulosvirtausnopeus 300 m/min. asti, samalla säilyttäen sen hyvä laatu; tämä puolestaan johtaa menetelmän suurempaan tuotantokykyyn samanaikaisesti alentaen käsittelylämpötilaa 3-50°C:lla verrattuna lämpötilaan, jota käytetään tavanomaisissa pursutusmenetelmissä, vähentäen näin oleellisesti voiman kulutusta suulakepuristusta varten.

Keksinnön mukainen menetelmä toteutetaan käytännöllisesti seuraavalla tavalla.

Ensin määritetään lähtöviskositeetti (kuumassa kovettuvan aineen ollessa kysymyksessä) ja sulaindeksi (lämpömuovautuvalle aineelle). Kuumana kovettuvan aineen viskositeetti määritetään pyörivän viskosimetrin avulla, joka on "sylinteri-sylinteri"-tyyppiä, 120°C:n lämpötilassa ja leikkausnopeudella  $0,014 \text{ s}^{-1}$  sekä  $300 \text{ kg/cm}^2$  puristuksella. Suulakepuristettavan kuumana kovettuvan aineen sulatteen viskositeetin täytyy olla välillä  $50 \times 10^6 - 300 \times 10^6$  poisia.

Jos lähtöaineen viskositeetti ei ole tältä väliltä, voidaan se asettaa haluttuun arvoon sekoittamalla alkuperäinen aine aineen kanssa, jolla on sama koostumus mutta korkeampi tai matalampi viskositeetti. Lämpömuovautuville aineille määritetään sulaindeksi, jonka pitää olla 0,01 - 0,1 g/10 min.

Jos lähtöpolymeerin sulaindeksi ylittää 0,1 g/10 min., se alennetaan lisäämällä täyteainetta tai silloittamalla edelleen joko kemiallisin tai fysikaalisin menetelmin.

Sen jälkeen kun edellä saadut arvot on määritetty, määritetään sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan suhde "sylinteri-sylinteri"-tyyppisellä pyörivällä viskosimetrillä käyttäen uurrettua (sisäiselle kitkalle) ja sileätä (ulkoiselle kitkalle) pyörivää sylinteriä. Tämä suhde määritetään uurretun ja sileän sylinterin vääntömomenttien arvojen välisellä suhteella niiden pyörimisnopeuden ollessa 50 r/min ja kuumassa kovettuville muoveille lämpötilassa 120°C ja lämpömuovautuville aineille 160°C:ssa. Tämän suhteen ulkoisten ja sisäisten kitka-arvojen välillä tulisi olla alueella 1,5 - 4,0. Jos aineella on tämä kitkasuhde, se syötetään suoraan pursutukseen, jos aine ei täytä tätä vaatimusta tämän suhteen haluttu arvo taataan lisäämällä lähtöaineeseen yhdisteitä, jotka alentavat sen sulatteen tarttuvuutta pursutuslaitteen pinnalle. Kuumassa kovettuvan aineen suulakepuristuksen tapauksessa näihin lisätään sinkkidialkyyliiditiofosfaattia 0,5 - 2,5 paino-%:n määrä tai sinkkidialkyyliiditiofosfaatin ja epoksisteariinihappo-2-etyyliheksylaatin seosta suhteessa 20-50 : 80-50, 0,5 - 2,5 paino-%:n määrä tai sinkkidialkyyliiditiofosfaatin ja polyhydroksipropyleeniglykolin seosta painosuhteessa 30-50:70-50, määrä 0,5:stä 2,5 paino-%:iin.

Suulakepuristettaessa lämpömuovautuvia aineita, lisätään näihin bariumsulfonaattia 0,5 - 2,0 paino-%:n määrä tai kalsiumsulfonaattia 0,5 - 2,0 paino-%:n määrä.

Lisättävän yhdisteen määrä valitaan sulatetun aineen viskositeetin tai sulaindeksin mukaan.

Näitä yhdisteitä voidaan lisätä aineeseen joko sen valmistusprosessissa tai suoraan ennen sen suulakepuristamista.

Kaikki edellä mainitut yhdisteet ovat alalla tunnettuja. Sinkkidialkyyliiditiofosfaattia, barium- ja kalsiumsulfonaatteja on saatavissa petrokemiallisista synteeseistä. Polyhydroksipropyleeniglykolia valmistetaan polymeroimalla hydroksipropyleeniglyko-

lia, kun taas epoksisteariinihappo-2-etyyliheksylaattia valmistetaan epoksidoimalla öljyhapon ja 2-etyyliheksanolin eetteröimistuote.

Kun edellä mainittu yhdiste on lisätty tarkistetaan sisäisen ja ulkoisen kitkan arvojen välinen suhde käyttäen edellä kuvattua "sylinteri"-tyyppistä pyörivää viskosimetriä alueella 1,5 - 4,0 tämän keksinnön mukaisesti.

Suulakepuristaminen voidaan suorittaa sekä mäntä- että ruuvi-suulakepuristimessa. Kuumassa kovettuvan aineen pursotus suoritetaan lämpötilassa väliltä 90-110°C, kun taas lämpömuovautuvan aineen pursotus suoritetaan lämpötilassa väliltä 140-170°C purseen ulostulonopeuden ollessa 20-300 m/min.

Tämän keksinnön paremmin ymmärtämiseksi annetaan seuraavassa joitakin spesifisiä esimerkkejä, jotka valaisevat sen suoritusmuotoja. Näissä esimerkeissä on käytetty sinkkidialkyyliiditiofosfaattia, jonka alkyyli sisältää 4-8 hiiliatomia.

#### Esimerkki 1

Lähtöainetta, joka sisältää novolakkatyyppistä fenoliformaldehydihartsia 42,8 paino-%, heksametyleenitetramiinia 6,5 paino-%, kalkkia 0,9 paino-%, steariinia 0,7 paino-%, kaoliinia 4,4 paino-%, nigrosiinia 1,5 paino-% ja sahajauhoa 43,2 paino-% ja joka on valmistettu pyörivällä tai ruuviplastisoinnilla, testataan viskositeetin suhteen "sylinteri-sylinteri"-tyyppisessä pyörivässä viskosimetrissä 120°C:n lämpötilassa ja leikkausnopeudella 0,014 s<sup>-1</sup>. Tämä viskositeetti on 300 x 10<sup>6</sup> poisia. Sitten, käyttäen samaa laitetta, määritetään suhde sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan arvojen välillä. Se on 1,36. Lähtöaineen viskositeetin arvosta määritetään voiteluyhdisteen määrä takaamaan tarvittava suhde sisäisten ja ulkoisten kitka-arvojen välillä. Tämä määrä on 2,0 paino-%. Lähtöaine sekoitetaan sitten 2,0 paino-%:n kanssa sinkkidialkyyliiditiofosfaattia siipityyppisessä sekoittimessa ja suhde ulkoisten ja sisäisten kitka-arvojen välillä tarkistetaan; se on 3,7. Sitten näin valmistettu aine rakeistetaan ruuvi-suulakepuristimessa muodostussuulakkeen lämpötilan ollessa 105°C. Aine suulakepuristetaan suulakkeen läpi säikeen muodossa nopeudella 20 m minuutissa ja leikataan sitten suulaketasoja pitkin pyörivällä terillä rakeiksi, joiden läpimitta on 3 mm ja pituus 3-4 mm. Tällöin ei synny pääasiallisesti ollenkaan pölyjaetta. Aine ei kovetu rakeistamisen aikana, mikä osoitetaan vakiomäärällä jaetta, joka on uutettu asetonilla ennen rakeistamista (49,6 %) ja rakeistamisen jäl-

keen (49,6 %). Näin valmistetut rakeet eivät paakkuunnu varastoit-  
taessa.

#### Esimerkki 2

Lähtöainetta, joka on valmistettu sekoittamalla 58,6 paino-  
osaa ureaa mono- ja dimetyloli-johdannaistensa muodossa, 41,0 paino-%  
sulfiittiselluloosaa, 0,4 paino-% sinkkistearaattia, testaan vis-  
kositeetin ja sulatteen sisäisten ja ulkoisten kitka-arvojen väli-  
sen suhteen edellisessä esimerkissä 1 kuvatun menettelytavan mukai-  
sesti. Nämä parametrit ovat vastaavasti  $250 \times 10^6$  poisia ja 1,2.  
Senjälkeen lähtöaineeseen lisätään 1,8 paino-% voiteluseosta,  
jossa on 30 paino-% sinkkidialkyyliditiofosfaattia ja 70 paino-%  
polyhydroksipropyleeniglykolia ja seosta sekoitetaan siipityyppi-  
sessä sekoittimessa 30 minuuttia. Kitkojen suhde tarkistetaan sit-  
ten ja se on 2,8; tässä suhteessa aine suulakepuristetaan mäntä-  
suulakepuristimessa muodostussuulakkeen lämpötilan ollessa  
 $95-100^{\circ}\text{C}$ . Aine pakotetaan suulakkeen läpi säikeen muodossa ja lei-  
kataan rakeiksi, joiden läpimitta on 3 mm ja pituus 3-4 mm; purseen  
ulosvirtausnopeus on 180 m/min. Aineen pölyämistä tai ennaikais-  
ta kovettumista ei havaita. Rakeet eivät paakkuunnu varastoit-  
taessa.

#### Esimerkki 3

Lähtöaineeseen, joka on samanlainen kuin edellisessä esimer-  
kissä 1 kuvattu, lisätään 1,5 paino-% seosta, jossa on 20 % sink-  
kidialkyyliditiofosfaattia ja 80 paino-% 2-etyyliheksyyliheksy-  
stearaattia; sitten suoritetaan testi viskositeettiä ja kitka-  
suhdetta varten, nämä arvot ovat vastaavasti  $50 \times 10^6$  poisia ja 1,5.  
Sitten aine suulakepuristetaan seuraten esimerkin 1 menettelyä.  
Purseen ulosvirtausnopeus on 20 m/min. Rakeistamisen aikana ei  
havaita aineen pölyämistä tai ennaikaista kovettumista. Rakeet  
eivät paakkuunnu varastoit-  
taessa.

#### Esimerkki 4

Lähtöaineesta, joka on samanlainen kuin edellä esimerkissä  
1 kuvattu, testataan viskositeetti ja suhde ulkoisten ja sisäisten  
kitkojen välillä seuraten esimerkin 1 menettelyä. Viskositeetti  
on  $180 \times 10^6$  poisia; kitkasuhde on 1,30. Lähtöaineeseen lisätään  
sitten 2 % seosta, jossa on sinkkidialkyyliditiofosfaattia (40 pai-  
no-%) ja polyhydroksipropyleeniglykolia (60 paino-%) tarvittavan  
suhteen saavuttamiseksi sisäisten ja ulkoisten kitka-arvojen välil-  
le, sitten massaa sekoitetaan. Senjälkeen kitkasuhde tarkistetaan;

se on 4,0. Edelleen suoritetaan suulakepuristus ja purseen leikkaaminen osaksi seuraten edellisen esimerkin 1 menettelyä. Purseen ulosvirtausnopeus on 25 m/min. Aineen pölyämistä tai ennaikaista kovettumista ei havaita. Rakeet eivät paakkuunnu varastoitaessa.

#### Esimerkki 5

Lähtöaineesta, jolla on edellä esimerkissä 1 kuvattu koostumus, testataan viskositeetti ja suhde ulkoisten ja sisäisten kitkarvojen välillä seuraten esimerkin 1 menettelyä. Viskositeetti on  $250 \times 10^6$  poisia, kitkasuhde on 1,15. Sitten lähtöaineeseen lisätään sinkkidialkyyliditiofosfaattia 2,5 paino-%:n määrä ja massaa sekoitetaan kuulamylyssä 30 minuuttia. Senjälkeen kitkasuhde tarkistetaan; se on 3,65. Sitten saatu aine suulakepuristetaan ja rakeistetaan edellä esimerkissä 2 kuvatulla tavalla, jolloin purseen ulosvirtausnopeus on 240 m/min. Aineen pölyämistä tai ennaikaista kovettumista ei havaita. Rakeet eivät paakkuunnu varastoitaessa.

#### Esimerkki 6

Lähtöaineesta, jolla on edellä esimerkissä 2 kuvattu koostumus, testataan viskositeetti ja kitkasuhde kuten edellä esimerkissä 1. Viskositeetti on  $120 \times 10^6$  poisia, kitkasuhde 1,1. Sitten lähtöaineeseen lisätään 1,2 paino-% sinkkidialkyyliditiofosfaattia ja massaa sekoitetaan. Sen jälkeen kitkasuhde tarkistetaan se on 2,2. Sitten näin valmistettu aine suulakepuristetaan  $90^{\circ}\text{C}$ :n lämpötilassa ja rakeistetaan samalla tavalla kuin esimerkissä 2 kuvattiin, jolloin purseen ulosvirtausnopeus on 120 m/min. Aineen pölyämistä tai ennaikaista kovettumista ei havaittu.

#### Esimerkki 7

Lähtöaineesta, joka sisältää 58,6 paino-% ureaa mono- ja dimetylolijohdannaistensa muodossa, 41,0 paino-% sulfiittiselloosaa, 0,4 paino-% sinkkistearaattia, 0,4 paino-% sinkkidialkyyliditiofosfaattia ja 1,1 paino-% polyoksi-propyleeniglykolia, määritetään ensin sen viskositeetti ja sitten mitataan sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan suhde seuraten esimerkissä 1 kuvattua menettelytapaa. Edellä mainitut tunnusarvot ovat vastaavasti  $175 \times 10^6$  poisia ja 1,7.

Koska alkuperäinen aine suoraan täyttää tässä ehdotetun menetelmän vaatimukset, aine suulakepuristetaan suoraan seuraten esimerkissä 2 kuvattua menettelytapaa  $95^{\circ}\text{C}$ :n lämpötilassa ja purseen ulosvirtausnopeudella 170 m/min sekä rakeistetaan.

Aineen pölyämistä tai ennen aikaista kovettumista ei havaita. Rakeet eivät kasaannu paakuiksi varastoitaessa.

#### Esimerkki 8

Lähtöaineeseen, joka sisältää 70 paino-% polyetyyleeniä ja 30 paino-% sahajauhoa ja jonka sulaindeksi-arvo on 0,08 g/10 min. ja suhde sulatteen ulkoisen ja sisäisen kitkan välillä 160°C:n lämpötilassa 1,14, lisätään 0,5 paino-% bariumsulfonaattia kitkasuhteen nostamiseksi. Bariumsulfonaatin sisällyttämisen jälkeen tämä suhde kasvaa 1,75:ksi ja tällä suhteella suoritetaan yhdistelmän suulakepuristaminen mäntäsuulakepuristimessa 160°C:n lämpötilassa. Purseen ulosvirtausnopeus on 125 m/min.; Purse saadaan sylinterimäisten säikeiden muodossa, joilla on sileä pinta.

#### Esimerkki 9

Lähtöaineeseen, joka sisältää 75 paino-% polyetyyleeniä ja 25 paino-% sahajauhoa ja jonka sulaindeksi on 0,07 g/10 min. ja suhde ulkoisten ja sisäisten kitka-arvojen välillä sulatetussa aineessa 1,4 lämpötilassa 160°C, lisätään kalsiumsulfonaattia 1 paino-% määrä edellä mainitun kitkasuhteen nostamiseksi. Kalsiumsulfonaatin sisällyttämisen jälkeen tämä arvo kasvaa 2,7:ään. Tällä suhteella suoritetaan yhdistelmän suulakepuristus seuraten esimerkin 7 menettelyä. Purseen ulosvirtausnopeus on 150 m/min. Purse saadaan sylinterimäisen säikeiden muodossa, joilla on sileä pinta.

#### Esimerkki 10

Yhdistelmä, joka sisältää kemiallisella tai fysikaalisella menetelmällä osittain esisilloitettua polyetyyleeniä, jonka geelija-keen sisältö on 58 paino-%, sekä bariumsulfonaattia 1 paino-%:n määrän ja jonka sulaindeksi on 0,09 g/10 min. ja suhde ulkoisten ja sisäisten kitka-arvojen välillä on 3, suulakepuristetaan mäntäsuulakepuristimessa, joka on varustettu putken muodostavalla suulakkeella, 140°C:n lämpötilassa. Purseen ulosvirtausnopeus on 80 m/min. Purseen muoto on putkimainen, näin valmistetuilla putkililla on sileä pinta.

#### Esimerkki 11

Yhdistelmä, joka sisältää 49 paino-% polypropyleeniä, 50 paino-% synteettistä piidioksidia ja 1 paino-% kalsiumsulfonaattia ja jonka sulaindeksi on 0,05 g/10 min. ja suhde ulkoisten ja sisäisten kitka-arvojen välillä 3,2, suulakepuristetaan mäntäsuulakepuristimessa 170°C:n lämpötilassa. Säikeenmuotoisen purseen ulos-

virtausnopeus on 240 m/min. Näin valmistetuilla säikeillä on sileä pinta.

Esimerkki 12

Suulakepuristetaan yhdistelmä, joka sisältää 58 paino-% polyetyyleeniä, 40 paino-% sahajauhoa ja 2 paino-% bariumsulfonaattia ja jonka sulaindeksi on 0,01 g/10 min. ja suhde ulkoisten ja sisäisten kitka-arvojen välillä 4,0. Pursotus suoritetaan mäntäsuulakepuristimessa 160°C:n lämpötilassa. Purseen ulosvirtausnopeus on 180 m/min. Purse on muodoltaan kuusikulmainen ja sillä on sileä pinta.

Esimerkki 13

Yhdistelmä, joka sisältää 66 paino-% polyvinyylidikloridia, 15 paino-% aerosilia, 6 paino-% sellakkaa, 12 paino-% synteettistä kautsua ja 1 paino-% kalsiumsulfonaattia ja jonka sulaindeksi on 0,1 g/10 min. ja suhde sulatteen sisäisten ja ulkoisten kitka-arvojen välillä 1,8, suulakepuristetaan mäntäsuulakepuristimessa 140°C:n lämpötilassa. Purseen ulosvirtausnopeus putkenmuotoisena on 20 m/min. Näin valmistetulla purseella on sileä pinta.

## Patenttivaatimukset

1. Menetelmä kertamuovimateriaalin nopeaksi suulakepuristamiseksi kun sulan materiaalin viskositeetti on  $50 \cdot 10^6 - 300 \cdot 10^6$  P, t u n n e t t u siitä, että materiaaliin lisätään ennen suulakepuristusta voiteluainetta, joka alentaa sulatteen ulkoista kitkaa, sellaisessa määrin, että sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan välinen suhde on 1,5-4,0, ja että suulakepuristus suoritetaan lämpötilassa  $90-110^{\circ}\text{C}$  nopeudella 20-300 m/min.

2. Menetelmä kestumuovimateriaalin suulakepuristamiseksi sulaindeksin ollessa 0,1-0,01 g/10 min nopeudella 20-300 m/min, t u n n e t t u siitä, että materiaaliin lisätään ennen suulakepuristusta voiteluainetta, joka alentaa sulatteen ulkoista kitkaa, sellaisessa määrin, että sulatteen sisäisen ja ulkoisen kitkan välinen suhde on 1,5 - 4,0, ja että suulakepuristus suoritetaan lämpötilassa  $140-170^{\circ}\text{C}$ .

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kertamuoviin lisätään 0,5-2,5 paino-%:n määrä sinkkidialkyyliditiofosfaattia.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kertamuoviin lisätään 0,5 - 2,5 paino-% seosta, joka sisältää sinkkidialkyyliditiofosfaattia ja 2-etyyliheksyyliheksyyliepoksi-steaaraattia suhteessa 20-50:80-50.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kertamuoviin lisätään 0,5 - 2,5 paino-% seosta, joka sisältää sinkkidialkyyliditiofosfaattia ja polyhydroksipropyleeni-glykolia suhteessa 30-50:70-50.

6. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kestumuoviin lisätään bariumsulfonaattia 0,5 - 2,0 paino-%:n määrä.

7. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kestumuoviin lisätään kalsiumsulfonaattia 0,5 - 2,0 paino-%:n määrä.

## Patentkrav

1. Förfarande för snabb strängsprutning av ett hårdplastmaterial, då det smälta materialet har en viskositet av  $50 \cdot 10^6 - 300 \cdot 10^6$  P, k ä n n e t e c k n a t därav, att till materialet före strängsprutningen sätts ett smörjmedel, vilket nedsätter smältans yttre friktion, i en sådan mängd, att förhållandet mellan den inre och yttre friktionen i smältan är 1,5 - 4,0, och att strängsprutningen utförs vid en temperatur av  $90-110^\circ\text{C}$  med en hastighet av 20-300 m/min.

2. Förfarande för strängsprutning av ett termoplastmaterial, då materialets smältindex är 0,1 - 0,01 g/10 min, med en hastighet av 20-300 m/min, k ä n n e t e c k n a t därav, att till materialet före strängsprutningen tillsätts ett smörjmedel, vilket nedsätter smältans yttre friktion, i en sådan mängd, att förhållandet mellan den inre och yttre friktionen i smältan är 1,5 - 4,0, och att strängsprutningen utförs vid en temperatur av  $140-170^\circ\text{C}$ .

3. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att till hårdplasten sätts ett zinkdialkylditiofosfat i en mängd av 0,5 - 2,5 vikt-%.

4. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att till hårdplasten sätts 0,5 - 2,5 vikt-% av en blandning innehållande zinkdialkylditiofosfat och 2-etylhexylepoxistearat i ett förhållande av 25-50:80-50.

5. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att till hårdplasten sätts 0,5 - 2,5 vikt-% av en blandning innehållande ett zinkdialkylditiofosfat och en polyhydroxipropylenglykol i ett förhållande av 30-50:70-50.

6. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att till termoplasten sätts bariumsulfonat i en mängd av 0,5 - 2,0 vikt-%.

7. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att till termoplasten sätts kalciumsulfonat i en mängd av 0,5 - 2,0 vikt-%.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Hakemusjulkaisuja:-Ansökningspublikationer: Saksan Liittotasavalta-Förbundsrepubliken Tyskland(DE) 2 200 114 (B 29 b 1/02).