



(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

214 152 B

(21) A bejelentés ügyszám: P 93 01806
(22) A bejelentés napja: 1991. 12. 13.
(30) Elsőbbségi adatok:
P 40 41 453 1990. 12. 21. DE
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/EP 91/02403
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 92/11315

(51) Int. Cl.⁶

C 08 L 23/06

C 08 K 5/09

C 08 K 5/17

(40) A közzététel napja: 1994. 12. 28.
(45) A megadás meghirdetésének a dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1998. 01. 28.

(72) Feltalálók:

Klaar, Karlo, Troisdorf (DE)
Schoepe, Reiner, Troisdorf (DE)
Simm, Manfred, Troisdorf (DE)

(73) Szabadalmas:

HT TROPLAST AG., Troisdorf (DE)

(74) Képviselő:

DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54) Eljárás polietilén fóliák vagy lemezek kalanderen történő előállítására

(57) KIVONAT

A találmány szerint ismert formamasszát dolgoznak fel, amely legalább 50 t% mennyiségben

- a₁) nagy sűrűségű polietilénből vagy polietilén keverékből, vagy
- a₂) 5–100 t% nagy sűrűségű polietilén és 95–0 t% etilén-vinil-acetát kopolimer keverékéből áll, és
- b₁) a massa DIN 53 735 szabvány szerint mért folyás-indexe MFI (190 °C/21,6 kg) < 7 g/10 perc, vagy
- b₂) a massa DIN 53 735 szabvány szerint mért folyás-indexe MFI (190 °C/21,6 kg) < 10 g/10 perc, és a

formamassza 0,5–3 t% feldolgozási segédanyagot tartalmaz, amely

- c₁) bisz-sztearoil-etilén-diamin és/vagy
- c₂) 15–22 szénatomos karbonsav kalcium-, lítium-, bárium- és/vagy nátriumsója lehet. A találmány szerint úgy járnak el, hogy a formamasszát 170–180 °C-on keverik

és plasztifikálják, utána 175–180 °C-on hengerezé-ken bundává hengerelik, majd kalanderen feldolgozzák fóliává vagy lemezzé, aminek során a kalander első hengerének hőmérsékletét 180–200 °C-on tartják és a további hengerek hőmérsékletét sorrendjükben csökke-
dő értékre állítják be.

A találmány polietilén bázisú fóliák kalanderen történő előállítására vonatkozik.

Technikai terület

A találmány tárgya eljárás fóliák és lemezek előállítására nagy sűrűségű polietilénből (HDPE), illetve HDPE és etilén-vinil-acetát-kopolimer (EVA) keverékből.

Polietilénből főleg extrudálással állítanak elő fóliákat és lemezeket. A legtöbb műanyag, pl. PVC esetén jól bevált kalanderezés eddig poliolefinnek vonatkozásában nem tudott teret hódítani a gyakorlatban.

A technika állása

A 3 240 338 sz. NSZK-beli szabadalmi leírás polipropilén formamassza kalanderen történő feldolgozására vonatkozik. A formamassza definiált mennyiségű stabilizátort és egyéb segédanyagot tartalmaz, és a polipropilén folyásindexe (MFI) egy bizonyos minimális érték alá nem süllyedhet.

Hasonló eljárást a 3 032 851 sz. NSZK-beli közrebocsátási irat ismerteti legfeljebb 25% polietilént tartalmazó polipropilén feldolgozására.

A 211 040 sz. osztrák szabadalmi leírásból ismert, hogy poliolefinekből kalanderen is húzhatók fóliák, ha a kalander hengerek felületének hőmérsékletét a kristályolvadáspont felett tartják, minden henger sebességét az előző hengerhez viszonyítva legalább 1,1 : 1 értéken határozzák meg, és a kalander melletti munkafeltételeket úgy választják meg, hogy a hengerrés előtt képződő anyaghernyók magukban forognak. Ez az eljárás elsősorban polietilén esetén alkalmazható, bár nem tűnik problémamentesnek, hiszen gumival bevont lehúzó hengereket javasolnak. Ezen túlmenően az így előállított fóliák hosszirányban erősen húzóttak, felületi minőségük kifogásolható. A polietilén erős ragadása és az ömledék kis viszkozitása miatt az eljárás a polietilén formamasszáknak területén a gyakorlatban nem terjedt el.

A 25 46 237 sz. NSZK-beli közrebocsátási iratból (= USP 4 010 127) nagy móltömegű, poliolefin bázisú formamassza ismert, amely kielégítő feldolgozhatóság elérése céljából adalékokat, így polibutént, ásványolajat és/vagy epoxi-plasztifikátort tartalmaz. Ezek az adalékok a massa folyásindexét emelik.

Feladat

A fentiek értelmében a jelen találmány feladata olyan eljárás biztosítása, amellyel polietilén bázisú, reprodukálhatóan jó felülettulajdonságú, kevésbé húzótt fóliák kalanderen állíthatók elő.

A találmány ismertetése

A találmány eljárás fóliák vagy lemezek előállítására olyan formamasszából, amely legalább 50 t% mennyiségben

- a₁) nagy sűrűségű polietilénből vagy polietilén keverékből, vagy
- a₂) 5–100 t% nagy sűrűségű polietilén és 95–0 t% etilén-vinil-acetát kopolimer keverékből áll, és
- b₁) a massa DIN 53 735 szabvány szerint mért folyásindexe MFI (190 °C/21,6 kg) < 7 g/10 perc, vagy

- b₂) a massa DIN 53 735 szabvány szerint mért folyásindexe MFI (190 °C/21,6 kg) < 10 g/10 perc, és a formamassza 0,5–3 t% feldolgozási segédanyagot tartalmaz, amely

- 5 c₁) bisz-sztearoil-etilén-diamin és/vagy
- c₂) 15–22 szénatomos karbonsav kalcium-, lítium-, bárium és/vagy nátriumsója lehet. A találmány értelmében úgy járunk el, hogy a formamasszát 170–180 °C-on keverjük és plasztifikáljuk, utána 175–180 °C-on hengerszéken hengereljük, majd kalanderen feldolgozzuk fóliává vagy lemezzé aminek során a kalander első hengerének hőmérsékletét 180–200 °C-on tartjuk és a további hengerek hőmérsékletét sorrendjükben csökkenő értékre állítjuk be.
- 10
- 15

A találmány szerint alkalmazható formamassza folyásindexe (MFI) (190 °C/21,6 kg) szélsőségesen alacsony: 7 g/10 perc, előnyösen 6 g/10 perc alatti. 0,5–3 t% bisz-sztearoil-etilén-diamin és/vagy a felsorolt karbonsavfém-sók feldolgozási segédanyagkénti adagolásával a folyásindexet legfeljebb 10 g/10 perc értékre emelhetjük. Különösen jó felületeket akkor kapunk, ha a formamassza folyásindexe (190 °C/21,6 kg) 6 g/10 perc értékénél kisebb, és a formamassza 0,5–3 t% bisz-sztearoil-etilén-diamint és/vagy kalcium-sztearátot tartalmaz feldolgozási segédanyag gyanánt.

A formamassza járulékosan például csúsztatószer, stabilizátort, töltőanyagot és lánggátló adalékot tartalmazhat, bár a töltőanyagmentes vagy töltőanyagban szegény (10 t%-nál kevesebb) formamasszát részesítjük előnyben.

A találmány megvalósítása során a formamasszát 170–180 °C-on keverjük és plasztifikáljuk, utána 175–190 °C-on hengerszéken bundává alakítjuk és ezt követően 190 °C feletti hőmérsékleten (a massa belső hőmérséklete) kalanderen fóliává alakítjuk, aminek során a kalander első hengerének hőmérsékletét 180–200 °C-on tartjuk és a további hengerek hőmérsékletét sorrendjükben csökkenő értékre állítjuk be.

- 30
 - 35
 - 40
 - 45
- A találmány szerinti eljárással nem töltött, jó minőségű nem húzótt fóliák állíthatók elő kalanderral. A kalanderezett, töltetlen vagy adott esetben töltött polietilén-fóliák adott esetben antioxidáns, UV-elnyelőt, lánggátlót tartalmazhatnak, a mindenkor követelményeknek megfelelően. Természetesen színes fóliát is gyárthatunk színes pigmentek felhasználásával.

A töltetlen polietilénfóliák egyik előnyös alkalmazási területe: tömítések, szigetelések a mélyépítésben és a vízügyben, pl. talajvízvédelmi intézkedések során, továbbá a víz minőségét veszélyeztető anyagok gyűjtődéneinek szigetelése.

A töltőanyaggal ellátott, kalanderen húzótt polietilén fóliák például csomagolóanyagok, aktafedelek, burkolatok stb. készítésére alkalmazhatók.

- 55
 - 60
- A találmány szerinti feldolgozás előnyösen úgy történik, hogy a massa egyes komponenseit vagy külön-külön, vagy előkeverék formájában belső keverőbe, banburryba vagy kétkaros csigakeverőbe adjuk és ott melegítés közben addig megdolgozzuk, míg a massa nyúlós nem lesz. Amikor belső hőmérséklete eléri a

175–185 °C-ot, második plasztifikáló lépésben a masszát hengerekkel a hengerrésen keresztül hengerelt lemezzé alakítjuk. A hengerek hőmérséklete 170–190 °C, előnyösen legalább 180 °C. A jól plasztifikált, homogén lemezt a kalanderekhez továbbítjuk. A kalandereknek legalább négy hengere legyen, a szokásos módon I, L, F vagy Z formában elrendezve.

A kalanderek hőmérséklete a munka irányában nézve enyhén csökken. Célszerűen az első behúzó henger hőmérséklete 180–200 °C, míg az utolsó henger hőmérséklete 20–30 °C-al alacsonyabb lehet, hiszen csak a simítást és a kalibrálást szolgálja.

A találmány szerinti eljárással előnyösen 0,2–2,0 mm vastagságú fóliákat gyárthatunk. A hengerről való lehúzás sebessége és ezzel a termelés sebessége meghaladhatja a 10 m/perc, a fólia vastagságától függően.

A találmány kivitelezése

Az alábbi táblázatban összefoglalt példák kivitelezése során a komponenseket csigakeverőben plasztifikáljuk, míg a 185 °C-os hőmérsékletet nem érjük el. Utána

a masszát kéthengeres hengerekre visszük, és a 180–185 °C-ra felfűtött hengerek között lemezzé alakítjuk. Utána a masszát 4 hengeres kalanderen 1 mm-es fóliává húzzuk ki, miközben az első henger 195 °C-os, a harmadik henger hőmérséklete 180 °C, és az utolsó 175 °C.

Hőre lágyuló műanyagként az alábbiakat alkalmaztuk:

- 10 HDPE1: nagy sűrűségű, igen alacsony MFI folyásindexszel (190 °C/21,6 kg) (kb. 0,5 g/10 perc) rendelkező polietilén (Lupolen^R 5261 Z)
- HDPE2: nagy sűrűségű, kis MFI folyásindexszel (190 °C/21,6 kg) (kb. 16 g/10 perc) rendelkező polietilén;
- 15 EVA: 18 t% vinil-acetátot tartalmazó etilén-vinil-acetát kopolimer (Excorene^R AG 0548)
- Csúsztatószerként bisz-sztearoil-etilén-diamint (Hostalub^R FA1), ill. kalcium-sztearátot (Ceasit^R 1) alkalmaztunk. A 10. példa esetén 21 t% alumínium-hidroxidot (Martinal^R OL104 C) is adagoltunk.
- 20

Táblázat

Példa	HDPE 1 *1 t%	HDPE2 *2 t%	EVA *3 t%	Csúsztató t%	töltőanyag t%	MFI (190/21,6) g/10 perc	Kalanderes feldolgozás eredménye
1	99			1 *4		0,5	igen jó
2		99		1 *4		16	rossz
3	10	89		1 *4		12	rossz
4	20	79		1 *4		9	kielégítő
5	30	69		1 *4		6	igen jó
6	30	69		1 *5		6	jó
7	30	70				6	kielégítő
8	50		49	1 *4		6,5	igen jó
9	50		50			6,5	kielégítő
10	8		70	1 *4	21 *6	6	igen jó

*1 Lupolen^R 5261 Z (BASF Ag., DE)

*2 Vestolen^R A 3512

*3 Escorene^R AG 0548

18 t% (ESSO, CH)

*4 Hostalub^R FA1 (Hoechst Ag., DE)

*5 Ceasit^R 1 Ca-sztearát (Barlocher GmbH., DE)

*6 martinal^R OL 104 (Martial S.A., FR)

Alumínium-hidroxid

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás fóliák vagy lemezek előállítására olyan formamasszából, amely legalább 50 t% mennyiségben

- a₁) nagy sűrűségű polietilénből vagy polietilén keverékből, vagy
- a₂) 5–100 t% nagy sűrűségű polietilén és 0–95 t% etilén-vinil-acetát kopolimer keverékéből áll, és
- b₁) a massa DIN 53 735 szabvány szerint mért folyásindexe MFI (190 °C/21,6 kg) 7 g/10 perc, vagy
- b₂) a massa DIN 53 735 szabvány szerint mért folyásindexe MFI (190 °C/21,6 kg) 10 g/10 perc, és a formamassza 0,5–3 t% feldolgozási segédanyagot tartalmaz, amely
- c₁) bisz-sztearoil-etilén-diamin és/vagy
- c₂) 15–22 szénatomos karbonsav kalcium-, lítium-, bárium és/vagy nátriumsója lehet, azzal jellemez-

ve, hogy a formamasszát 170–180 °C-on keverjük és plasztifikáljuk, utána 175–180 °C-on hengerekkel bundává hengereljük, majd kalanderen feldolgozzuk fóliává vagy lemezzé, aminek során a kalander első hengerének hőmérsékletét 180–200 °C-on tartjuk és a további hengerek hőmérsékletét sorrendjükben csökkenő értékre állítjuk be.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy (190 °C/21,6 kg) < 6 g/10 perc folyásindex értékű, feldolgozási segédanyagként 0,5–3 t% bisz-sztearoil-etilén-diamint és/vagy kalcium-sztearátot tartalmazó formamasszát dolgozunk fel.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy < 10 t% töltőanyagot tartalmazó formamasszát dolgozunk fel.

4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy töltőanyagként legfeljebb 30 t% alumínium-hidroxidot tartalmazó formamasszát dolgozunk fel.