

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **235063**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **422797**

(22) Data zgłoszenia: **09.09.2017**

(51) Int.Cl.

C08L 23/06 (2006.01)

C08L 23/12 (2006.01)

C08L 83/05 (2006.01)

C08L 83/06 (2006.01)

C08K 5/5419 (2006.01)

C08K 5/549 (2006.01)

B29C 48/405 (2019.01)

(54)

Sposób wytwarzania kompozytów na osnowie poliolefin

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

11.03.2019 BUP 06/19

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

18.05.2020 WUP 05/20

(73) Uprawniony z patentu:

UNIWERSYTET OPOLSKI, Opole, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

ARKADIUSZ NIEMCZYK, Długie, PL

KATARZYNA DZIUBEK, Opole, PL

KRYSTYNA CZAJA, Opole, PL

BEATA SACHER-MAJEWSKA, Opole, PL

MARIUSZ SZOŁYGA, Koszalin, PL

BOGDAN MARCINIEC, Swarzędz, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Renata Fiszer

PL 235063 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kompozytów na osnowie poliolefin, o podwyższonej stabilności termicznej, mających zastosowanie zwłaszcza w produkcji kabli, jako osłony przewodów elektrycznych, w przemyśle elektrotechnicznym, elektronicznym, a także motoryzacyjnym i lotniczym.

W ostatnich latach obserwuje się dynamiczny wzrost zainteresowania środowisk zarówno akademickich, jak i przemysłowych hybrydowymi materiałami polimerowymi, charakteryzującymi się unikalnymi właściwościami, które można kontrolować i dostosowywać do konkretnego kierunku zastosowania. Do tej grupy materiałów zalicza się kompozyty polimerowe z napełniaczami stanowiącymi poliedryczne oligomeryczne silseskwioxany (POSS od angielskiego *polyhedral oligomeric silsesquioxanes*).

Silseskwioxany to duża grupa związków łącząca w sobie cechy związków organicznych i nieorganicznych. Ich budowę, a tym samym właściwości fizykochemiczne, można modyfikować poprzez różnicowanie struktury wchodzącego w ich skład rdzenia krzemowo-tlenowego (nieuporządkowana, drabinkowa lub klatkowa – całkowicie lub niecałkowicie skondensowanej klatki), a także liczby i rodzaju reaktywnych i/lub niereaktywnych grup funkcyjnych, przyłączonych do peryferyjnych atomów krzemu rdzenia. Stąd właśnie wynika wzrastająca liczba przykładów wykorzystania silseskwioxanów, w tym w zakresie chemii, biochemii, medycyny i inżynierii. Zastosowanie silseskwioxanów jako napełniaczy w kompozytach na osnowie polimerowej (między innymi poliuretanów, poliestrów, a także poliolefin) umożliwia otrzymanie materiałów o korzystnych właściwościach, przy ich niewielkim udziale wagowym w kompozycie (do kilku procent wagowych). Wprowadzenie związków POSS do osnowy polimerowej często przyczynia się do poprawy właściwości mechanicznych, reologicznych, termicznych i/lub obniżenia palności otrzymanych kompozytów, w porównaniu do czystych polimerów. Jednak jedną z najważniejszych zalet zawierających silseskwioxany kompozytów jako napełniaczy, jest ich wysoka stabilność termiczna i termo-oksydacyjna. Jest ona efektem powstawania na powierzchni materiału kompozytowego, w wyniku termicznego rozkładu związków POSS, izolacyjnej warstwy krzemionkowej, która opóźnia procesy dalszego termicznego rozkładu kompozytu. Możliwość polepszenia stabilności termicznej poprzez dodatek niewielkiej ilości odpowiedniego silseskwioxanu, ma istotne znaczenie szczególnie w przypadku polietylenu (PE) i polipropylenu jednych z najważniejszych masowych tworzyw sztucznych, których użyteczność w niektórych zastosowaniach jest ograniczona ich stosunkowo niską odpornością na działanie wysokich temperatur.

Powszechne zastosowanie typowych związków POSS jest jednak limitowane ich wysoką ceną oraz ograniczoną dostępnością. Tańszą alternatywą są silseskwioxany o usieciowanej strukturze, nazywane żywicami siloksanowo-silseskwioxanowymi.

Żywice siloksanowo-silseskwioxanowe to układy, w których rdzenie krzemowo-tlenowe, mające postać całkowicie skondensowanych klatek, pełnią rolę węzłów sieci, z przyłączonymi do narożnych atomów krzemu łańcuchami siloksanowymi lub alkilowymi, które mogą różnić się długością oraz dodatkowo mogą zawierać reaktywne lub niereaktywne grupy funkcyjne. Układy tego typu otrzymywane są metodami kondensacyjnymi (Lichtenhan J.D., Vu N.Q., Carter J.A., Gilman J.W., Feher F.J.: *Macromolecules* 1993, 26, 2141–2142; Liu Y.R., Huang Y.D., Liu L.: *Compos. Sci. Technol.* 2007, 67, 2864–2876; Gunji T., Shioda T., Tsuchihira K., Seki H., Kajiwarra T., Abe Y.: *Appl. Organometal. Chem.* 2010, 24, 545–550; Majumdar P., Lee E., Gubbins N., Stafslie S.J., Daniels J., Thorson C.J., Chisholm B.J.: *Polymer* 2009, 50, 1124–1133). Znane są także metody syntezy żywic siloksanowo-silseskwioxanowych na drodze procesów addycyjnych (hydrosililowania) (Pan G., Mark J.E., Schaefer D.W.: *J. Polym. Sci.: Part B: Polym. Phys.* 2003, 41, 3314–3323; Mantz R.A., Jones P.F., Chaffee K.P., Lichtenhan J.D., Gilman J.W.: *Chem. Mater.* 1996, 8, 1250–1259; Szołtyga M., Dutkiewicz M., Marciniak B., Maciejewski H.: *Polimery*, 2013, 58, 10, 766–771, polskie opisy patentowe: PL 213827; PL 222441, PL 222442).

Jednak, dotąd w literaturze przedmiotu znajdujemy jedynie pojedyncze prace dotyczące zastosowania żywic siloksanowo-silseskwioxanowych, jako napełniaczy w kompozytach poliolefinowych.

W publikacji M. Dobrzyńskiej-Mizery, M. Dutkiewicza, T. Sterzyńskiego, M.L. Di Lorenzo: *Interfacial enhancement of polypropylene composites modified with sorbitol derivatives and siloxy-silsesquioxane resin* opublikowanej w AIP Conf. Proc. 2015, 1695, 020049-1-0200-49-5, opisano właściwości kompozytów na osnowie izotaktycznego polipropylenu, otrzymanych metodą wytłaczania, zawierających 0,5–3,0 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioxanowej z podstawnikami fenyłowymi w mostkach siloksanowych łączących klatkowe rdzenie krzemowo-tlenowe silseskwioxanu oraz

0,25 części wagowych pochodnej sorbitolu (1,2,3-tridezoksy-4,6:5,7-bis-0-[(4-propylofenylo)metyleno]nonitolu, o handlowej nazwie NX8000). Część próbek kompozytów przygotowano dodatkowo z udziałem 5 części wagowych polipropylenu szczepionego bezwodnikiem maleinowym (MAPP) Polybond 3150 (Chemtura, UK), jako kompatybilizatora. Wprowadzenie żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej oraz pochodnej sorbitolu NX8000 do izotaktycznego polipropylenu skutkowało pogorszeniem właściwości mechanicznych otrzymanych kompozytów, w tym obniżeniem wartości wydłużenia przy zerwaniu z 600% dla czystego izotaktycznego polipropylenu do 14% dla kompozytów zawierających 3 części wagowe żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej oraz 0,25 części wagowych pochodnej sorbitolu NX8000. Wprowadzenie 5 części wagowych MAPP, jako kompatybilizatora, do kompozytu, spowodowało poprawę wartości wydłużenia przy zerwaniu. Wartość ta była jednak nadal znacznie niższa, w porównaniu do tej dla izotaktycznego polipropylenu bez dodatków. Dodatek żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej oraz kompatybilizatora MAPP nie miał istotnego wpływu na przebieg procesu krystalizacji izotaktycznego polipropylenu. W znanym sposobie nie podano jednak informacji na temat wpływu dodatku żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej na stabilność termiczną otrzymanych kompozytów na osnowie izotaktycznego polipropylenu.

W publikacji M. Dobrzyńskiej-Mizery, M. Dutkiewicza, T. Sterzyńskiego, M.L. Di Lorenzo: *Polypropylene-based composites containing sorbitol-based nucleating agent siloxane-silsesquioxane resin* opublikowanej w J. Appl. Polym. Sci. 2016, 133, 22, 43476 opisano zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej do otrzymania kompozytów na osnowie izotaktycznego polipropylenu, przygotowanych z dodatkiem pochodnej sorbitolu (1,2,3-tridezoksy-4,6:5,7-bis-0-[(4-propylofenylo)metyleno]nonitolu, o handlowej nazwie NX8000), jako czynnika przyspieszającego krystalizację polimeru. Zastosowana żywica siloksanowo-silsekwioxanowa zawierała podstawniki fenyłowe w mostkach siloksanowych łączących klatkowe rdzenie krzemowo-tlenowe silsekwioxanu, a jej wprowadzenie do izotaktycznego polipropylenu miało na celu kontrolę procesu krystalizacji polimeru następującej pod wpływem dodatku pochodnej sorbitolu NX8000. Kompozyty zawierały 96,75-99,65 części wagowych izotaktycznego polipropylenu, 0,25 części wagowych pochodnej sorbitolu NX8000 oraz 0,10-3,00 wytlaczania, uprzednio mieląc granulát izotaktycznego polipropylenu do postaci proszku, a następnie mieszając otrzymany proszek w odpowiednim stosunku wagowym z pochodną sorbitolu NX8000 oraz żywicą siloksanowo-silsekwioxanową. Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej miało jednak nieznaczny wpływ na proces krystalizacji izotaktycznego polipropylenu, następującego w wyniku dodania pochodnej sorbitolu NX8000. Dla opisanych powyżej kompozytów, zawierających pochodną sorbitolu NX8000 oraz żywicę siloksanowo-silsekwioxanową, wraz ze wzrostem udziału wagowego tej żywicy, wykazano nieznaczny wzrost modułu Younga (z 1,25 GPa do 1,56 GPa), ale wyraźne obniżenie wartości wydłużenia przy zerwaniu (z 600% do 14%). W znanym sposobie nie podano jednak informacji na temat wpływu dodatku żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej na stabilność termiczną otrzymanych kompozytów na osnowie izotaktycznego polipropylenu.

W publikacji M. Dobrzyńskiej-Mizery, M. Dutkiewicza, T. Sterzyńskiego, M.L. Di Lorenzo: *Isotactic polypropylene modified with sorbitol-based derivative and siloxane-silsesquioxane resin* opublikowanej w Eur. Polym. Sci. 2016, 85, 62-71, opisano właściwości kompozytów na osnowie izotaktycznego polipropylenu. Kompozyty zawierały pochodną sorbitolu (1,3;2,4-bis(3,4-dimetylobenzylideno)sorbitolu, o handlowej nazwie Millad 3988), jako czynnika przyspieszającego krystalizację polimeru oraz żywicę siloksanowo-silsekwioxanową z podstawnikami fenyłowymi w mostkach siloksanowych łączących klatkowe rdzenie krzemowo-tlenowe silsekwioxanu, jako środka umożliwiającego kontrolę procesu krystalizacji polimeru. Kompozyty zawierały 98,25-99,65 części wagowych izotaktycznego polipropylenu, 0,25 części wagowych pochodnej sorbitolu Millad 3988 oraz 0,10-1,50 części wagowych wymienionej żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej. Kompozyty przygotowano metodą wytlaczania, uprzednio mieląc granulát izotaktycznego polipropylenu do postaci proszku, a następnie mieszając otrzymany proszek w odpowiednim stosunku wagowym z pochodną sorbitolu Millad 3988 oraz żywicą siloksanowo-silsekwioxanową. Dodatek żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej umożliwiał kontrolę szybkości procesu krystalizacji, a jednocześnie uzyskiwanie produktu charakteryzującego się pożądaną przezroczystością. Wraz ze wzrostem udziału wagowego żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej w kompozycji widoczny był spadek wartości modułu Younga (z 1,45 GPa do 1,3 GPa) i wydłużenia przy zerwaniu (z 600 % do 250%). W znanym sposobie nie podano jednak informacji na temat wpływu dodatku żywicy siloksanowo-silsekwioxanowej na stabilność termiczną otrzymanych kompozytów na osnowie izotaktycznego polipropylenu.

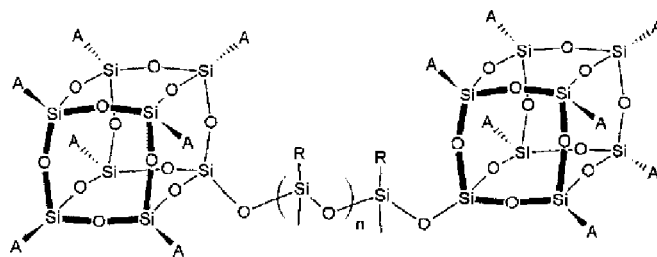
Z przeglądu danych literaturowych i patentowych wynika, że nieznane są dotąd kompozyty na podstawie poliolefin, zawierające w charakterze napelnacza żywice siloksanowo-silsekwioxsanowe, charakteryzujące się podwyższoną stabilnością termiczną, w porównaniu z odpowiednimi poliolefinami bez napelnacza, a zatem nieznany jest też sposób ich wytwarzania.

Celem wynalazku było opracowanie sposobu wytwarzania kompozytów na podstawie poliolefin, które zawierają w roli napelnacza żywice siloksanowo-silsekwioxsanowe i w efekcie odznaczają się podwyższoną stabilnością termiczną, w porównaniu z odpowiednimi poliolefinami bez napelnacza, przy jednoczesnym zachowaniu dobrych właściwości użytkowych, zwłaszcza przetwórczych i mechanicznych, takich jak masowy wskaźnik szybkości płynięcia, wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu oraz udarność według Charpy'ego.

Okazało się, że homopolimery etylenu i/lub propylenu, poddane wytłaczaniu z żywicami siloksanowo-silsekwioxsanowymi, w skład których wchodzi silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe, które połączone są łańcuchami siloksanowymi, zawierającymi lub niezawierającymi grupy funkcyjne w łańcuchu siloksanowym, przy niewielkim udziale wagowym (0,5–10% wagowych) żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej w kompozycie, charakteryzują się podwyższoną stabilnością termiczną, w odniesieniu do czystego homopolimeru etylenu i/lub propylenu, przy jednoczesnym zachowaniu dobrych właściwości przetwórczych i mechanicznych, takich jak wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego.

Istota sposobu według wynalazku polega na tym, że w pierwszym etapie miesza się w stanie stopionym polimeru:

- 60–80 części wagowych homopolimeru etylenu i/lub propylenu,
- 20–40 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej, w skład której wchodzi silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe, które połączone są łańcuchami siloksanowymi o różnej liczbie jednostek siloksanowych w łańcuchu, o wzorze ogólnym:



gdzie:

R – atom wodoru lub grupa *n*-alkilowa

n = 3 do 7,

A – łańcuch siloksanowy, przyłączony do narożnego atomu krzemu w klatce silsekwioxsanowej, w drugim etapie do wytłaczarki wprowadza się 2,5–50 części wagowych tak otrzymanego koncentratu i taką ilość homopolimeru etylenu i/lub propylenu, aby zawartość żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej w kompozycie wynosiła 0,5–10 %, a proces wytłaczania prowadzi się w temperaturze 150–190°C z szybkością zapewniającą kontaktowanie się składników w czasie nie krótszym niż 3 minuty.

Korzystnie jest, jeżeli jako napelnacz stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioxsanową w skład której wchodzi silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe zawierające osiem atomów krzemu i mające postać całkowicie skondensowanych klatek połączonych łańcuchami siloksanowymi.

Korzystnie jest, jeżeli jako napelnacz stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioxsanową w skład której wchodzi silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe, które połączone są łańcuchami siloksanowymi zawierającymi 4–8 jednostek siloksanowych w łańcuchu.

Korzystnie jest, jeżeli jako napelnacz stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioxsanową w której łańcuchy siloksanowe łączące silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe zawierają atom wodoru lub grupę *n*-alkilową, jako podstawniki przy atomach krzemu.

Korzystnie jest, jeżeli stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioxsanową w której łańcuchy siloksanowe łączące silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe zawierają grupy *n*-alkilowe o 8–18 atomów węgla w łańcuchu.

Korzystne jest, jeżeli pierwszy etap procesu prowadzi się w temperaturze 150–210°C.

Korzystnie jest, jeżeli pierwszy etap procesu prowadzi się w czasie nie dłuższym niż 15 minut. Korzystnie jest, jeżeli w pierwszym etapie stosuje się szybkość obrotu rotorów mieszalnika 50 rpm, a w drugim etapie stosuje się szybkość obrotu ślimaków 100–200 rpm.

Korzystnie jest, w drugim etapie stosuje się wytłaczarkę dwuślimakową ze współbieżnym układem ślimaków.

Korzystnie jest, jeżeli w pierwszym etapie stosuje się 20–25 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej.

Kompozyty na podstawie poliolefin otrzymane w procesie dwuetapowym z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowych, jako napelniacza, charakteryzują się podwyższoną stabilnością termiczną, a wzrost stabilności termicznej kompozytów na podstawie poliolefin uzyskuje się przy niewielkim (0,5–10% wagowych) udziale wagowym żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej, bez znaczącego pogorszenia wybranych właściwości mechanicznych i przetwórczych kompozytu, w porównaniu z poliolefinami bez napelniacza.

Przykłady

W pierwszym etapie sporządza się koncentraty polimerowe poprzez mieszanie granulatu polimerowego i żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej przy użyciu mieszalnika (reomiksera) przez 10–15 minut w temperaturze 150–160°C, w przypadku stosowania polietylenu dużej gęstości lub 180–190°C, w przypadku stosowania polipropylenu, z szybkością obrotu rotorów wynoszącą 50 rpm. W drugim etapie odpowiednie proporcje koncentratu polimerowego (w formie granulatu) oraz granulatu polimerowego wprowadza się do minilaboratoryjnej, stożkowej wytłaczarki dwuślimakowej o średnicy ślimaków 8–21 mm i długości 165 mm. Surowce dozuje się do wytłaczarki w sposób okresowy przy użyciu dozowników grawimetrycznych/pneumatycznych. Stosuje się szybkość obrotową ślimaków wytłaczarki na poziomie 100–200 rpm, a czas przebywania surowców w wytłaczarce wynosi 3–5 minuty. Temperaturę procesu wytłaczania kompozytu dobiera się w zależności od rodzaju stosowanej poliolefiny. Dla tworzyw na podstawie polipropylenu temperatury procesu wytłaczania wynoszą od 160°C do 190°C i wzrastają w kierunku od dozowników do głowicy wytłaczarki. Kompozyty na podstawie polietylenu dużej gęstości wytłacza się w temperaturach od 160°C do 175°C. Kształtki do badań formuje się metodą wtrysku stosując miniwtryskarkę laboratoryjną. W przypadku kompozytów na podstawie polipropylenu stosuje się temperaturę cylindra 190°C, temperaturę formy 90°C oraz ciśnienie docisku 60 bar. Dla kompozytów na podstawie polietylenu dużej gęstości stosuje się temperaturę cylindra 170°C, temperaturę formy 75°C oraz ciśnienie docisku 60 bar.

Masowy wskaźnik szybkości płynięcia otrzymanych tworzyw (MFR) oznacza się przy użyciu plastometru obciążnikowego firmy Zwick według normy PN-EN ISO 1133:2006.

Właściwości wytrzymałościowe przy rozciąganiu (wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie względne przy zerwaniu) oznacza się przy użyciu maszyny wytrzymałościowej Instron według normy PN-EN ISO 527:1998. Udarność (odporność na uderzenia) bada się metodą Charpy'ego przy użyciu młota wahadłowego według normy ISO 13802.

Stabilność termiczną materiałów kompozytowych określa się metodą analizy termogravimetrycznej. Próbkę kompozytów ogrzewa się w atmosferze powietrza od temperatury pokojowej do 500°C, przy szybkości grzania 10°C/minutę. Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} określają temperatury, przy których następuje odpowiednio 5, 25 i 50% ubytku masy badanej próbki.

W przykładach jako napelniacz w kompozytach na podstawie poliolefin stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioxsanową, w skład której wchodzi rdzenie krzemowo-tlenowe, zawierające osiem atomów krzemu i mające postać całkowicie skondensowanych klatek, które połączone są łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodziły cztery lub osiem jednostek siloksanowych, zawierających w roli podstawnika atom wodoru lub grupę *n*-alkilową (*n*-oktylową lub *n*-oktadecylową).

Sposób otrzymywania kompozytów o podwyższonej stabilności termicznej na podstawie poliolefin, przedstawiają przykłady 1–19.

Przykład 1

Kompozyt na podstawie polietylenu o dużej gęstości (HDPE) o nazwie handlowej Hostalen GC 7260 o gęstości 0,96 g/cm³, MFR=7,29 g/10 minut (190°C; 2,16 kg), wytrzymałości na rozciąganie 28,6 MPa, wydłużeniu względnym przy zerwaniu 874%, udarowości według Charpy'ego 6,85 kJ/m², z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polietylenu dużej gęstości oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej, w której silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodziły cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R atom

wodoru. Proces prowadzi się przez 10 minut, w temperaturze 150°C, z szybkością obrotu rotorów wynoszącą 50 rpm.

W drugim etapie, 95 części wagowych polietylenu dużej gęstości i 5 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się szybkość obrotową ślimaków wytłaczarki na poziomie 100 rpm, a czas przebywania surowców w wytłaczarce wynosi 3 minuty. Temperatury procesu wytłaczania wynoszą od 160°C do 175°C i wzrastają w kierunku od dozowników do głowicy wytłaczarki. Kształtki do badań formuje się metodą wtrysku stosując miniwtryskarkę laboratoryjną oraz następujące parametry: temperatura cylindra 170°C, temperatura formy 75°C oraz ciśnienie docisku 60 bar.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} dla tego kompozytu, wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza, wynoszą: $T_5 = 357^\circ\text{C}$, $T_{25} = 424^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 456^\circ\text{C}$ i są wyższe, w porównaniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polietylenu dużej gęstości bez napelniacza, wynoszących $T_5 = 337^\circ\text{C}$, $T_{25} = 392^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 423^\circ\text{C}$.

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 7,04 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 29,4 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 317% oraz udarnością według Charpy'ego 5,69 kJ/m². Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polietylenu bez napelniacza.

Przykład 2

Kompozyt na podstawie polietylenu dużej gęstości o nazwie handlowej Hostalen GC 7260 z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polietylenu dużej gęstości oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w której silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę *n*-oktylową. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 1.

W drugim etapie 95 części wagowych polietylenu dużej gęstości i 5 części wagowych koncentratu polimerowego otrzymanego w pierwszym etapie miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 1.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza wynoszą: $T_5 = 360^\circ\text{C}$, $T_{25} = 413^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 439^\circ\text{C}$ i są wyższe w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polietylenu dużej gęstości bez napelniacza i przedstawionych w przykładzie 1.

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 6,60 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 30,4 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 460% oraz udarnością według Charpy'ego 5,59 kJ/m². Uzyskuje się wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (T_5 i T_{25} o 20°C, oraz T_{50} o 15°C). Właściwości przetwórcze oraz mechaniczne utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polietylenu bez napelniacza.

Przykład 3

Kompozyt na podstawie polietylenu dużej gęstości o nazwie handlowej Hostalen GC 7260 z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polietylenu dużej gęstości oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w której silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę *n*-oktylową. Proces prowadzi się przez 15 minut, w temperaturze 160°C, z szybkością obrotu rotorów wynoszącą 50 rpm.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 75 części wagowych polietylenu dużej gęstości i 25 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się szybkość obrotową ślimaków wytłaczarki na poziomie 150 rpm, a czas przebywania surowców w wytłaczarce wynosi 4 minuty. Temperatury procesu wytłaczania wynoszą od 160°C do 175°C i wzrastają w kierunku od dozowników do głowicy wytłaczarki. Kształtki do badań formuje się metodą wtrysku stosując miniwtryskarkę laboratoryjną oraz następujące parametry: temperatura cylindra 170°C, temperatura formy 75°C oraz ciśnienie docisku 60 bar.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza wynoszą: $T_5 = 349^\circ\text{C}$, $T_{25} = 409^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 436^\circ\text{C}$ i są wyższe od wartości tych parametrów wyznaczonych dla polietylenu dużej gęstości bez napelniacza: T_5 10°C , oraz T_{25} i T_{50} o około 15°C .

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 6,36 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 30,9 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 130% oraz udarnością według Charpy'ego 5,16 kJ/m². Właściwości przetwórcze oraz mechaniczne ulegają nieznacznemu obniżeniu w porównaniu do odpowiednich wartości dla polietylenu bez napelniacza.

Przykład 4

Kompozyt na osnowie polietylenu dużej gęstości o nazwie handlowej Hostalen GC 7260 z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 75 części wagowych polietylenu dużej gęstości oraz 25 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej, w której silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę *n*-oktylową. Proces prowadzi się przez 15 minut, w temperaturze 160°C , z szybkością obrotu rotorów wynoszącą 50 rpm,

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 60 części wagowych polietylenu dużej gęstości i 40 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 25 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się szybkość obrotową ślimaków wytłaczarki na poziomie 200 rpm, a czas przebywania surowców w wytłaczarce wynosi 5 minut. Temperatury procesu wytłaczania wynoszą od 160°C do 175°C i wzrastają w kierunku od dozowników do głowicy wytłaczarki. Kształtki do badań formuje się metodą wtrysku stosując miniwtryskarkę laboratoryjną oraz następujące parametry: temperatura cylindra 170°C , temperatura formy 75°C oraz ciśnienie docisku 60 bar.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza wynoszą: $T_5 = 349^\circ\text{C}$, $T_{25} = 409^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 433^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polietylenu dużej gęstości bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 6,11 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 31,0 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 47% oraz udarnością według Charpy'ego 5,03 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 10°C , oraz T_{25} i T_{50} o około 15°C), względem nienapelnionego polietylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie i udarność według Charpy'ego) ulegają nieznacznemu obniżeniu, w porównaniu do odpowiednich wartości dla polietylenu bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Przykład 5

Kompozyt na osnowie polietylenu dużej gęstości o nazwie handlowej Hostalen GC 7260 z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polietylenu dużej gęstości oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej, w której silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę *n*-oktadecylową. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 1.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 95 części wagowych polietylenu dużej gęstości i 5 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 1.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza wynoszą: $T_5 = 383^\circ\text{C}$, $T_{25} = 428^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 451^\circ\text{C}$ i są one wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polietylenu dużej gęstości bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 6,75 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 30,9 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 440% oraz udarnością według Charpy'ego 6,65 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_{50} około 50°C , oraz T_{25} i T_{50}

o około 25°C), względem nienapełnionego polietylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polietylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Przykład 6

Kompozyt na podstawie polietylenu dużej gęstości o nazwie handlowej Hostalen GC 7260 z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 75 części wagowych polietylenu dużej gęstości oraz 25 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w której silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę *n*-oktadecylową. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 4.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 60 części wagowych polietylenu dużej gęstości i 40 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 25 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 4.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza wynoszą: $T_5 = 350^\circ\text{C}$, $T_{25} = 407^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 435^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polietylenu dużej gęstości bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 5,84 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 34,9 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 20% oraz udarnością według Charpy'ego 5,09 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 10°C, oraz T_{25} i T_{50} o około 15°C), względem nienapełnionego polietylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie i udarność według Charpy'ego) ulegają nieznacznemu obniżeniu, w porównaniu do odpowiednich wartości dla polietylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Przykład 7

Kompozyt na podstawie polietylenu dużej gęstości o nazwie handlowej Hostalen GC 7260 z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polietylenu dużej gęstości oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w której silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi osiem jednostek siloksanowych, zawierających w roli podstawnika R grupę *n*-oktylową. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 1.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 95 części wagowych polietylenu dużej gęstości i 5 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 1.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza wynoszą: $T_5 = 362^\circ\text{C}$, $T_{25} = 422^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 451^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polietylenu dużej gęstości bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 6,68 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 31,0 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 680% oraz udarnością według Charpy'ego 6,31 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametrów T_5 i T_{50} o 25 °C, oraz T_{25} o 20°C), względem nienapełnionego polietylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polietylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Przykład 8

Kompozyt na podstawie polietylenu dużej gęstości o nazwie handlowej Hostalen GC 7260 z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polietylenu dużej gęstości oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej, w której silsekwiksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi osiem jednostek siloksanowych, zawierających w roli podstawnika R grupę *n*-oktylową. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 3.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 75 części wagowych polietylenu dużej gęstości i 25 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 3.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza wynoszą: $T_5 = 382^\circ\text{C}$, $T_{25} = 429^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 457^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polietylenu dużej gęstości bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 6,33 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 31,4 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 595% oraz udarnością według Charpy'ego 5,06 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 45 °C, oraz T_{25} i T_{50} o około 25°C), względem nienapełnionego polietylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polietylenu bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 1).

Przykład 9

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R (gęstość 0,90 g/cm³, MFR = 21,18 g/10 minut (230°C; 2,16 kg), wytrzymałość na rozciąganie 41,8 MPa, wydłużenie względne przy zerwaniu 12%, udarność według Charpy'ego 2,91 kJ/m²) z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej, w której silsekwiksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R atom wodoru. Proces prowadzi się przez 10 minut, w temperaturze 180°C, z szybkością obrotu rotorów wynoszącą 50 rpm.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 95 części wagowych polipropylenu i 5 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się szybkość obrotową ślimaków wytłaczarki na poziomie 100 rpm oraz czas przebywania surowców w wytłaczarce 3 minuty. Temperatury procesu wytłaczania wynoszą od 160°C do 190°C i wzrastają w kierunku od dozowników do głowicy wytłaczarki. Kształtki do badań formuje się metodą wtrysku stosując miniwtryskarkę laboratoryjną oraz następujące parametry: temperatura cylindra 190°C, temperatura formy 90°C oraz ciśnienie docisku 60 bar.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: $T_5 = 291^\circ\text{C}$, $T_{25} = 337^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 365^\circ\text{C}$ i są one wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napelniacza ($T_5 = 289^\circ\text{C}$, $T_{25} = 325^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 352^\circ\text{C}$).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 23,18 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 38,5 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 23% oraz udarnością według Charpy'ego 2,69 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej powoduje wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 2°C, oraz T_{25} i T_{50} o około 10°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napelniacza.

Przykład 10

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwiksanowej, w której

silseskwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R atom wodoru. Proces prowadzi się przez 15 minut w temperaturze 190°C z szybkością obrotu rotorów wynoszącą 50 rpm.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 75 części wagowych polipropylenu i 25 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się szybkość obrotową ślimaków wytłaczarki na poziomie 150 rpm oraz czas przebywania surowców w wytłaczarce 4 minuty. Temperatury procesu wytłaczania wynoszą od 160°C do 190°C i wzrastają w kierunku od dozowników do głowicy wytłaczarki. Kształtki do badań formuje się metodą wtrysku stosując miniwtryskarkę laboratoryjną oraz następujące parametry: temperatura cylindra 190°C, temperatura formy 90°C oraz ciśnienie docisku 60 bar.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: $T_5 = 292^\circ\text{C}$, $T_{25} = 337^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 366^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 24,12 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 37,0 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 18% oraz udarnością według Charpy'ego 2,82 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej powoduje wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 3°C, oraz T_{25} i T_{50} o około 10°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 11

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie sporządza się koncentrat polimerowy, wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej, w której silseskwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę n-oktylową. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 10. W drugim etapie przygotowania kompozytu, 75 części wagowych polipropylenu i 25 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej, miesza się w stanie stopionym i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 10.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: $T_5 = 302^\circ\text{C}$, $T_{25} = 351^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 380^\circ\text{C}$ i są one wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 21,82 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 38,2 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 23% oraz udarnością według Charpy'ego 3,55 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 13°C, oraz T_{25} i T_{50} o około 25°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 12

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 75 części wagowych polipropylenu oraz 25 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej, w której silseskwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę n-oktylową. Proces prowadzi się przez 15 minut w temperaturze 190°C z szybkością obrotu rotorów wynoszącą 50 rpm.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 60 części wagowych polipropylenu i 40 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 25 części wago-

wych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytlaczaniu. Stosuje się szybkość obrotową ślimaków wytłaczarki na poziomie 200 rpm oraz czas przebywania surowców w wytłaczarce 5 minut. Temperatury procesu wytłaczania wynoszą od 160°C do 190°C i wzrastają w kierunku od dozowników do głowicy wytłaczarki. Kształtki do badań formuje się metodą wtrysku stosując miniwtryskarkę laboratoryjną oraz następujące parametry: temperatura cylindra 190°C, temperatura formy 90°C oraz ciśnienie docisku 60 bar.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: $T_5 = 298^\circ\text{C}$, $T_{25} = 346^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 373^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 21,39 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 36,1 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 22% oraz udarnością według Charpy'ego 3,74 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 10°C, oraz T_{25} i T_{50} o 20°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 13

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w której silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę *n*-oktadecylową.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 95 części wagowych polipropylenu i 5 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. W obu etapach stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 9. Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza wynoszą: $T_5 = 298^\circ\text{C}$, $T_{25} = 348^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 380^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 22,60 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 40,1 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 21% oraz udarnością według Charpy'ego 4,06 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 10°C, oraz T_{25} i T_{50} o około 25°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 14

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w której silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi cztery jednostki siloksanowe, zawierającymi w roli podstawnika R grupę *n*-oktadecylową. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 10.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 75 części wagowych polipropylenu i 25 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 10.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: $T_5 = 298^\circ\text{C}$, $T_{25} = 346^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 377^\circ\text{C}$ i są one wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 20,18 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 38,0 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 25% oraz udarnością według Charpy'ego 3,82 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T₅ o 10°C, oraz T₂₅ i T₅₀ o około 20°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 15

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w której silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi osiem jednostek siloksanowych, zawierających w roli podstawnika R atom wodoru. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 9.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 95 części wagowych polipropylenu i 5 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 9.

Wartości parametrów T₅, T₂₅ i T₅₀ wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: T₅ = 309°C, T₂₅ = 359°C i T₅₀ = 385°C i są one wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 21,29 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 39,4 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 13% oraz udarnością według Charpy'ego 4,05 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T₅ o 20°C, oraz T₂₅ i T₅₀ o około 30°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 16

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w roli napełniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w której silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi osiem jednostek siloksanowych, zawierających w roli podstawnika R atom wodoru. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 10.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 75 części wagowych polipropylenu i 25 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 10.

Wartości parametrów T₅, T₂₅ i T₅₀ wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: T₅ = 319°C, T₂₅ = 365°C i T₅₀ = 389°C i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 26,27 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 37,2 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 20% oraz udarnością według Charpy'ego 2,96 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T₅ o 30°C, oraz T₂₅ i T₅₀ o około 40°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 17

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 75 części wagowych polipropylenu oraz 25 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej, w której silseskwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi osiem jednostek siloksanowych, zawierających w roli podstawnika R atom wodoru. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 12.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 60 części wagowych polipropylenu i 40 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 25 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 12.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: $T_5 = 311^\circ\text{C}$, $T_{25} = 354^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 380^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 25,65 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 35,5 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 15% oraz udarnością według Charpy'ego 2,93 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 20°C, oraz T_{25} i T_{50} o około 30°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 18

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej, w której silseskwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi osiem jednostek siloksanowych, zawierających w roli podstawnika R grupę *n*-oktylową. Parametry procesu przedstawiono w przykładzie 9.

W drugim etapie przygotowania kompozytu, 95 części wagowych polipropylenu i 5 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytłaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 9.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: $T_5 = 318^\circ\text{C}$, $T_{25} = 374^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 403^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 20,96 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 39,9 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 15% oraz udarnością według Charpy'ego 4,09 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 30°C, oraz T_{25} i T_{50} o około 50°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napelniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Przykład 19

Kompozyt na podstawie polipropylenu o nazwie handlowej Moplen HP 400R z udziałem żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej w roli napelniacza otrzymuje się w procesie dwuetapowym.

W pierwszym etapie, sporządza się koncentrat polimerowy wprowadzając do mieszalnika 80 części wagowych polipropylenu oraz 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silseskwioksanowej, w której silseskwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe są połączone łańcuchami siloksanowymi, w skład których wchodzi osiem jednostek siloksanowych, zawierających w roli podstawnika R grupę *n*-oktylową. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 10.

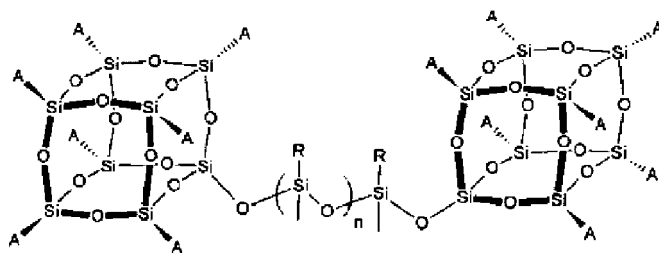
W drugim etapie przygotowania kompozytu, 75 części wagowych polipropylenu i 25 części wagowych otrzymanego w pierwszym etapie koncentratu polimerowego, zawierającego 20 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, miesza się w stanie stopionym polimeru i poddaje wytlaczaniu. Stosuje się parametry procesu takie jak w przykładzie 10.

Wartości parametrów T_5 , T_{25} i T_{50} wyznaczone metodą analizy termogravimetrycznej w atmosferze powietrza dla tego kompozytu wynoszą: $T_5 = 318^\circ\text{C}$, $T_{25} = 374^\circ\text{C}$ i $T_{50} = 403^\circ\text{C}$ i są wyższe, w odniesieniu do wartości tych parametrów wyznaczonych dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Kompozyt charakteryzuje się masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia 20,96 g/10 minut, wytrzymałością na rozciąganie 39,9 MPa, wydłużeniem względnym przy zerwaniu 15% oraz udarnością według Charpy'ego 4,09 kJ/m². Zastosowanie żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej powoduje wyraźny wzrost odporności termicznej kompozytu (wzrost wartości parametru T_5 o 30°C , oraz T_{25} i T_{50} o około 50°C), względem nienapełnionego polipropylenu. Właściwości przetwórcze (masowy wskaźnik szybkości płynięcia) oraz mechaniczne (wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie względne przy zerwaniu i udarność według Charpy'ego) utrzymują się na poziomie odpowiednich wartości dla polipropylenu bez napełniacza (przedstawionych w przykładzie 9).

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kompozytów na podstawie poliolefin, **znamienny tym**, że w pierwszym etapie miesza się w stanie stopionym polimeru:
 - 60–80 części wagowych homopolimeru etylenu i/lub propylenu,
 - 20–40 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej, w skład której wchodzi silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe, które połączone są łańcuchami siloksanowymi o różnej liczbie jednostek siloksanowych w łańcuchu, o wzorze ogólnym:



gdzie:

R – atom wodoru lub grupa *n*-alkilowa

n = 3 do 7,

A – łańcuch siloksanowy, przyłączony do narożnego atomu krzemu w klatce silsekwioksanowej,

w drugim etapie do wytłaczarki wprowadza się 2,5–50 części wagowych tak otrzymanego koncentratu i taką ilość homopolimeru etylenu i/lub propylenu, aby zawartość żywicy siloksanowo-silsekwioksanowej w kompozycie wynosiła 0,5–10%, a proces wytłaczania prowadzi się w temperaturze $150\text{--}190^\circ\text{C}$ z szybkością zapewniającą kontaktowanie się składników w czasie nie krótszym niż 3 minuty.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako napełniacz stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioksanową, w skład której wchodzi silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe zawierające osiem atomów krzemu i mające postać całkowicie skondensowanych klatek połączonych łańcuchami siloksanowymi.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako napełniacz stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioksanową, w skład której wchodzi silsekwioksanowe rdzenie krzemowo-tlenowe, które połączone są łańcuchami siloksanowymi zawierającymi 4–8 jednostek siloksanowych w łańcuchu.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako napelniaacz stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioxsanową w której łańcuchy siloksanowe łączące silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe zawierają atom wodoru lub grupę *n*-alkilową, jako podstawniki przy atomach krzemu.
5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się żywicę siloksanowo-silsekwioxsanową, w której łańcuchy siloksanowe łączące silsekwioxsanowe rdzenie krzemowo-tlenowe zawierają grupy *n*-alkilowe o 8–18 atomów węgla w łańcuchu.
6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że pierwszy etap procesu prowadzi się w temperaturze 150–210°C.
7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że pierwszy etap procesu prowadzi się w czasie nie dłuższym niż 15 minut.
8. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w pierwszym etapie stosuje się szybkość obrotu rotorów mieszalnika 50 rpm, a w drugim etapie stosuje się szybkość obrotu ślimaków 100–200 rpm.
9. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w drugim etapie stosuje się wytłaczarkę dwu-ślimakową ze współbieżnym układem ślimaków.
10. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w pierwszym etapie stosuje się 20–25 części wagowych żywicy siloksanowo-silsekwioxsanowej.