



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

207 116

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 12 79
(21) PV 8789-79

(51) Int. Cl.³ B 29 C 11/00

(40) Zveřejněno 15 09 80

(45) Vydáno 01 11 83

(75)

Autor vynálezu FIFKA LADISLAV ing., HRADEC KRÁLOVÉ a
KRÍŽ VÁCLAV ing., JAROMĚŘ

(54) Způsob výroby předmětů z polylaktamů

1

Vynález se týká způsobu výroby předmětů z polylaktamů, zejména tyčovitého tvaru se štíhlostním poměrem 1:4 až 1:100, metodou alkalické polymerace monomerní směsi laktamu a složek katalytického a aktivačního systému, případně dalších látek, jako plniv, barviv, změkčovadel a stabilizátorů.

Při výrobě předmětů z polylaktamů polymerace probíhá v temperovaných formách, jejichž tvarovací dutiny se plní roztavenou monomerní směsí laktamu, popřípadě více laktamů spolu s dalšími složkami. Během procesu polymerace dochází v porovnání s objemem výchozí monomerní směsi k objemovému smrštění, jež může být příčinou vad a defektů ve vyráběných předmětech. Objemová smrštění můžeme přiřadit třem následně probíhajícími dějům a to polymeraci, to je přeměně monomerní látky v polymer, krystalizaci vzniklého polymeru a tepelnému smrštění částečně krystalického polylaktamu během ochlazování. Objemové úbytky je třeba doplňovat přeskupováním polymerující směsi, pokud se tato ještě nachází v kapalném nebo plastickém stavu.

U předmětů jednoduchého tvaru, např. u válce s poměrem průměru k výšce menším než 1:3 se přeskupování polymerující směsi dělo i pouhým působením gravitačních sil, bez potřeby zvláštního zdroje tlaku.

Dobrych výsledků při beztlakovém polymeračním odlévání lze dosáhnout rovněž udržováním

polymeračního systému v adiabatických podmínkách, kdy při stejné počáteční teplotě v celém objemu probíhá polymerace stejnou rychlostí. V technické praxi se však bylo možno těmto ideálním adiabatickým podmínkám pouze přiblížit v těch případech, kdy se podařilo odstranit vliv tepelné kapacity formy a dosáhnout dostatečné tepelné izolace tvarovací dutiny od okolí. Ve většině případů, zvláště u předmětů s velkým povrchem, nestejnou tloušťkou profilu apod., se tepelné podmínky značně odlišovaly od ideálních a proto bylo třeba nerovnoměrný vznik objemových úbytků kompenzovat působením tlaku na obsah formy, neboť beztlakovým způsobem nebylo možno vyloučit vznik vnitřních vad.

V technické praxi jsou známy způsoby výroby předmětů z poly-laktamů polymerací ve formách za působení tlaku, které se realizují na zařízeních, jež jsou ve většině případů obdobou vstřikovacích nebo lisovacích strojů, pro zpracování granulovaných nebo práškových plastů. Průběh polymerace se v těchto případech liší časovým průběhem tlaku, jeho velikostí a způsobem dávkování monomerní směsi. Je například známa metoda, ochráněná švýcarským patentem 503 574, spočívající v tom, že monomerní směs ohřátí na počáteční teplotu polymerace se dávkovala bez tlaku do otevřené tvarovací dutiny formy, která se po částečném zpolymerování směsi uzavřela tvárníkem, jenž působil na obsah formy tlakem a dodával polymerující hmotě konečný tvar. Velikost tlaku se přitom pohybovala v rozmezí 20 až 30 MPa. Je zřejmé, že potřeba těchto, poměrně vysokých tlaků, pro výrobu předmětů z polymerů prostých vad, kladla vysoké nároky na technologická zařízení vyvozuující tlak, tak i na samotné formy namáhané vysokými tlaky, které z tohoto důvodu musely být hmotné, rozměrné a nákladné.

K odstranění těchto nedostatků a k dosažení dobrých parametrů při výrobě předmětů z poly-laktamů, zejména tyčovitěho tvaru byl vyvinut způsob podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že monomerní směs laktamu se během polymerace v tvarovací dutině zahřívá na teplotu, jejíž velikost ve směru podélné osy tvarovací dutiny spojitě roste v rozpětí do 100 °C, přičemž minimální hodnota je shodná nebo vyšší než počáteční teplota monomerní směsi. U předmětů s vyšším štíhlostním poměrem se vyšší teplotou zahřívá střední část tvarovací dutiny a směrem k okrajům její hodnota klesá. Pro další zlepšení výsledků se během polymerace a krystalizace amorfního poly-laktamu na něj působí tlakem menším než 10 MPa.

Pokrokovost způsobu podle vynálezu se projevuje, zejména v tom, že působením teplotního profilu o spojitěm průběhu rozloženého v závislosti na štíhlostním poměru po délce tvarovací dutiny, do níž je vnesena monomerní směs, se dosáhne urychlování polymerační reakce v místech s vyšší teplotou, takže se zde dříve dosáhne rovnovážného stadia. Tím se časově rozprostře objemové smršťování a odstraní se tak příčina vzniku trhlin a jiných vad. Umístěním horní meze zahřívací teploty do střední části tvarovací dutiny se dosáhne optimálních výsledků i u předmětů s vysokým štíhlostním poměrem. Stejný účinek se projevuje i při krystalizaci amorfního polymeru. Účinky působení teplotního toku vytváří předpoklady pro další zlepšení kvality předmětů z poly-laktamů vyvoláním tlaku na obsah formy, přičemž potřebná hodnota tlaku je v tomto případě podstatně nižší než u dříve používaných metod bez teplotního ovlivňování polymeračního procesu. Pozitivních výsledků se dosahuje již od tlaku 0,5 MPa. Tato okolnost představuje podstatné výhody při konstrukci technologického zařízení, které

může být jednodušší, kladé menší nároky na silové prvky a utěsnění formy a je proto i ekonomicky výhodnější.

Dále je popsán příklad provádění způsobu podle vynálezu při výrobě tyče stálého kruhového průřezu o průměru 38 mm a délce 1350 mm /štíhlostní poměr 1:35,5/ z poly-6-kaprolaktamu. Pro tváření této tyče se použije forma z hliníkové slitiny o délce tvarovací dutiny 1500 mm a tloušťce stěny 4 mm. Izolační schopnost pláště se volí tak, aby přebytečné teplo vyprodukované při reakcích se stačilo odvést do okolí natolik, aby teplota uvnitř formy nepřesáhla bod tání polymeru. Vyhřívání tvarovací dutiny formy se realizuje elektrickým topným kabelem, jenž se navine do tvaru šroubovice na povrch formy, přičemž stoupání šroubovice je proměnlivé v závislosti na požadované teplotě v různých místech formy. Tímto opatřením se ve směru podélné osy vytvoří teplotní gradient o spojitém průběhu, jenž je vektorem udávajícím stupeň změny velikosti teploty ke vzdálenosti. Jeho průběh je uveden v následující tabulce:

Vzdálenost od horního okraje formy /mm	Teplota /°C/	Poznámka
0	155	minimum
300	178	
600	188	
700	190	maximum
900	187	
1 200	176	
1 500	158	

Takto vyhřátá forma se naplní monomerní směsí 6-kaprolaktamu s přídavkem 0,3 molárních % sodné soli kaprolaktamu jako katalysátorů a 0,3 mol. % 4,4'-di-fenylmetandiizokyanátu jako aktivátoru polymerační reakce. Po uplatnění se uzavře tvarovací dutina a na směs se působí tlakem 1,5 MPa. Po 30 minutách se reakce ukončí a po krátkém ochlazení se výrobek vyjme z formy. Ovlivňováním rychlosti polymerace vytvořením teplotního gradientu se časově rozprostřou procesy vyvolávající objemová smrštění a docílí se příznivějších podmínek pro jejich vyrovnaní. Získaná tyč je bez vnitřních i vnějších vad, pevnost materiálu tyče v tahu v bezvodném stavu je 78,5 MPa a obsahuje 3,6 % vodou rozpustitelných látek.

Při tvarování tyčí se štíhlostním poměrem menším než v popsaném příkladě se dosahuje vyrovnaní objemových smrštění uvnitř odlitku a tím optimální kvality i při takovém vyhřívání tvarovací dutiny, kdy místo o nejvyšší teplotě je na jednom konci formy a směrem k druhému konci se teplota spojitě snižuje.

Aby mohly být vyhodnoceny parametry a kvalita odlitku vytvarovaného metodou podle vynálezu, byla monomerní směs laktamu o shodném složení, téže počáteční teplotě, tlaku a rozměrech tvarovací dutiny, jako ve výše popsaném příkladu provedení, polymerována ve formě vyhřívání na teplotu shodnou v celé délce tvarovací dutiny v olejové lázni 170 °C teplé. Po proběhnutí polymerace byly vytvarované tyče podélně rozříznuty a zkoumány, přičemž bylo zjištěno,

207 118

že u 60 % z nich se vyskytují vnitřní vady v podobě dutin kulového nebo vejčitého tvaru o průměru 2 až 8 mm, v některých případech až 12 mm. Tato zjištění potvrdila technický význam a opodstatnění vynálezu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby předmětů z polylaktamů, zejména tyčovitého tvaru se štíhlostním poměrem 1:4 až 1:100, metodou alkalické polymerace monomerní směsi laktamu a složek aktivačního a katalytického systému, případně dalších látek, jako plniv, barviv, stabilizátorů a změkčovačů, vyznačující se tím, že monomerní směs laktamu se během polymerace v tvarovací dutině zahřívá na teplotu, jejíž velikost ve směru podélné osy tvarovací dutiny spojitě roste v rozpětí do 100 °C, přičemž minimální hodnota je shodná nebo vyšší než počáteční teplota monomerní směsi laktamu.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že zahřívací teplota dosahuje horní meze ve střední části tvarovací dutiny a směrem k okrajům její hodnota klesá.
3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že během polymerace a krystalizace amorfního polylaktamu se na něj působí tlakem o hodnotě menší než 10 MPa.