

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 244014 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **432317**

(22) Data zgłoszenia: **2019.12.20**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2021.06.28 BUP 13/2021**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2023.11.20 WUP 47/2023**

(51) MKP:

C08J 5/18 (2006.01)

C08J 9/228 (2006.01)

C08L 67/03 (2006.01)

B29D 7/01 (2006.01)

B32B 27/36 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**KORPORACJA KGL SPÓŁKA AKCYJNA,
Mościska, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

**ANITA FRYDRYCH, Warszawa, PL
IRENEUSZ UDZIELAK, Warszawa, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Robert Jarzynka, Warszawa, PL

(54) Tytuł:

**Sposób wytwarzania jedno- albo wielowarstwowej folii poliestrowej z recyklatów
do kontaktu z żywnością**

PL 244014 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania jedno- albo wielowarstwowej folii poliestrowej wykonanej z recyklatów. Folia ta jest dedykowana do wytwarzania opakowań w technologii termoformowania, w tym opakowań o podwyższonej odporności termicznej.

Obecnie folie dedykowane do wytwarzania opakowań do kontaktu z żywnością, w tym o podwyższonej odporności termicznej wytwarza się maksymalnie w 50% z recyklatów. Obecnie produkowane folie zawierają barierę funkcjonalną, wytworzoną z nierecyklingowego surowca, która ma bezpośredni kontakt z żywnością i uniemożliwia kontakt recyklatów z produktem.

Rynek opakowań spożywczych zdominowały trzy podstawowe grupy materiałów: polistyren (PS), polipropylen (PP) oraz poli(tereftalan etylenu) (PET). Udział poszczególnych typów materiałów jest różny w zależności od branży i segmentu. W ostatnich latach udział PS jest malejący, PP i PET jest na względnie stabilnym poziomie, zwłaszcza w takich segmentach rynku jak branża mięsna oraz producentów ciastek i czekolad. W produkcji opakowań z PET bardzo duży udział mają surowce pochodzące z recyklingu (szczególnie płatek butelkowy). Oferowany na rynku od recyklerów oczyszczony płatek butelkowy nie posiada stosownych dopuszczeń na używanie w aplikacjach, gdzie produkt spożywczy ma bezpośredni kontakt z opakowaniem dlatego folie, z których produkowane są opakowania muszą być, np. trójwarstwowe, gdzie środkową stanowi recyklat, a dwie zewnętrzne nierecyklingowy oryginalny PET.

Obecnie stosowane folie warstwowe do produkcji opakowań są wykonywane najczęściej metodą koekstruzji tych samych bądź różnych materiałów lub laminacji różnych typów folii trwale łączonych ze sobą (np. folie PET/PE, PP/PE). Obydwa rozwiązania nie są optymalne. Stosowanie laminatów utrudnia ich przetwórstwo i recykling, co ma bezpośredni wpływ na ilość wprowadzanych na rynek opakowań i odpadów.

Z amerykańskiego opisu zgłoszeniowego US2011/0221097 (A1) znany jest sposób wytwarzania poliestrowych arkuszy z oryginalnego PET oraz PET pochodzącego z recyklingu przeznaczonych do formowania pojemników na żywność. Sposób według wynalazku obejmuje dodanie epoksydowych substancji wydłużających łańcuchy polimerowe do płatka PET pochodzącego z recyklingu; załadowanie mieszaniny do ekstrudera; topienie mieszaniny z równoczesnym odgazowywaniem, zwiększaniem masy molowej PET oraz wyłapywaniem produktów ubocznych; koekstruzję PET w formę arkusza, gdzie warstwa wytworzona z PET pochodzącego z recyklingu stanowi warstwę wewnętrzną, natomiast warstwy zewnętrzne stanowi oryginalny PET. Zastosowany układ warstw związany jest z faktem, iż PET pochodzący z recyklingu, np. płatek butelkowy od recyklerów nie posiada stosownych zezwoleń na stosowanie w aplikacjach, gdzie produkt spożywczy ma bezpośredni kontakt z opakowaniem.

Zgłoszenie US2012/0232175 (A1) dotyczy wyrobów wytworzonych ze spienionego PET oraz metody ich produkcji. Sposób według wynalazku obejmuje mieszanie tworzywa z fizycznym środkiem spieniającym, który stanowi mieszanina dwutlenku węgla i azotu (w stosunku od 4/1 do 1/1) oraz wytłaczanie arkusza przeznaczonego do termoformowania. Wytworzone wyroby otrzymane są z oryginalnego granulatu PET i charakteryzują się odpornością termiczną do ok. 70°C. Materiały te nie nadają się zatem do pakowania produktów podgrzewanych w piekarnikach. Przedstawiona metoda produkcji nie wykorzystuje materiałów pochodzących z recyklingu, co czyni produkcję wysokoodpadową.

Znane są z opisu patentowego EP0182378 B1 materiały poliestrowe stosowane do wytwarzania opakowań o lepszych właściwościach mechanicznych oraz o wyższej barierowości wobec gazów w odniesieniu do analogicznych opakowań otrzymanych z czystego poli(tereftalanu etylenu). Przedstawione materiały wykonane są z poli(tereftalanu etylenu) oraz kopolimeru na bazie poli(izoftalanu etylenu) oraz alifatycznego hydroksykwasu w postaci blendy lub struktury wielowarstwowej. Materiały te nie mogą być jednak stosowane do wytwarzania opakowań do produktów podgrzewanych w piekarnikach. Dodatkowo w opisanej metodzie nie są wykorzystywane surowce pochodzące z recyklingu, co czyni produkcję wysokoodpadową. Wieloskładnikowa budowa utrudnia natomiast recykling materiałowy opakowań już wytworzonych.

Z amerykańskiego opisu patentowego US5250333 znane są poliestrowe materiały o podwyższonej odporności termicznej do wytwarzania opakowań przeznaczonych do produktów nalewanych na gorąco wykonanych z poli(tereftalanu etylenu) modyfikowanego alkoholem wielohydroksylowym oraz kwasem 2,6-naftalenodikarboksylowym. Materiały te charakteryzują się odpornością termiczną nawet do ok. 120°C ze względu na wyższą temperaturę zeszklenia kopoliestru w odniesieniu do czystego PET. Opakowania nie są wykonane z materiałów pochodzących z recyklingu. Wytworzenie ich z kopoliestrów

sprawia, że nie mogą one zostać poddane recyklingowi materiałowemu wspólnie z opakowaniami z czystego PET.

Znany jest z europejskiego opisu EP0390723 B1 sposób wytwarzania spienionych materiałów, który obejmuje: dostarczanie termoplastycznej żywicy do wylączarki i jest znamienny tym, że termoplastyczna żywica składa się z od około 94 do około 99% wagowych poli(tereftalanu etylenu) oraz od około 1 do około 6% wagowych poliolefiny; mieszanie gazu obojętnego w stopionej termoplastycznej żywicy w wylączarce; wylaczanie żywicy przez głowicę w celu wytworzenia spienionego amorficznego arkusza o gęstości w zakresie od około 0,4 do około 1,25 g/cm³; oraz kształtowanie termiczne arkusza w ogrzewanej formie z wytworzeniem finalnego wyrobu. Z wykorzystaniem sposobu według wynalazku mogą być wykonane pojemniki o wysokiej odporności termicznej. Folie stosowane do wytworzenia tych pojemników powstają jednak z mieszaniny poli(tereftalanu etylenu) i poliolefiny w związku z tym materiały takie, po spełnieniu swoich funkcji użytkowych, nie mogą zostać poddane recyklingowi z materiałami wykonanymi z czystego PET. W szczególności nie mogą one zostać poddane efektywnie procesowi polikondensacji w stanie stałym w związku z ryzykiem sklejanego płata. Surowce do wytworzenia folii nie pochodzą również z recyklingu.

Celem wynalazku było opracowanie sposobu wytwarzania jedno- albo wielowarstwowej folii poliestrowej, w tym również spienionej, z recyklatów PET o zawartości powyżej 50% recyklatu nadających się do kontaktu z żywnością.

Proces wylaczania poprzedzony jest procesem polikondensacji w stanie stałym połączonym z procesem dekontaminacji, którego celem jest oczyszczenie rozdrobnionego surowca pochodzącego z recyklingu oraz zwiększenie masy molowej recyklatów PET i tym samym ich lepkości celem poprawienia właściwości mechanicznych recyklatów. Folia ta jest dedykowana do wytwarzania opakowań do żywności w technologii termoformowania, w tym również opakowań o podwyższonej odporności termicznej.

Sposób wytwarzania folii obejmuje przygotowanie surowca w procesie polikondensacji w stanie stałym połączonym z procesem dekontaminacji oraz wylaczanie folii. Proces polikondensacji w stanie stałym można podzielić na etap podgrzania surowca w przepływie gorącego powietrza do temperatury zbliżonej do temperatury reakcji oraz właściwy proces polikondensacji.

Sposób wytwarzania jedno- albo wielowarstwowej folii poliestrowej według wynalazku polega na tym, że recyklat poli(tereftalanu etylenu) PET w postaci przemiału lub granulatu lub w postaci mieszanek o lepkości istotnej od 0,6 dl/g do 0,8 dl/g w stanie stałym podgrzewa się w przepływie gorącego powietrza do temperatury 160°C do 210°C przez 1 do 20 godzin, pod obniżonym ciśnieniem od 1000 do 0,01 mbar i/lub w przepływie gazu obojętnego 0,1 l/h/kg – 0,5 l/h/kg surowca. Następnie produkt reakcji polikondensacji w stanie stałym połączonej z dekontaminacją chłodzi się do temperatury poniżej 100°C i kieruje do głównej wylączarki jedno- lub dwuślimakowej i prowadzi wylaczanie folii w procesie ciągłym z zastosowaniem urządzenia wyposażonego w jedną główną wylączarkę i ewentualnie wylączarki dodatkowe. Ewentualne dodatkowe wylączarki zasilane mogą być uplastycznionym wstępnie oryginalnym tworzywem PET. Tworzywo wejściowe charakteryzujące się wskaźnikiem lepkości istotnej z zakresu od 0,6 dl/g do 1,2 dl/g podawane jest przez układy dozowania poszczególnych wylączarek, uplastyczniane i ujednoliconie wraz z typowymi dodatkami takimi jak nukleanty, modyfikatory lepkości, udarności, wypełniacze, barwniki, kompatybilizatory, chemiczne środki spieniające w układzie uplastyczniającym wylączarki głównej oraz dodatkowych wylączarek, których kolejne strefy podgrzewane są do temperatury w zakresie 235°C – 285°C wzrastającej wzdłuż wylączarki i poprzez ruch ślimaków przetłaczane jest przez kanały przepływowe, zespół filtrujący wylączarek, blok współwylaczania oraz głowicę wylączarską. Ewentualnie w bloku współwylaczającym łączy się strumienie stopionego tworzywa pochodzące z wylączarki głównej i wylączarek dodatkowych w jeden uzyskując układ jednowarstwowy zawierający 100% recyklatu lub wielowarstwowy, przy czym ilość recyklatu w folii wielowarstwowej jest większa niż 50%, a ponadto dla otrzymywania folii spienionych wylaczanie prowadzi się przy przepływie gazu obojętnego 100 g/h – 1000 g/h.

Korzystnie proces polikondensacji w stanie stałym połączony z procesem dekontaminacji prowadzi się w temperaturze 190°C – 210°C.

Korzystnie proces polikondensacji w stanie stałym połączony z procesem dekontaminacji prowadzi się przez 3–10 godzin.

Korzystnie proces polikondensacji w stanie stałym połączony z procesem dekontaminacji prowadzi się pod obniżonym ciśnieniem od 3 do 12 mbar.

Korzystnie proces polikondensacji w stanie stałym połączony z procesem dekontaminacji prowadzi się w przepływie gazu obojętnego 0,2 l/h/kg surowca.

Korzystnie jako gaz obojętny stosuje się azot i/lub dwutlenek węgla.

Korzystnie folie spienione wytłacza się przy przepływie gazu obojętnego 300 g/h – 600 g/h.

Korzystnie wychładzanie folii poliestrowej prowadzi się na wałku chłodzącym.

Uzyskana folia charakteryzuje się stopniem krystaliczności w zakresie od 0 do 18%, korzystnie 5–10%. W celu uzyskania folii o niskim stopniu krystaliczności folia jest szybko wychładzana, np. na wałku chłodzącym. Uzyskane folie charakteryzują się gęstością w zakresie od 0,5 g/cm³ do 1,35 g/cm³. Uzyskane folie charakteryzują się grubością z zakresu od 0,3 mm do 2 mm. Poliestrowa folia otrzymana wg sposobu jest monowarstwowa lub wielowarstwowa. Korzystnie jest stosować jako zewnętrzne warstwy lub zewnętrzną warstwę termoplastyczne warstwy niespienione (najlepiej poliestrowe), ponieważ ułatwiają zgrzewanie z folią górną i/lub umożliwiają zadruk. Warstwy zewnętrzne są nanoszone na drodze współwytłaczania.

Jako recyklaty PET korzystnie stosuje się pokonsumenckie odpady butelek i innych opakowań PET, poprodukcyjne odpady z procesu ekstruzji, termoformowania, preform, butelek i innych opakowań PET. Recyklaty nie powinny zawierać więcej niż 5% recyklatów pochodzących z opakowań nie do żywności.

W celu poprawy/zmiany właściwości folii i opakowań można dodać nukleanty, modyfikatory lepkości, udarności, wypełniacze, barwniki, kompatybilizatory, środki spieniające.

Jako środki spieniające można stosować fizyczne lub chemiczne środki spieniające lub połączenie fizycznych i chemicznych środków spieniających. Jako fizyczne środki spieniające korzystnie stosuje się ciecze o niskich temperaturach wrzenia, lotne węglowodory, gazy obojętne, najlepiej dwutlenek węgla lub azot.

Otrzymane folie wykonane w 100% z recyklatów posiadają właściwości pozwalające na stosowanie do kontaktu z żywnością jak również wykonane z recyklatów i dodatkowych warstw z tworzywa oryginalnego zawierające powyżej 50% recyklatów.

Przykład 1. Surowiec w postaci płátka butelkowego PET o średniej lepkości istotnej 0,79 dl/g skierowano do podgrzewacza, gdzie w przepływie gorącego powietrza był podgrzewany do temperatury 200°C i tym samym doprowadzany do stanu krystalicznego. W trakcie podgrzewania surowca w jednym podgrzewaczu napełniany jest kolejny podgrzewacz w celu uzyskania ciągłości procesu. Stosowane urządzenie wyposażone jest w trzy podgrzewacze. Po podgrzaniu do zadanej temperatury surowiec był kierowany przez przewód ssący do reaktora z dnem przenośnikowym, gdzie utrzymywany był w temperaturze 200°C, pod ciśnieniem około 10 mbar przez 12 h w przepływie azotu wynoszącym 0,2 l/h/kg surowca, który ułatwia usuwanie lotnych zanieczyszczeń i produktów ubocznych. Po upływie tego czasu surowiec o średniej lepkości istotnej 1,01 dl/g po wstępnym ochłodzeniu w zbiorniku chłodzenia dozowany był w sposób ciągły do wytłaczarki dwuślimakowej. Dodatkowo do wytłaczarki głównej dozowane były dodatki takie jak nukleujący krystalizację na bazie talku (REDUPET300) w ilości 1,2% wag., 2% wag. barwnik czarny na nośniku PET na bazie sadzy (SUKANO Tcc S561-C), 4% wag. modyfikatora udarności na bazie kopolimeru akrylanu metylu i etylu zwiększający elastyczność CPET (Elvaloy AC 1224), 1% wag. kompatybilizatora na bazie akrylanu etylenu modyfikowanego ugrupowaniami kwasowymi (Bynel 2002) w odniesieniu do masy surowca bazowego. Recyklaty PET wraz z dodatkami ulegały uplastycznieniu i ujednorodnieniu w układzie uplastyczniającym wytłaczarki głównej. Temperatury poszczególnych stref wytłaczarki były w zakresie od 235°C do 280°C. Uzyskano folię jednowarstwową charakteryzującą się stopniem krystaliczności 10%, gęstością 1,35 g/cm³ i grubością 0,55 mm.

Przykład 2. Surowiec w postaci mieszanki płátka butelkowego i poprodukcyjnego odpadu z procesu termoformowania PET (50%/50% wagowo) o średniej lepkości istotnej 0,72 dl/g skierowano do podgrzewacza, gdzie w przepływie gorącego powietrza był podgrzewany do temperatury 200°C i tym samym doprowadzany do stanu krystalicznego. W trakcie podgrzewania surowca w jednym podgrzewaczu napełniany był kolejny podgrzewacz. Stosowane urządzenie wyposażone jest w trzy podgrzewacze. Po podgrzaniu do zadanej temperatury surowiec był kierowany przez przewód ssący do reaktora z dnem przenośnikowym, gdzie utrzymywany był w temperaturze 200°C, pod ciśnieniem około 10 mbar przez 12 h w przepływie azotu wynoszącym 0,2 l/h/kg surowca, który ułatwia usuwanie lotnych zanieczyszczeń i produktów ubocznych. Po upływie tego czasu surowiec o średniej lepkości istotnej 1,07 dl/g po wstępnym ochłodzeniu w zbiorniku chłodzenia dozowany był w sposób ciągły do głównej wytłaczarki dwuślimakowej (B). Dodatkowo do wytłaczarki głównej dozowane były dodatki takie jak nu-

kleant REDUPET300 w ilości 1,2% wag., 2% wag. barwnika SUKANO Tcc S561-C, 4% wag. modyfikatora udarności Elvaloy AC 1224, 1% wag. kompatybilizatora Bynel 2002 w odniesieniu do masy surowca bazowego. Recyklaty PET wraz z dodatkami ulegały uplastycznieniu i ujednorodnieniu w układzie uplastyczniającym wylączarki głównej. Temperatury poszczególnych stref wylączarek były w zakresie od 235°C do 280°C. Równocześnie do dodatkowej jednoślimakowej wylączarki (A) dozowany był oryginalny granulát poli(tereftalanu etylenu) (PET RAMAPET N1(S)) po wstępnym wysuszeniu w 160°C przez 4 h wraz z 2% wag. antyboku PET (SUKANO Tdc S479) i 2% wag. barwnika SUKANO Tcc S561-C i uplastyczniany i ujednorodniany w zakresie temperatur od 250°C do 285°C. W bloku współwylączającym następowało łączenie strumieni stopionego tworzywa z poszczególnych wylączarek w jeden i uzyskano układ warstw ABA, gdzie masa warstw A stanowiła 20% całkowitej masy folii. Uzyskana folia była trójwarstwowa i charakteryzowała się stopniem krystaliczności 9%, gęstością 1,35 g/cm³ i grubością 0,65 mm.

Przykład 3. Surowiec w postaci mieszanki płátka butelkowego i poprodukcyjnego odpadu z procesu termoformowania PET (70%/30% wagowo) o średniej lepkości istotnej 0,72 dl/g skierowano do podgrzewacza, gdzie w przepływie gorącego powietrza był podgrzewany do temperatury 200°C i tym samym doprowadzany do stanu krystalicznego. W trakcie podgrzewania surowca w jednym podgrzewaczu napełniany jest kolejny podgrzewacz. Stosowane urządzenie wyposażone jest w trzy podgrzewacze. Po podgrzaniu do zadanej temperatury surowiec jest kierowany przez przewód ssący do reaktora z dnem przenośnikowym, gdzie utrzymywany jest w temperaturze 200°C, pod ciśnieniem około 10 mbar przez 12 h w przepływie azotu wynoszącym 0,2 l/h/kg surowca, który ułatwia usuwanie lotnych zanieczyszczeń i produktów ubocznych. Po upływie tego czasu surowiec o średniej lepkości istotnej 1,02 dl/g po wstępnym ochłodzeniu w zbiorniku chłodzenia dozowany jest w sposób ciągły do głównej wylączarki dwuślimakowej (B). Dodatkowo do wylączarki głównej dozowane były dodatki takie jak nukleant REDUPET300 w ilości 1,2% wag., 2% wag. barwnika SUKANO Tcc S561-C, 4% wag. modyfikatora udarności Elvaloy AC 1224, 1% wag. kompatybilizatora Bynel 2002 w odniesieniu do masy surowca bazowego. Recyklaty PET wraz z dodatkami ulegały uplastycznieniu i ujednorodnieniu w układzie uplastyczniającym wylączarki głównej. Temperatury poszczególnych stref wylączarek były w zakresie od 235°C do 280°C. Równocześnie do dodatkowej jednoślimakowej wylączarki (A) dozowany był oryginalny granulát PET RAMAPET N1(S) po wstępnym wysuszeniu w 160°C przez 4 h wraz z 2% wag. antyboku SUKANO Tdc S479 i uplastyczniany i ujednorodniany w zakresie temperatur od 250°C do 285°C. W bloku współwylączającym następowało łączenie strumieni stopionego tworzywa z poszczególnych wylączarek w jeden i uzyskano układ warstw AB, gdzie masa warstwy A stanowiła 5% całkowitej masy folii. Uzyskana folia była dwuwarstwowa i charakteryzowała się stopniem krystaliczności 8%, gęstością 1,35 g/cm³ i grubością 0,65 mm.

Przykład 4. Surowiec w postaci płátka butelkowego PET o średniej lepkości istotnej 0,77 dl/g skierowano do podgrzewacza, gdzie w przepływie gorącego powietrza był podgrzewany do temperatury 200°C i tym samym doprowadzany do stanu krystalicznego. W trakcie podgrzewania surowca w jednym podgrzewaczu napełniany jest kolejny podgrzewacz. Stosowane urządzenie wyposażone jest w trzy podgrzewacze. Po podgrzaniu do zadanej temperatury surowiec jest kierowany przez przewód ssący do reaktora z dnem przenośnikowym, gdzie utrzymywany jest w temperaturze 200°C, pod ciśnieniem około 10 mbar przez 6 h w przepływie azotu wynoszącym 0,2 l/h/kg surowca, który ułatwia usuwanie lotnych zanieczyszczeń i produktów ubocznych. Po upływie tego czasu surowiec o średniej lepkości istotnej 0,88 dl/g po wstępnym ochłodzeniu w zbiorniku chłodzenia dozowany jest w sposób ciągły do głównej wylączarki dwuślimakowej (B). Dodatkowo do wylączarki głównej dozowane były dodatki takie jak nukleant REDUPET300 w ilości 1,2% wag., 2% wag. barwnika SUKANO Tcc S561-C, 4% wag. modyfikatora udarności Elvaloy AC 1224, 1% wag. kompatybilizatora Bynel 2002, 0,6% wag. chemicznego endotermicznego środka spieniającego w odniesieniu do masy surowca bazowego. Recyklaty PET wraz z dodatkami ulegały uplastycznieniu i ujednorodnieniu w układzie uplastyczniającym wylączarki głównej. Temperatury poszczególnych stref wylączarek były w zakresie od 235°C do 265°C. Do wylączarki podawano dwutlenek węgla przy przepływie 400 g/h. Równocześnie do dodatkowej jednoślimakowej wylączarki (A) dozowany był oryginalny granulát PET RAMAPET N1(S) po wstępnym wysuszeniu w 160°C przez 4 h wraz z 2% wag. antyboku SUKANO Tdc S479 i 2% wag. barwnika SUKANO Tcc S561-C i uplastyczniany i ujednorodniany w zakresie temperatur od 250°C do 285°C. W bloku współwylączającym następowało łączenie strumieni stopionego tworzywa z poszczególnych wylączarek w jeden i uzyskano układ warstw ABA, gdzie masa warstw A stanowiła 20% całkowitej

masy folii. Uzyskana folia była trójwarstwowa i charakteryzowała się stopniem krystaliczności 8%, gęstością $0,78 \text{ g/cm}^3$ i grubością $0,8 \text{ mm}$.

Przykład 5. Surowiec w postaci płatka butelkowego PET o średniej lepkości istotnej $0,76 \text{ dl/g}$ skierowano do podgrzewacza, gdzie w przepływie gorącego powietrza był podgrzewany do temperatury 160°C i tym samym doprowadzany do stanu krystalicznego. W trakcie podgrzewania surowca w jednym podgrzewaczu napełniany jest kolejny podgrzewacz. Stosowane urządzenie wyposażone jest w trzy podgrzewacze. Po podgrzaniu do zadanej temperatury surowiec jest kierowany przez przewód ssący do reaktora z dnem przenośnikowym, gdzie utrzymywany jest w temperaturze 160°C , pod ciśnieniem około 10 mbar przez 4 h w przepływie azotu wynoszącym $0,2 \text{ l/h/kg}$ surowca, który ułatwia usuwanie lotnych zanieczyszczeń i produktów ubocznych. Po upływie tego czasu surowiec o średniej lepkości istotnej $0,80 \text{ dl/g}$ po wstępnym ochłodzeniu w zbiorniku chłodzenia dozowany jest w sposób ciągły do głównej wylączarki jednoślismakowej (B). Dodatkowo do wylączarki głównej dozowane były dodatki takie jak nukleant w ilości $1,2\%$ wag. REDUPET300, 2% wag. barwnika SUKANO Tcc S598, $0,6\%$ chemicznego endotermicznego środka spieniającego w odniesieniu do masy surowca bazowego. Recyklaty PET wraz z dodatkami ulegały uplastycznieniu i ujednorodnieniu w układzie uplastyczniającym wylączarki głównej. Temperatury poszczególnych stref wylączarek były w zakresie od 235°C do 265°C . Do wylączarki podawano azot przy przepływie 500 g/h . Równocześnie do dodatkowej jednoślismakowej wylączarki (A) dozowany był oryginalny granulak PET RAMAPET N1(S) po wstępnym wysuszeniu w 160°C przez 4 h wraz z 2% wag. antybloku SUKANO Tdc S479 i uplastyczniany i ujednorodniany w zakresie temperatur od 250°C do 285°C . W bloku współwylączającym następowało łączenie strumieni stopionego tworzywa z poszczególnych wylączarek w jeden i uzyskano układ warstw ABA, gdzie masa warstwy A stanowią łącznie 10% całkowitej masy folii. Uzyskana folia była trójwarstwowa i charakteryzowała się stopniem krystaliczności 11% , gęstością $0,65 \text{ g/cm}^3$ i grubością $1,5 \text{ mm}$.

Przykład 6. Surowiec w postaci płatka butelkowego PET o średniej lepkości istotnej $0,76 \text{ dl/g}$ skierowano do podgrzewacza, gdzie w przepływie gorącego powietrza podgrzewany do temperatury 160°C i tym samym doprowadzany do stanu krystalicznego. W trakcie podgrzewania surowca w jednym podgrzewaczu napełniany jest kolejny podgrzewacz. Stosowane urządzenie wyposażone jest w trzy podgrzewacze. Po podgrzaniu do zadanej temperatury surowiec jest kierowany przez przewód ssący do reaktora z dnem przenośnikowym, gdzie utrzymywany jest w temperaturze 160°C , pod ciśnieniem około 10 mbar przez 4 h w przepływie azotu wynoszącym $0,2 \text{ l/h/kg}$ surowca, który ułatwia usuwanie lotnych zanieczyszczeń i produktów ubocznych. Po upływie tego czasu surowiec o średniej lepkości istotnej $0,80 \text{ dl/g}$ po wstępnym ochłodzeniu w zbiorniku chłodzenia dozowany jest w sposób ciągły do wylączarki jednoślismakowej. Dodatkowo do wylączarki dozowane były dodatki takie jak nukleant REDUPET300 w ilości $1,2\%$ wag., 2% wag. barwnika SUKANO Tcc S598 w odniesieniu do masy surowca bazowego. Recyklaty PET wraz z dodatkami ulegały uplastycznieniu i ujednorodnieniu w układzie uplastyczniającym wylączarki głównej. Temperatury poszczególnych stref wylączarek były w zakresie od 235°C do 280°C . Uzyskano folię jednowarstwową charakteryzującą się stopniem krystaliczności 5% , gęstością $1,35 \text{ g/cm}^3$ i grubością $1,0 \text{ mm}$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania jedno- albo wielowarstwowej folii poliestrowej przez podgrzanie oraz wytłaczanie folii, **znamienny tym**, że recyklat poli(tereftalanu etylenu) PET w postaci przemiatu lub granulatu lub w postaci mieszanek o lepkości istotnej od $0,6 \text{ dl/g}$ do $0,8 \text{ dl/g}$ w stanie stałym podgrzewa się w przepływie gorącego powietrza do temperatury 160°C do 210°C przez 1 do 20 godzin, pod obniżonym ciśnieniem od 1000 do $0,01 \text{ mbar}$ i/lub w przepływie gazu obojętnego $0,1 \text{ l/h/kg}$ – $0,5 \text{ l/h/kg}$ surowca, po czym produkt reakcji polikondensacji w stanie stałym połączonej z dekontaminacją chłodzi się do temperatury poniżej 100°C i kieruje do głównej wylączarki jedno- lub dwuślismakowej i prowadzi wytłaczanie folii w procesie ciągłym z zastosowaniem urządzenia wyposażonego w jedną główną wylączarkę i ewentualnie wylączarki dodatkowe, przy czym ewentualne dodatkowe wylączarki zasilane mogą być uplastycznionym wstępnie oryginalnym tworzywem PET i tworzywo wejściowe charakteryzujące się wskaźnikiem lepkości istotnej z zakresu od $0,6 \text{ dl/g}$ do $1,2 \text{ dl/g}$ podawane jest przez układy dozowania poszczególnych wylączarek, uplastyczniane i ujednorodniane wraz z dodatkami

- takimi jak nukleanty, modyfikatory lepkości, udarności, wypełniacze, barwniki, kompatybilizatory, chemiczne środki spieniające w układzie uplastyczniającym wylączarki głównej oraz dodatkowych wylączarek, których kolejne strefy podgrzewane są do temperatury w zakresie 235°C – 285°C rosnącej wzdłuż wylączarki i poprzez ruch ślimaków przetłaczane jest przez kanały przepływowe, zespół filtrujący wylączarek, blok współwylączania oraz głowicę wylączarską, przy czym ewentualnie w bloku współwylączającym łączy się strumienie stopionego tworzywa pochodzące z wylączarki głównej i ewentualnie wylączarek dodatkowych w jeden uzyskując układ jednowarstwowy zawierający 100% recyklatu lub wielowarstwowy, przy czym ilość recyklatu w folii wielowarstwowej jest większa niż 50%, a ponadto dla otrzymywania folii spienionych wylączanie prowadzi się przy przepływie gazu obojętnego 100 g/h – 1000 g/h.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces polikondensacji w, stanie stałym połączony z procesem dekontaminacji prowadzi się w temperaturze 190°C – 210°C.
 3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces polikondensacji w stanie stałym połączony z procesem dekontaminacji prowadzi się przez 3–10 godzin.
 4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces polikondensacji w stanie stałym połączony z procesem dekontaminacji prowadzi się pod obniżonym ciśnieniem od 3 do 12 mbar.
 5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces polikondensacji w stanie stałym połączony z procesem dekontaminacji prowadzi się w reaktorze w przepływie gazu obojętnego 0,2 l/h/kg surowca.
 6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako gaz obojętny stosuje się azot i/lub dwutlenek węgla.
 7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że folie spienione wylacza się przy przepływie gazu obojętnego 300 g/h – 600 g/h.
 8. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wychładzanie folii poliestrowej prowadzi się na wałku chłodzącym.
 9. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako recyklaty PET stosuje się pokonsumenckie odpady butelek i innych opakowań PET, poprodukcyjne odpady z procesu ekstruzji, termoformowania, preform, butelek i innych opakowań PET i recyklaty zawierające mniej niż 5% recyklatów pochodzących z opakowań nie do żywności.
 10. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do wylączarki dodaje się nukleanty i/lub modyfikatory lepkości i/lub udarności i/lub wypełniacze i/lub barwniki i/lub kompatybilizatory i/lub chemiczne środki spieniające.
 11. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako środki spieniające stosuje się fizyczne i/lub chemiczne środki spieniające.
 12. Sposób według zastrz. 11, **znamienny tym**, że jako fizyczne środki spieniające stosuje się ciecze o niskich temperaturach wrzenia lub lotne węglowodory lub gazy obojętne.
 13. Sposób według zastrz. 12, **znamienny tym**, że jako gazy obojętne stosuje się dwutlenek węgla lub azot.