

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

# 89 813

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 28.11.74 (P. 176028)

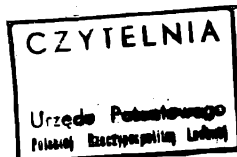
Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 03.11.75

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1977

MKP B29b 1/00  
C08f 29/16

Int. Cl.<sup>2</sup> B29B 1/00  
C08L 27/14



Twórca wynalazku: Stefan Kubica, Jan Kulpiński, Wiesław Lachowicz,  
Leszek Wojtarowicz, Zdzisław Fedor

Uprawniony z patentu: Sąddeckie Zakłady Elektro-Węglowe, Nowy Sącz (Polska)

## Sposób otrzymywania tworzywa na bazie policzterofluoroetyleny z wypełniaczami

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania tworzywa na bazie policzterofluoroetyleny z wypełniaczami takimi jak: grafit naturalny, elektrografit, antracyt, koks naftowy, koks pakowy, łom węglowy, węgiel drzewny, sadza, tlenki metali, siarczki metali, proszki metali, włókno szklane, krzemionka itp. Tworzywo to ze względu na wysokie własności mechaniczne oraz odporność chemiczną stosowane jest głównie do wyrobu części maszyn i aparatury chemicznej.

Obecnie stosuje się impregnowanie tworzyw porowatych policzterofluoroetylenem w postaci emulsji wodnej np: Fluonem GP—1 firmy I.C.I., emulsją francuską Soreflon. Sposób impregnowania polega na wprowadzeniu w pory tworzywa cząstek PTFE przy ciśnieniu otoczenia lub w próżni. Impregnowanie można stosować jedynie do tworzyw gruboziarnistych o odpowiednio dużych porach, umożliwiających wnikięcie impregnatu. Tworzywa drobnoziarniste o porach małych wielkości kilku mikronów nie nadają się do impregnowania, ze względu na trudność wnikania impregnatu w pory, natomiast zastosowanie zbyt niskiego ciśnienia powoduje zniszczenie emulsji przez odparowanie wody, jak również przeniknięcie jej do por. Dla zwiększenia odporności chemicznej wyrobów z tworzyw porowatych stosuje się pokrywanie ich powierzchni warstwą PTFE polegające na zanurzeniu wyrobów w emulsji wodnej PTFE, następnie odparowaniu wody i poddaniu pokrytych wyrobów spiekaniu.

Pokrywanie powierzchni może się odbywać również przez napyłanie wyrobów nagranych do temperatury spiekania proszkiem PTFE i następnie poddaniu ich spiekaniu. Otrzymywanie tworzywa posiadającego wysokie własności mechaniczne i odporność chemiczną, stanowiącego kompozycję takich składników — wypełniaczy jak: grafit naturalny, elektrografit, antracyt, koks naftowy, koks pakowy, łom węglowy, węgiel drzewny, sadza, tlenki metali, siarczki metali, proszki metali, włókno szklane, krzemionka itp. na bazie PTFE odbywa się w znany dotychczas sposób, polegający na tym, że materiały wyjściowe, PTFE oraz wypełniacze, najkorzystniej w postaci rozdrobnionej, ze względu na wymóg jak najmniejszego zawilgocenia poddaje się suszeniu. Suszenie PTFE przebiega w temperaturze około 105°C w strumieniu gorącego powietrza, do uzyskania wilgotności w granicach dziesiątych części procenta. Suszenie wypełniaczy odbywa się w piecach elektrycznych w atmosferze ochronnej np. azotu w temperaturze około 400°C w czasie od 2 do 10 godzin. Wysuszone składniki są następnie mechanicznie rozdrabniane w młynach, do granulacji 0,06 mm — 0 mm. Suszenie i rozdrabnianie może przebiegać w kolejności odwrotnej. Uzależnione jest to głównie od stopnia rozdrobnienia materiałów wyjścio-

wych. Przygotowane w ten sposób komponenty, umieszcza się w mieszalniku, gdzie ulegają dokładnemu wymieszaniu w czasie zależnym głównie od takich czynników jak np. konstrukcja mieszalnika, ilość wsadu, stopień rozdrobnienia, itp. Zawartość PTFE w mieszaninie nie może być mniejsza niż 70% wagowych, ze względu na uzyskanie właściwych własności mechanicznych tworzywa. Otrzymaną mieszaninę rozsypuje się do matryc i poddaje formowaniu przez prasowanie pod ciśnieniem od 300 do 700 kG/cm<sup>2</sup>, w czasie od 5 do 20 minut. Parametry prasowania zależne są głównie od takich czynników jak: jakość tworzywa, gabaryty wyrobów itp.

Wypraski umieszcza się następnie w piecach elektrycznych o konstrukcji zapewniającej równomierny rozkład temperatury wsadu np. przez zastosowanie elementu obrotowego w przestrzeni roboczej pieca, na którym rozłożony jest wsad, po czym poddaje się je spiekaniu w temperaturze od 370 do 385°C, przy czym czasy nagrzewania i wytrzymania wsadu w temperaturze zależą głównie od gabarytów wyprasek i wynoszą łącznie około 30 godzin. Chłodzenie wsadu następuje wraz z piecem do temperatury około 250°C, celem zapobieżenia deformacji kształtek, po czym, po stwardnieniu tworzywa dalsze chłodzenie do temperatury otoczenia odbywa się poza piecem, przy jednoczesnym kalibrowaniu kształtek w kalibratorach pod ciśnieniem wywołanym działaniem pras np. pneumatycznych hydraulicznych bądź ręcznych. Otrzymane w ten sposób tworzywo na bazie PTFE z wypełniaczami uformowane w kształtki można w zależności od potrzeb obrabiać mechanicznie.

Znany sposób otrzymywania tworzywa wymaga udziału w nim co najmniej 70% wagowych PTFE, co ze względu na stosunkowo wysoką cenę tego składnika powoduje duże koszty produkcji tworzywa. Oprócz tego stosunkowo mały udział wypełniaczy, nie gwarantuje w pewnych przypadkach wymaganej równoległe z innymi własnościami mechanicznymi odpowiedniej odporności na płynięcie tworzywa pod obciążeniem.

Celem wynalazku jest otrzymywanie tworzywa o zwiększonej odporności na płynięcie pod obciążeniem przy równoczesnym zachowaniu innych własności mechanicznych i odporności chemicznej, zawierającego zmniejszoną ilość PTFE na korzyść wypełniaczy.

Cel ten został osiągnięty poprzez opracowanie sposobu według wynalazku polegającego na tym, że rozdrobnione w młynach kulowych, powietrznych bądź w dezintegratorach do granulacji 0,3 mm – 0 mm wypełniacze w ilości do 60% wagowych oraz emulsję wodną PTFE w ilości nie mniejszej niż 40% wagowych w przeliczeniu na czysty składnik, umieszcza się w mieszalniku np. dwuzetowym gdzie składniki zostają wymieszane do czasu otrzymania mieszaniny o konsystencji ciastowatej w której zawartość wody organicznej wynosi od 40 do 50%. Następnie mieszaninę mastyfikuje się przy użyciu mechanicznej walcarki frykcyjnej do czasu wydalenia z niej wody organicznej w ilości od 80 do 90% wagowych. Tak przygotowaną mieszaninę najkorzystniej w postaci płatów poddaje się wstępnej obróbce termicznej w suszarniach lub w tunelach suszących w temperaturze poniżej 325°C do czasu uzyskania tłoczywa w którym zawartość części lotnych zmniejszy się do ilości od 0,2 do 0,5% wagowych. Otrzymanym tłoczywem napełnia się matryce, w których następuje formowanie przez prasowanie pod ciśnieniem od 200 do 1000 kG/cm<sup>2</sup> w czasie od 1 do 10 minut. Parametry prasowania zależne są głównie od takich czynników jak: jakość tworzywa, gabaryty wyrobów itp. Wypraski poddaje się końcowej obróbce termicznej polegającej na spiekaniu oraz chłodzeniu w znany sposób, przy czym czasy nagrzewania i wygrzewania wsadu w temperaturze spiekania zależą głównie od gabarytów wyprasek oraz zawartości emulgatorów i wynoszą łącznie około 30 godzin. Otrzymane w ten sposób tworzywo na bazie PTFE z wypełniaczami uformowane w kształtki można w zależności od potrzeb obrabiać mechanicznie.

Sposób otrzymywania tworzywa według wynalazku, ze względu na to, że pozwala na zmniejszenie w nim zawartości PTFE do 40% wagowych, oraz zwiększenie zawartości wypełniaczy do 60% wagowych, powoduje wydatne zmniejszenie kosztów produkcji tworzywa oraz zwiększa jego odporność na płynięcie pod obciążeniem, przy zachowaniu innych własności mechanicznych i odporności chemicznej.

Przykłady otrzymywania tworzywa na bazie PTFE z wypełniaczami według wynalazku są następujące:

P r z y k ł a d 1. W skład tworzywa wchodzi:

|                                    |              |
|------------------------------------|--------------|
| elektrografit w ilości             | 35% wagowych |
| koks naftowy w ilości              | 10% wagowych |
| sadza w ilości                     | 5% wagowych  |
| emulsja PTFE w przeli-             |              |
| czeniu na czysty składnik w ilości | 50% wagowych |

Rozdrobnione w młynach do granulacji 0,3 mm – 0 mm wypełniacze oraz emulsję wodną PTFE miesza się w mieszalniku dwuzetowym w temperaturze od 105 do 150°C przez okres od 1 do 4 godzin, po czym mieszaninę mastyfikuje się w temperaturze otoczenia lub do 250°C przy pomocy walcarki frykcyjnej. Po mastyfikacji mieszaninę w postaci płatów poddaje się wstępnej obróbce termicznej w suszarni przy temperaturze do 325°C w czasie od 0,5 do 4 godzin. Otrzymane tłoczywo formuje się następnie w matrycach pod ciśnieniem od 200 do

1000 kG/cm<sup>2</sup> przez okres od 1 do 10 minut, przy wykorzystaniu blokowych pras hydraulicznych. Wypraski umieszcza się w piecach elektrycznych, układając je na płytach obrotowych i poddaje spiekaniu w temperaturze od 370 do 385°C w czasie 30 godzin. Studzenie wsadu następuje z piecem do temperatury 250°C, po czym kształtki poddaje się kalibrowaniu celem uniknięcia zdeformowania w trakcie studzenia do temperatury otoczenia.

**P r z y k ł a d II.** W skład tworzywa wchodzi:

|                                |              |
|--------------------------------|--------------|
| elektrografit w ilości         | 41% wagowych |
| dwusiarczek molibdenu w ilości | 2% wagowych  |
| koks pakowy w ilości           | 10% wagowych |
| włókno szklane w ilości        | 2% wagowych  |
| emulsja PTFE w przeliczeniu na |              |
| czysty składnik w ilości       | 45% wagowych |

Rozdrobnienie składników, oraz parametry: mieszania, mastyfikacji, wstępnej obróbki termicznej, formowania i spiekania jak w przykładzie I.

**P r z y k ł a d III.** W skład tworzywa wchodzi:

|                                |              |
|--------------------------------|--------------|
| włókno szklane w ilości        | 45% wagowych |
| dwusiarczek molibdenu w ilości | 2% wagowych  |
| emulsja PTFE w przeliczeniu    |              |
| na czysty składnik w ilości    | 53% wagowych |

Rozdrobnienie składników, oraz parametry: mieszania, mastyfikacji, wstępnej obróbki termicznej, formowania i spiekania jak w przykładzie I.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania tworzywa na bazie policzterofluoroetyleny z wypełniaczami takimi jak: grafit naturalny, elektrografit, antracyt, koks naftowy, koks pakowy, łom węglowy, węgiel drzewny, sadza, tlenki metali, siarczki metali, proszki metali, włókno szklane, krzemionka polegający na wymieszaniu składników, uformowaniu mieszaniny przez prasowanie, oraz końcowej obróbce termicznej przez spiekanie w temperaturze 370 do 385°C w czasie około 30 godzin, przy czym czasy nagrzewania i wytrzymania w temperaturze zależą głównie od gabarytów wyprasek oraz zawartości emulgatorów, z n a m i e n n y t y m, że wypełniacze o granulacji 0,3 mm – 0 mm w ilości dochodzącej do 60% wagowych miesza się z emulsją wodną policzterofluoroetyleny w ilości nie mniejszej niż 40% wagowych w przeliczeniu na czysty składnik, aż do uzyskania mieszaniny o konsystencji ciastowatej, zawierającej od 40 do 50% wody organicznej, po czym mieszaninę mastyfikuje się do czasu pozbawienia jej wody organicznej w ilości od 80 do 90% wagowych, a następnie mieszaninę, najkorzystniej w postaci płatów, poddaje się wstępnej obróbce termicznej w temperaturze poniżej 325°C do uzyskania tłoczywa, w którym zawartość części lotnych nie przekracza 0,2 do 0,5% wagowo, po czym tłoczywo jest formowane przez prasowanie pod ciśnieniem od 200 do 1000 kG/cm<sup>2</sup> w czasie od 1 do 10 minut.