

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

67866

Patent dodatkowy
do patentu _____

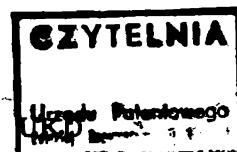
Zgłoszono: 09.I.1968 (P 124 602)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25.IV.1973

Kl. 39b⁵,41/02

MKP C08g 41/02



Twórca wynalazku: Witold Zieliński

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania wzmocnionego poliamidu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania wzmocnionego poliamidu.

Znanych jest szereg metod wzmacniania tworzyw poliamidowych przy pomocy włókien nieorganicznych, zwłaszcza szklanych. Jedna z metod polega na tym, że włókno szklane w postaci rovingu jest podawane ze szpul do specjalnej konstrukcji głowicy krzyżowej, gdzie jest powlekane stopionym poliamidem. Masa opuszcza głowicę w postaci drutu, który tnie się na odpowiedniej długości granulatu. Granulat otrzymany tą metodą mimo wysokich właściwości wytrzymałościowych jest trudny w przetwórstwie i nadaje się tylko do przetwarzania przy pomocy wylączarek ślimakowych. Często materiał ten w dyszy wtryskarki ulega rozfilcowaniu, co powoduje zakłócenia procesu wtrysku.

Inną odmianą tej metody jest podawanie rovingu do otworów odpowietrzających wylączarki dwuślimakowej. W cylindrze tej wylączarki roving zostaje pocięty zwojami ślimaka na drobne kawałki, wymieszany ze stopionym poliamidem i wytłoczony w postaci drutu, który tnie się na granulatu. Jakość granulatu jest tu lepsza niż w metodzie poprzedniej. Metoda ta wymaga kosztownej wylączarki i dużych ilości energii. W procesie tym zachodzi szybkie zużycie ślimaka i cylindra wylączarki.

Następną metodą otrzymywania wzmocnionego granulatu poliamidowego jest podawanie urządze-

2

niem dozującym ciętego włókna nieorganicznego do stopionego poliamidu przesuwającego się w cylindrze dwuślimakowej wylączarki, gdzie następuje wymieszanie się składników i następnie wytłoczenie mieszaniny w postaci drutu, który tnie się na granulatu.

Odmianę tej metody stanowi sposób podawania mieszaniny ciętego włókna nieorganicznego i rozdrobnionego poliamidu przy pomocy dozownika ślimakowego do leja zasypowego wysokosprawnej wylączarki dwuślimakowej zaopatrzonej w strefy mieszające i następnie wytłoczenie zawartości cylindra w postaci drutu, który tnie się na granulatu. Otrzymany tymi dwiema metodami granulatu odznacza się zadowalającą jakością. Występują tu trudności związane z utrzymaniem jednakowej zawartości włókna w wzmocnionym granulacie.

Poważną wadą tej metody jest silne wycieranie się ślimaków i cylindra szczególnie w strefie podającej (suche tarcie włókna o metal). Metody te wymagają kosztownych agregatów mieszająco-wylączających i zużywają duże ilości energii, są skomplikowane i kosztowne.

Dalszą metodą jest sposób mieszania ciętego nieorganicznego włókna z monomerem, (na przykład kaprolaktamem lub laurylnolaktamem) i podawanie otrzymanej mieszaniny do reaktora, gdzie monomer ulega polimeryzacji do poliamidu.

Po skończonej polimeryzacji zawartość reaktora wyciska się w postaci pęku drutów, które tnie się

na granulaty. Otrzymany tą metodą wzmocniony poliamid odznacza się dobrą jakością. Metoda ta jednak ma szereg poważnych braków i trudności technologicznych związanych przede wszystkim z mieszaniem i wytłaczaniem bardzo lepkiej zawartości reaktora oraz długim czasem przebiegu operacji.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu otrzymywania poliamidu wzmocnionego włóknem nieorganicznym, w którym unika się trudności związanych z wyżej wymienionymi metodami. Uzyskano to stosując odpowiednią obróbkę włókna nieorganicznego przed przetopieniem go z poliamidem.

Sposób otrzymywania wzmocnionego poliamidu według wynalazku polega na tym, że włókno nieorganiczne miesza się ze stopionym laktamem bądź mieszaniną laktamów, bądź mieszaniną laktamów ze zmiękczaciami lub środkami smarującymi stosowanymi do tworzyw poliamidowych w temperaturze 35°—180°C. Ilość wprowadzonych laktamów wynosi 1—20% (w przeliczeniu na włókno).

Zaimpregnowane tymi substancjami włókno nieorganiczne miesza się następnie z rozdrobnionym poliamidem, zazwyczaj granulatem w ilości 3—50%.

Można też ze względów technologicznych operację mieszania włókna nieorganicznego ze stopionym laktamem bądź mieszaniną laktamów przeprowadzać razem z rozdrobnionym poliamidem.

Mieszanki te podaje się już normalnym sposobem do leja zasypowego typowej wyciarki jednoślakowej o długości ślimaka 18—20 D i wytłacza się w zależności od gatunku użytego do wzmocnienia poliamidu dotychczas znanym sposobem. Wprowadzony w czasie rozfilcowania włókna laktam można usunąć bądź w samym już procesie wytłaczania przez odgazowanie próżniowe, bądź otrzymany granulaty ze wzmocnionego poliamidu ekstrahując gorącą wodą.

Otrzymany według wynalazku wzmocniony granulaty poliamidowy, ze względu na dobre rozfilcowanie włókna, charakteryzuje się doskonałym jego rozproszaniem w masie poliamidowej, co pozwala na przetwarzanie nawet na skomplikowane kształtki na wszelkich typach wtryskarek ślimakowych i tłokowych a niekiedy i ręcznych.

Istotą zgłaszanego wynalazku jest to, że proces rozfilcowywania połączony jednocześnie z impregnacją elementarnych włókien nieorganicznych stopionym laktamem przeprowadza się przed operacją wytłaczania. Przy czym czas trwania i temperaturę tego procesu można dowolnie regulować. Gdy natomiast w dotychczas znanych metodach otrzymywania wzmocnionego poliamidu, rozfilcowywanie włókien nieorganicznych prowadzi się w wyciarkach (wraz z procesem mieszania i rozdrabniania włókna) w temperaturach ponad 250° przez bardzo krótki okres czasu, co spowodowane jest względami technologicznymi i niską odpornością poliamidu na utlenianie w podwyższonej temperaturze, a co prowadzi do gorszej jakości wzmocnionego granulatu poliamidowego.

Na otrzymanie doskonałego rozproszania włókien nieorganicznych w masie poliamidowej według zgłoszonego pomysłu wpływa jeszcze fakt,

że rozfilcowane nieorganiczne włókienka pokryte są mikrowarstewką laktamu, co ułatwia i skraca czas ich mieszania ze stopionym poliamidem w cylindrze wyciarki. Skrócenie czasu mieszania ma tu zasadnicze znaczenie, gdyż włókienka nieorganiczne nie ulegają silnemu skracaniu (łamaniu), a co za tym idzie nie ulegają pogorszeniu własności wytrzymałościowych wzmocnionego poliamidu, jak to ma miejsce w dotychczas znanych metodach otrzymywania wzmocnionego granulatu poliamidowego w wysokosprawnych wyciarkach ze strefami mieszającymi.

Dzięki otoczeniu włókienek nieorganicznych warstewką laktamu zmniejsza się znacznie niszczące tarcie ich o ślimak i cylinder wyciarki, oszczędzając przy tym energię i przedłużając znacznie żywotność wyciarek, w przeciwieństwie do znanych metod wzmocnienia poliamidu.

Przykład I. Do 3,5 kilograma ciętego włókna szklanego umieszczonego w mieszalniku dodaje się 0,4 kilograma kaprolaktamu i miesza się przez 1/2 godziny w temperaturze 90°C. Następnie dodaje się do mieszalnika 6,5 kilograma poliamidu w formie granulatu i w temperaturze 85°C miesza się ponownie przez 1/2 godziny, wyładowuje do leja zasypowego wyciarki o długości ślimaka 20 D, zaopatrzonej w głowicę granulującą. Wytłaczanie prowadzi się w sposób właściwy dla użytego gatunku granulatu poliamidowego.

Przykład II. Do 3,5 kilograma ciętego włókna szklanego umieszczonego w mieszalniku dodaje się 0,45 kilograma laurylaktamu i miesza się przez 1/2 godziny w temperaturze 90°C. Dalej postępuje się jak w przykładzie I.

Przykład III. Do 3,5 kilograma ciętego włókna szklanego umieszczonego w mieszalniku dodaje się 0,3 kilograma kaprolaktamu i 0,2 kilograma estru heksyloвого kwasu dwuhydroksybenzoesowego lub innego zmiękczacza poliamidów i miesza się przez 1/2 godziny w temperaturze 90°C. Dalej postępuje się jak w przykładzie I.

Przykład IV. Do 3,5 kilograma ciętego włókna szklanego umieszczonego w mieszalniku dodaje się 0,3 kilograma kaprolaktamu i 0,1 kilograma alkoholu cetylowego lub innej substancji używanej jako środek smarujący do poliamidów i miesza się przez 1/2 godziny w temperaturze 90°C. Dalej postępuje się jak w przykładzie I.

Przykład V. Do 3,5 kilograma włókna azbestowego umieszczonego w mieszalniku dodaje się 0,4 kilograma kaprolaktamu i miesza się przez 1 godzinę w temperaturze 90°C. Dalej postępuje się jak w przykładzie I.

Przykład VI. Do 3,5 kilograma ciętego włókna szklanego umieszczonego w mieszalniku dodaje się 0,4 kilograma kaprolaktamu, 6,5 kilograma poliamidu w formie granulatu i następnie miesza się przez 1 godzinę w temperaturze 95°C. Po upływie tego czasu zawartość mieszalnika wyładowuje się do leja zasypowego wyciarki o długości ślimaka

20 D zaopatrzonej w głowicę granulującą. Wytłaczanie prowadzi się w sposób właściwy dla użytego gatunku granulatu poliamidowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania wzmocnionego poliamidu polegający na tym, że poliamid przed przetopieniem jest mieszany z włóknem nieorganicznym, **znamienny tym**, że cięte lub rozdrobnione włókno nieorganiczne przed wytłoczeniem z rozdrobnionym poliamidem jest mieszane z laktamami, bądź mieszaniną laktamów ze zmiękczacami lub środ-

kami smarującymi stosowanymi do tworzyw poliamidowych w ilości 1—20% w przeliczeniu na włókno.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ilość wprowadzonych do poliamidu włókien nieorganicznych wynosi 3—50%.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że impregnację włókna nieorganicznego przy pomocy laktamów bądź ich mieszanin ze zmiękczacami lub tzw. środkami smarującymi przeprowadza się w zakresie temperatur 35—180°, a najkorzystniej około 90°C.