

## ZASTOSOWANIE WYTŁACZARKI PLANETARNEJ DO ŻELOWANIA POLI(CHLORKU WINYLU)

Kazimierz Piszczek

Zakład Technologii Polimerów, Uniwersytet Technologiczno-Przyrodniczy w Bydgoszczy  
ul. Seminaryjna 3, 85-326 Bydgoszcz, kazimierz.piszczek@utp.edu.pl

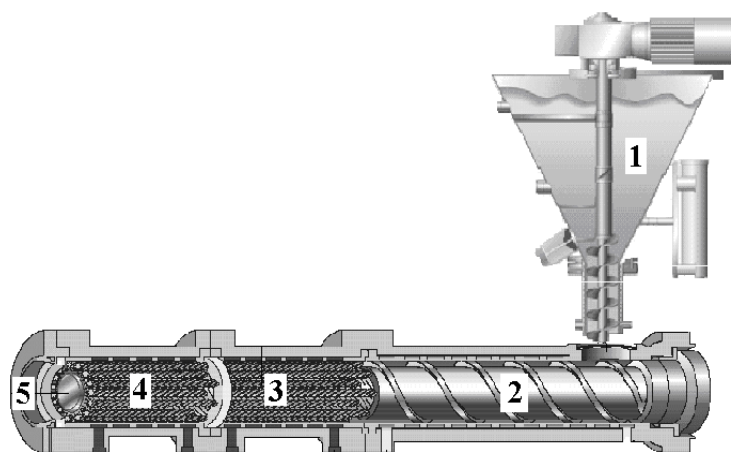
**Streszczenie.** W pracy przedstawiono badania wpływu warunków wytłaczania mieszaniny nieplastyfikowanego PVC przy pomocy przemysłowej wytłaczarki planetarnej na jego właściwości reologiczne (MFR) i termogramy DSC oraz podjęto próbę określenia stopnia żelowania PVC na podstawie zmian endotermii topnienia krystalitów pierwotnych.

**Słowa kluczowe:** poli(chlorek winylu), wytłaczarka planetarna, stopień żelowania

### WSTĘP

W 2006 r. wyprodukowano 35 mln ton poli(chlorku winylu) (PVC), z którego po zmieszaniu z substancjami pomocniczymi, plastifikatorami i napelniającymi wyprodukowano ponad 40 mln ton różnych tworzyw polichlorowinyłowych. Ponad 80% PVC przetwarza się metodą wytłaczania suchych mieszanin, otrzymując gotowe wytwory lub granulaty do dalszego przetwarzania. W praktyce przemysłowej stosowane są wytłaczarki jedno- i dwuślimakowe oraz wieloślimakowe wytłaczarki planetarne [Sikora 1993, Katalog firmy Battenfeld 2001]. W układach uplastyczniających tych maszyn zachodzi proces żelowania PVC, który w istotnym stopniu wpływa na właściwości otrzymanego tworzywa [Zajchowski i in. 2001]. Podczas żelowania następuje rozkruszanie ziaren PVC oraz topienie części krystalitów pierwotnych, z których po ochłodzeniu powstają krystality wtórne [Gilbert 1994]. Niepożądanym skutkiem, który obniża jakość wytworów, zwłaszcza cienkościennych, np. folii, jest występowanie niecałkowicie rozkruszonych ziaren. Dlatego często do zasilania kalandrów stosowane są wytłaczarki planetarne, w których rozkruszanie ziaren jest bardzo skuteczne. Wynika to ze specjalnej konstrukcji układu uplastyczniania przedstawionego na rysunku 1. Mieszanka z leja zasypowego (1) jest wprowadzana do chłodzonej wodą strefy dozowania (2), co zapobiega przedwczesnemu uplastycznianiu tworzywa. Umieszczony w tej strefie ślimak upychający wprowadza mieszaninę do pierwszej strefy systemu ślimaków planetarnych (3). Ślimaki planetarne są zazębione z cylindrem i ślimakiem centralnym (5) oraz wykonują zsynchronizowany z nim ruch obrotowy. Jeden obrót ślimaka centralnego

powoduje 1100 przetłoczeń wsadu w systemie ślimaków planetarnych. Pomędzy pierwszą i drugą strefą ślimaków planetarnych zamontowany jest centralny pierścień spiętrzający, który umożliwia regulację przepływu uplastycznionego tworzywa i zwiększa jego homogenizację. Upłastycznione tworzywo wprost z cylindra dozowane jest na pierwszą parę walców kalandra. Układ sterowania pracą urządzenia umożliwia regulację temperatur poszczególnych stref cylindra oraz, niezależnie, prędkości obrotowej ślimaka w leju zasypowym ( $V_d$ ) i cylindrze ( $V_w$ ).



Rys. 1. Wytłaczarka planetarna: 1 – lej zasypowy, 2 – strefa zasilania, 3 i 4 – system ślimaków planetarnych, 5 – ślimak centralny [Gilbert 1994]

Fig. 1. Planetary roller extruder: 1 – feeder, 2 – feed zone, 3 and 4 – planetary screws roller system, 5 – central screw

## CEL BADAŃ

Celem pracy było zbadanie wpływu wybranych warunków wytłaczania mieszaniny nieplastifikowanego PVC na jego właściwości reologiczne i cieplne oraz próba wyznaczenia stopienia jego zżelowania na podstawie zmian endotermy topnienia krystalitów pierwotnych.

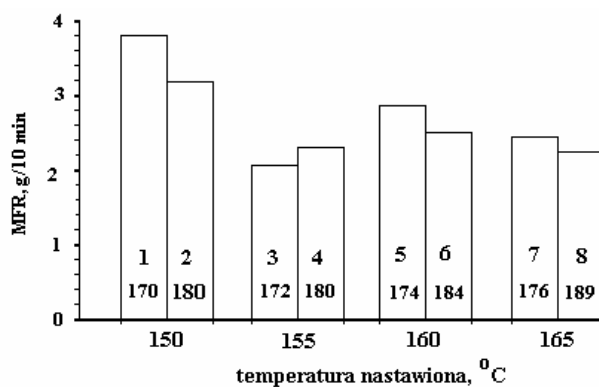
## METODYKA

Mieszaninę przeznaczoną do wytwarzania folii twardych zawierającą 100 cz. wag. PVC, 20 cz. wag. napelnaczy i pigmentów, 20 cz. wag. modyfikatorów pływnięcia i udarności oraz 6 cz. wag. stabilizatorów i substancji smarujących wytłaczano w warunkach przemysłowych przy użyciu wytłaczarki planetarnej PWE 250 firmy Battenfeld. Nastawiona temperatura pierwszej i drugiej strefy ślimaków planetarnych wynosiła kolejno 150, 155, 160 i 165°C, prędkość obrotowa ślimaka dozującego  $V_d = 3,3 \text{ min}^{-1}$ , prędkość obrotowa ślimaka wytłaczającego  $V_w = 10 \text{ min}^{-1}$  (próbki 1, 3, 5, 7) oraz odpowiednio 12,5 i 25  $\text{min}^{-1}$  (próbki 2, 4, 6, 8). Tworzywo do badań w postaci „klusek” pobierano bezpośrednio po drugiej strefie ślimaków planetarnych. Temperaturę określano czujnikiem PT 100.

Masowy wskaźnik płynięcia (MFR) oznaczano w plastomerze obciążnikowym własnej konstrukcji w temperaturze 140°C, stosując dyszę o  $L/D$  równą 8/2 mm i obciążenie 1000 N. Analizę termiczną prowadzono przy użyciu różnicowego kalorymetru skaninowego DSC firmy Perkin Elmer, szybkość grzania wynosiła 20°C/min.

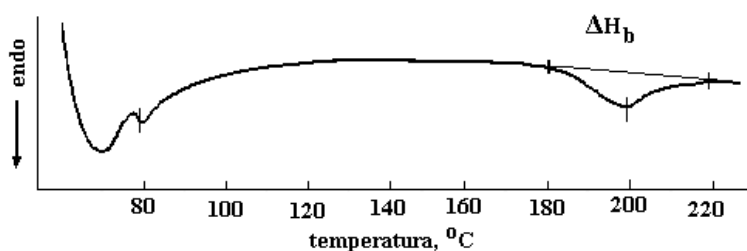
### WYNIKI BADAŃ

Na rysunku 2 przedstawiono zależność MFR od warunków wytłaczania. Wraz ze wzrostem nastawionej temperatury wartość MFR maleje, niewielki jest wpływ zmienne-go stosunku  $V_d/V_w$ , chociaż gdy jest on mniejszy, to temperatura wytłaczanej mieszaniny wzrasta w większym stopniu. W przypadku mieszanin PVC z dużym udziałem modyfikatorów płynięcia i substancji smarujących pomiarów MFR nie można wykorzystać do określenia stopnia żelowania PVC.



Rys. 2. Zależność MFR od warunków wytłaczania; 1–8: numer próbki, 170–198: temperatura wewnątrz próbki

Fig. 2. Influence of processing conditions on MFR: 1–8: number of sample, 170–198: temperature inside of sample

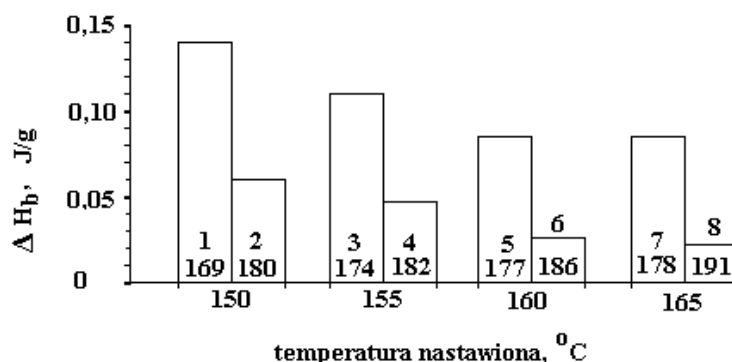


Rys. 3. Termogram DSC próbki przetworzonej w temperaturze 150°C,  $V_d/V_w = 3$  (próbka nr 2)

Fig. 3. The DSC thermogram of the sample processed at the temperature of 150°C,  $V_d/V_w = 3$  (the sample nr 2)

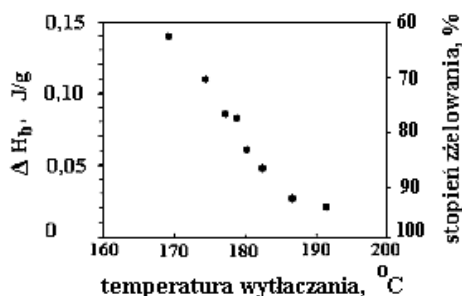
Na termogramach DSC przetworzonych mieszanin nie można wyznaczyć endotermii topnienia krystalitów wtórnych  $\Delta H_d$  (rys. 3). Jest to prawdopodobnie spowodowane dużą zawartością napelniaczy [Obande i Gilbert 1989].

Z termogramów określono wielkość endoterm  $\Delta H_b$  i ich temperaturę początkową, która określa rzeczywistą temperaturę przetwarzania [Zajchowski i in. 2001, Fillot i in. 2006]. Wielkość  $\Delta H_b$  maleje wraz ze wzrostem temperatury wytłaczania, gdy stosunek  $V_d/V_w$  jest mniejszy, rzeczywista temperatura mieszaniny jest wyższa (rys. 4). Jest ona zawsze wyższa niż temperatura mierzona czujnikiem w tworzywie opuszczającym wytłaczarkę. Wynika to prawdopodobnie z nierównego czasu stygnięcia próbki przed pomiarem.



Rys. 4. Zależność  $\Delta H_b$  od warunków wytłaczania: 1–8: numer próbki, 169–191: rzeczywista temperatura wytłaczania

Fig. 4. Influence of processing conditions on  $\Delta H_b$ : 1–8: number of sample, 170–191: real temperature of extrusion



Rys. 5. Zależność  $\Delta H_b$  i stopnia żelowania od temperatury wytłaczania

Fig. 5. Influence of extrusion temperature on  $\Delta H_b$  and gelation level

Stopniowe zmniejszanie się wielkości endotermii  $\Delta H_b$  świadczy o malejącym udziale krystalitów pierwotnych PVC i wzroście jego żelowania. Brak na termogramach DSC endotermii topnienia krystalitów wtórnych uniemożliwia bezpośrednie wyznaczenie stopnia żelowania PVC. Z literatury znany jest przebieg zależności wielkości endotermii  $\Delta H_b$  i wyznaczonego na tej podstawie stopnia żelowania od temperatury przetwarzania, która przybiera kształt rozciągniętej litery S [Obande i Gilbert 1989,

Fillot i in. 2006]. Wielkość stopnia żelowania w PVC w przedziale temperatury 160–200°C waha się na ogół od 60 do 100% [Zajchowski i in. 2001, Fillot i in. 2006], co uwzględniono na rysunku 5. Przedstawia on zależność  $\Delta H_b$  i przybliżonej wartości stopnia żelowania od rzeczywistej temperatury wytłaczania dla badanego procesu wytłaczania. Z zależności przedstawionych na rysunku 5, jako wyniku doświadczenia ograniczanego warunkami produkcyjnymi (próba obciąża z dołu), wynika, że przybliżona wartość stopnia żelowania PVC w wytłoczonych mieszaninach mieści się w zakresie od 65 do 95%. Przetwarzanie mieszanin PVC przeznaczonych do wytwarzania twardych folii można prowadzić w wytłaczarce planetarnej w nastawionej temperaturze 155–165°C, zachowując stosunek  $V_d/V_w$  w zakresie 2–3, bez obawy, że żelowanie PVC będzie niewystarczające.

### WNIOSKI

Wzrost nastawionej temperatury i zmniejszenie stosunku  $V_d/V_w$  podczas wytłaczania mieszanin o dużej zawartości napelniaczy i modyfikatorów powoduje wzrost stopnia żelowania PVC. Analiza termogramów DSC umożliwia przybliżoną ocenę stopnia żelowania PVC. Wykorzystanie w tym celu pomiarów MFR nie jest możliwe.

### PIŚMIENNICTWO

- Fillot L.-A., Hajji P., Gauthier C., Masenelli-Varlot K. 2006. U-PVC gelation level assesement, Part 1: Comparison of different techniques. *J. Vinyl. Addit. Techn.* 12, 99-107.
- Gilbert M. 1994. Crystallinity in poly(vinyl chloride). *J. Macromol. Sci. – Rev. Macromol. Chem. Phys.* C34, 77–135.
- Katalog firmy Battenfeld Extrusientechnik 2001. Planetary Roller Extruders.
- Obande O.P., Gilbert M. 1989. Crystallinity changes during PVC processing. *J. Appl. Polym. Sci.* 37, 1713.
- Sikora R. 1993. Metody przetwórstwa tworzyw sztucznych. Wyd. Edukacyjne, Warszawa.
- Zajchowski S., Piszczek K., Tomaszewska J. 2001. Żelowanie nieplastyfikowanego polichlorku winylu w procesie przetwórstwa. *Polimery* 46, 232–245.

### PLANETARY EXTRUDER FOR POLY(VINYL CHLORIDE) GELATION

**Summary.** The studies of influence of PVC extrusion by means of planetary roller extruder with its impact on gelation level is presented in this work. The gelation effect of PVC was estimated by MFR measurements and by DSC analysis of the endotherm of melting of primary crystallites.

**Key words:** poly(vinyl chloride), planetary roller extruder, gelation level

Autor dziękuje panu mgr. inż. Łukaszowi Juręczykowi za pomoc w wykonaniu badań