

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **230971**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **412741**

(51) Int.Cl.
C08L 27/06 (2006.01)
C08K 9/04 (2006.01)
C08J 3/20 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **16.06.2015**

(54) **Sposób otrzymywania tworzywa poli(chlorek winylu)-tlenek nieorganiczny/lignina**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
19.12.2016 BUP 26/16

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
31.01.2019 WUP 01/19

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA POZNAŃSKA, Poznań, PL
**UNIWERSYTET TECHNOLOGICZNO-
-PRZYRODNICZY IM. JANA I JĘDRZEJA
ŚNIADECKICH W BYDGOSZCZY,**
Bydgoszcz, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

ŁUKASZ KLAPISZEWSKI, Wągrowiec, PL
JOLANTA TOMASZEWSKA, Bydgoszcz, PL
KATARZYNA SKÓRCZEWSKA,
Mała Cerkwica, PL
FRANCISZEK PAWLAK, Wolwark, PL
TEOFIL JESIONOWSKI, Poznań, PL

PL 230971 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania tworzywa poli(chlorek winylu)-tlenek nieorganiczny/lignina. Tworzywa mają zastosowanie do produkcji elementów kształtowych np. ram okiennych przeznaczonych dla budownictwa lub kształtowych elementów wyposażenia sprzętu AGD.

Wśród wdrażanych obecnie technologii coraz częściej obserwuje się trendy związane z poszukiwaniem nowatorskich rozwiązań łączących niskie koszty produkcji i wykorzystanie materiałów przyjaznych środowisku naturalnemu. Opracowanie takiej metody może być znacznie utrudnione, gdy produkowany materiał musi dodatkowo spełniać odgórnie określone wymagania i posiadać unikatowe właściwości fizykochemiczne, strukturalne, przetwórcze oraz mechaniczne. W ogólnym ujęciu najbardziej optymalnym rozwiązaniem tegoż problemu jest wykorzystanie tanich i ogólnodostępnych surowców pochodzenia naturalnego i takie ich przygotowanie, które pozwoli uzyskać pożądane cechy, nie tracąc przy tym często szeregu zalet, które uwarunkowały wybór właśnie tego materiału.

Lignina to substancja znana od wielu pokoleń. Występuje w strukturze tkankowej każdej rośliny, a także niektórych glonów, co przy powszechności występowania tych organizmów na kuli ziemskiej czyni ją drugim (po celulozie) najbardziej rozpowszechnionym polimerem pochodzenia organicznego na naszej planecie. Od pewnego czasu wiele zespołów naukowych prowadzi badania nad określeniem jej struktury i poszukuje dla niej efektywnego zastosowania w nowych technologiach, co przynosi konkretne rezultaty.

Struktura ligniny jest zróżnicowana na poziomie komórkowym różnych gatunków roślin, przez co jest relatywnie słabo poznana w porównaniu do innych składników drewna [K. Toh, H. Yokoyama, C. Takahashi, T. Watanabe, H. Noda, *Effect of herb lignin on the growth of enterobacteria*, J. Gen. Appl. Microbiol. 53 (2007) 201–205]. Wiadomo, że większość wiązań między monomerami ligninowymi to wiązania typu węgiel-węgiel lub wiązania eterowe, w dodatku cały polimer posiada skomplikowaną, trójwymiarową strukturę [R. Vanholme, K. Morreel, J. Ralph, W. Boerjan, *Lignin engineering*, Curr. Opin. Plant Biol. 11 (2008) 278–285]. Jako jedni z pierwszych elementy struktury wyróżnili Freudenberg (1968) i Adler (1971) – ich modele struktury ligniny ukazują jej różnorodność i wykorzystywane są do dziś, co poniekąd świadczy o poziomie skomplikowania biopolimeru [E. Adler, *Lignin chemistry – past, present and future*, Wood Sci. Technol. 11 (1977) 169–218].

Ze względu na nieustanny trend związany z poszukiwaniem nowych materiałów do specjalnych zastosowań coraz większe znaczenie w dzisiejszych czasach odgrywają nieorganiczno-organiczne materiały hybrydowe. Termin materiały hybrydowe pochodzi od łacińskiego słowa hybrida oznaczającego mieszaną [G.L Drisko, C. Sanchez, *Hybridization in materials science – evolution, current state and future aspirations*, Eur. J. Inorg. Chem. 32 (2012) 5097–5105]. Początki tego typu układów sięgają już czasów starożytnych. Jednym z pierwszych syntetycznych układów hybrydowych był pigment wytworzony przez Majów, powstały wskutek połączenia naturalnego barwnika indygo z nieorganicznym pałygorskiem – minerałem należącym do grupy krzemianów. Specyficzne właściwości materiałów hybrydowych wynikają z połączenia trwałości i stabilności materiałów nieorganicznych (np. ditlenku krzemu, ditlenku tytanu lub tlenku magnezu) oraz różnorodnych właściwości fizykochemicznych i strukturalnych produktów organicznych (np. ligniny, lignosulfonianów, chityny lub innych). Materiały te są szeroko stosowane w wielu dziedzinach, obejmując różne układy, takie jak wysoko uporządkowane krystaliczne polimery, a także materiały z/lub bez wzajemnego oddziaływania między prekursorami nieorganicznym oraz organicznym itp.

Walory użytkowe i ekonomiczne oraz postęp w rozwiązywaniu problemów ekologicznych wpływają na stały wzrost zużycia poli(chlorku winylu) (PVC) oraz stymulują postęp w technologii jego otrzymywania i przetwarzania.

Cechą wyróżniającą PVC spośród innych termoplastycznych polimerów jest możliwość modyfikacji jego właściwości w szerokim zakresie, między innymi przez wprowadzenie szeregu związków pomocniczych w mieszaninach z tym polimerem, w tym napełniaczy. Polimer ten stanowi zatem podstawę surowcową do wytwarzania rozmaitych tworzyw polichlorowinyłowych, co wynika również z jego konkurencyjności cenowej w stosunku do innych polimerów.

Najczęściej stosowaną postacią PVC jest mieszanka sypka jako materiał wejściowy do przetwórstwa, tzw. *dry blend*. Inną postacią są granulaty lub przemiał i wówczas ważna jest znajomość „przeszłości termicznej” decydującej o przydatności materiału jako osnowy kompozytów. Skompli-

kowane właściwości reologiczne PVC związane z przejściem mieszanki w stan stopiony, jej stosunkowo wysoka lepkość oraz wrażliwość na temperaturę i ścinanie wywołują niekiedy problemy w czasie przetwórstwa, co jest związane z jego stabilnością termiczną [H. Jiang, D.P. Kamdem, *Development of poly(vinyl chloride)/wood composites. A literature review*, J. Vinyl. Addit. Technol. 10 (2004) 59–69].

Wytwarzanie kompozytów na osnowie PVC zawierających napełniacze z materiałów odnawialnych, w tym naturalne włókna roślinne, takie jak: włókna juty, bambusa, sizalu, łusek ryżu, a także drewna, prowadzi do otrzymania materiałów o korzystnych właściwościach, które mogą być z powodzeniem stosowane jako materiały konstrukcyjne oraz w przemyśle motoryzacyjnym i meblarskim.

Właściwości kompozytów PVC z napełniaczami naturalnymi zależą istotnie od pochodzenia, stężenia i jednorodności rozproszczenia napełniacza w osnowie oraz od jego wielkości cząstek i współczynnika kształtu [M. Kociszewski, C. Gozdecki, A. Wilczyński, S. Zajchowski, J. Mirowski, *Effect of industrial wood particle size on mechanical properties of wood-polyvinyl chloride composites*. Eur. J. Wood Wood Prod. 70 (2012) 113–118].

Właściwości PVC można również modyfikować przez wprowadzenie do mieszaniny napełniaczy hybrydowych. W literaturze opisano możliwość zastosowania do tego celu materiałów hybrydowych złożonych często z napełniaczy naturalnych np. włókien drzewnych lub celulozowych oraz napełniaczy nieorganicznych np. włókien szklanych, miki i innych, a także napełniaczy o wymiarach nanometrycznych np. nanorurek i montmorylonitu. Znane są z publikacji [Y. Hyunjong, D.S. Kim, *Physical properties of PVC/aminosilanetreated wood flour/organoclay composites*, Polym. Adv. Technol. 23 (2011) 1441–1445] właściwości kompozytów poli(chlorku winylu) z mączką drzewną modyfikowaną aminosilanami i nanonapełniaczem w postaci organicznie modyfikowanego montmorylonitu otrzymanych metodą mieszania w stopie. Na podstawie obrazów SEM stwierdzono, że kompozyty zawierające modyfikowaną mączkę drzewną charakteryzowały się lepszą adhezją włókien drzewnych do osnowy polimerowej, co skutkuje również mniejszą nasiąkliwością kompozytu. Dodatek nanonapełniacza wpływa korzystnie na wytrzymałość na rozciąganie i zginanie oraz moduł przy zginaniu, niezależnie od zawartości mączki drzewnej w kompozycie. Hybrydowe kompozyty PVC z mączką drzewną modyfikowaną silanowym środkiem sprzęgającym i z organicznie modyfikowanym montmorylonitem (OMMT) otrzymywane metodą wytłaczania opisano również w [Y. Zhao, K. Wang, F. Zhu, P. Xue, M. Jia, *Physical properties of PVC/aminosilane-treated wood flour/organoclay composites*, Polym. Deg. Stabil. 91 (2006) 2874–2883]. Stwierdzono, że modyfikacja kompozytów PVC/mączka drzewna nanonapełniaczem w postaci OMMT istotnie poprawia właściwości mechaniczne oraz zmniejsza palność.

Ponadto w literaturze dostępna jest praca nt. tworzyw z PVC, które zawierają tlenek nieorganiczny (TiO₂) oraz naturalny napełniacz (włókna celulozowe). W/w tworzywa z PVC wytworzono na drodze prasowania. Charakteryzują się one dużą sztywnością i twardością, ładną powierzchnią zewnętrzną i dobrymi do wybranych zastosowań właściwościami wytrzymałościowymi [J. Pełka, E. Kowalska, *Modyfikacja tworzyw termoplastycznych z włóknami celulozowymi z makulatury*. Cz. I. Kompozycje poli(chlorku winylu) z włóknami celulozowymi z makulatury, Polimery 46 (2001) 201–207].

W ramach niniejszego wynalazku wykorzystano materiał krzemionka-lignina stanowiący podstawę patentu pt. *Sposób otrzymywania kompozytów krzemionka-lignina*, T. Jesionowski, Ł. Klapiszewski, G. Milczarek (opis polskiego zgłoszenia nr P.395391).

Wnikliwy przegląd literatury wskazał możliwość potencjalnego zastosowania materiałów hybrydowych tlenek nieorganiczny/lignina jako napełniaczy PVC. Przeprowadzone badania potwierdziły wcześniejsze przypuszczenia o bardzo korzystnych właściwościach tworzyw poli(chlorek winylu)-tlenek nieorganiczny/lignina, co dało podstawę do opracowania niniejszego wynalazku.

Z dostępnej powszechnie wiedzy chemicznej wiadomo, że odpowiednie układy tworzywowe poli(chlorek winylu)-tlenek nieorganiczny/lignina, w zależności od odpowiedniego dodatku tlenu nieorganicznego stanowią swego rodzaju indywiduum chemiczne i mimo znanego stanu techniki nie ma możliwości dojść do zastrzeżonego rozwiązania.

Istotą wynalazku jest sposób otrzymywania tworzyw poli(chlorek winylu)-tlenek nieorganiczny/lignina charakteryzujący się tym, że do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadza się 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze w tym 8 g cynoorga-

nicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz od 4,2 g do 21,0 g, korzystnie 15 g wysuszonego napełniacza hybrydowego składającego się z SiO_2 , lub MgO , lub CaO , lub ZnO , lub TiO_2 , lub CuO , lub ZrO_2 , korzystnie SiO_2 , oraz ligniny w stosunku wagowym od 20:1 do 1:20, korzystnie 5:1, dalej całość miesza się, a następnie mieszaninę ugniata się w plastografometrze w temperaturze 180–200°C, korzystnie 190°C, przy szybkości obrotowej rotora 10–50 min^{-1} , korzystnie 30 min^{-1} do momentu zżelowania mieszanki.

Dzięki zastosowaniu rozwiązania według wynalazku uzyskano następujące efekty techniczno-użytkowe:

- otrzymane tworzywa charakteryzują się zdefiniowanymi właściwościami morfologiczno-mikrostrukturalnymi,
- produkty PVC-tlenek nieorganiczny/lignina posiadają korzystne właściwości mechaniczne,
- otrzymane układy charakteryzują się ponadto korzystnymi właściwościami termicznymi z punktu widzenia przetwórczego oraz użytkowego,
- możliwość zastosowania tworzyw polichlorowinyłowych napełnionych materiałami hybrydowymi typu tlenek nieorganiczny/lignina w wielu dziedzinach m.in. w budownictwie.

Wynalazek ilustrują poniższe przykłady:

Przykład I

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cyanoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 5 g napełniacza hybrydowego składającego się z SiO_2 i ligniny w stosunku wagowym 5:1. Całość mieszano. Przed mieszaniem napełniacz suszono. Otrzymaną mieszaninę ugniatało w plastografometrze korzystnie Brabendera w temperaturze 190°C przy szybkości obrotowej głównego rotora 30 min^{-1} . Proces prowadzono do momentu zżelowania mieszanki.

Tworzywo PVC- SiO_2 /lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu I.

Przykład II

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cyanoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 15 g napełniacza hybrydowego składającego się z SiO_2 i ligniny w stosunku wagowym 5:1. Kolejne etapy procesu otrzymywania tworzywa PVC-krzemionka/lignina przeprowadzono jak w przykładzie I.

Tworzywo PVC- SiO_2 /lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu II.

Przykład III

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cyanoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 5 g napełniacza hybrydowego składającego się z SiO_2 i ligniny w stosunku wagowym 1:5. Kolejne etapy procesu otrzymywania tworzywa PVC-krzemionka/lignina przeprowadzono jak w przykładzie I.

Tworzywo PVC- SiO_2 /lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu III.

Przykład IV

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cyanoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 15 g napełniacza hybrydowego składającego się z SiO_2 i ligniny w stosunku wagowym 1:5. Kolejne etapy procesu otrzymywania tworzywa PVC-krzemionka/lignina przeprowadzono jak w przykładzie I.

Tworzywo PVC- SiO_2 /lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast

w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu IV.

Przykład V

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cynoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 12 g napełniacza hybrydowego składającego się z tlenku magnezu i ligniny w stosunku wagowym 1:20. Kolejne etapy procesu otrzymywania tworzywa PVC-tlenek magnezu/lignina przeprowadzono jak w przykładzie I.

Tworzywo PVC-MgO/lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu V.

Przykład VI

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cynoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 8 g napełniacza hybrydowego składającego się z tlenku wapnia i ligniny w stosunku wagowym 1:2. Kolejne etapy procesu otrzymywania tworzywa PVC-tlenek wapnia/lignina przeprowadzono jak w przykładzie I.

Tworzywo PVC-CaO/lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu VI.

Przykład VII

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cynoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 10 g napełniacza hybrydowego składającego się z tlenku cynku i ligniny w stosunku wagowym 20:1. Kolejne etapy procesu otrzymywania tworzywa PVC-tlenek cynku/lignina przeprowadzono jak w przykładzie I.

Tworzywo PVC-ZnO/lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu VII.

Przykład VIII

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cynoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 21 g napełniacza hybrydowego składającego się z tlenku tytanu(IV) i ligniny w stosunku wagowym 1:2. Całość mieszano. Przed mieszaniem napełniacz suszono. Otrzymaną mieszaninę ugniatano w plastografometrze Brabendera w temperaturze 180°C przy szybkości obrotowej głównego rotora 50 min⁻¹. Proces prowadzono do momentu zżelowania mieszanki.

Tworzywo PVC-TiO₂/lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu VIII.

Przykład IX

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cynoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 4,2 g napełniacza hybrydowego składającego się z tlenku miedzi(II) i ligniny w stosunku wagowym 1:10. Całość mieszano. Przed mieszaniem napełniacz suszono. Otrzymaną mieszaninę ugniatano w plastografometrze Brabendera w temperaturze 180°C przy szybkości obrotowej głównego rotora 20 min⁻¹. Proces prowadzono do momentu zżelowania mieszanki.

Tworzywo PVC-CuO/lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 zamieszczono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 najistotniejsze parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu IX.

Przykład X

Do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadzono 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze, w tym 8 g cyanoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz 18 g napelnacza hybrydowego składającego się z tlenku cyrkonu i ligniny w stosunku wagowym 10:1. Całość mieszano. Przed mieszaniem napelniacz suszono. Otrzymaną mieszaninę ugniatano w plastografometrze Brabendera w temperaturze 200°C przy szybkości obrotowej głównego rotora 10 min⁻¹. Proces prowadzono do momentu zżelowania mieszanki.

Tworzywo PVC-ZrO₂/lignina otrzymane w powyższy sposób poddano badaniom termicznym oraz wytrzymałościowym. W tabeli 1 przedstawiono właściwości stabilności termicznej, natomiast w tabeli 2 główne parametry właściwości mechanicznych wytworzonego tworzywa z przykładu X.

Tabela 1

Numer przykładu	Wartość temperatury dla ubytku masy [°C]		
	1%	5%	50%
I	238	257	319
II	240	260	322
III	177	259	317
IV	182	264	320
V	248	261	319
VI	239	265	317
VII	212	259	323
VIII	226	260	318
IX	230	259	322
X	241	262	317

Tabela 2

Numer przykładu	Wytrzymałość na rozciąganie δ* [MPa]	Moduł Younga E** [MPa]	Wydłużenie przy zerwaniu [%]
I	57	1630	7,8
II	56	1670	6,5
III	61	1800	9,6
IV	62	1890	11,5
V	52	1610	5,9
VI	53	1620	5,9
VII	49	1590	5,7
VIII	56	1600	6,1
IX	51	1595	6,0
X	60	1790	8,3

Średni błąd pomiarowy: * ± 6 ** ± 20; *** ± 1,5

Przykład zastosowania

Tworzywa poli(chlorek winylu)-tlenek nieorganiczny/lignina, otrzymane według powyższych metod, posiadają bardzo dobre właściwości termiczne i mechaniczne. Uzyskane tworzywa, w kolejnym etapie, poddaje się znanym procesom wytłaczania albo wtryskiwania, albo prasowania w celu wytworzenia kształtowych elementów konstrukcyjnych np. ram okiennych mających zastosowanie w budownictwie lub kształtowych elementów wyposażenia sprzętu AGO, korzystnie lodówek.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób otrzymywania tworzyw poli(chlorek winylu)-tlenek nieorganiczny/lignina, **znamienny tym**, że do mieszalnika wyposażonego w mieszadło wolnoobrotowe wprowadza się 210 g mieszanki PVC zawierającej środki pomocnicze w tym 8 g cynoorganicznego stabilizatora termicznego i 2 g smaru wosku parafinowego oraz od 4,2 g do 21,0 g, korzystnie 15 g wysuszonego napełniacza hybrydowego składającego się z SiO₂ lub MgO, lub CaO, lub ZnO, lub TiO₂, lub CuO, lub ZrO₂, korzystnie SiO₂, oraz ligniny w stosunku wagowym od 20:1 do 1:20, korzystnie 5:1, dalej całość miesza się, a następnie mieszaninę ugniata się w plastografometrze w temperaturze 180–200°C, korzystnie 190°C, przy szybkości obrotowej rotora 10–50 min⁻¹, korzystnie 30 min⁻¹ do momentu żelowania mieszanki.

