

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL** (11) **230451**
(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **411245**

(22) Data zgłoszenia: **11.02.2015**

(51) Int.Cl.

C08L 23/06 (2006.01)

C08L 23/12 (2006.01)

C08K 3/013 (2018.01)

C08K 3/36 (2006.01)

C08K 7/04 (2006.01)

C08J 5/04 (2006.01)

(54)

Kompozyt polimerowo-mineralny oraz sposób jego wytwarzania

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

16.08.2016 BUP 17/16

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

31.10.2018 WUP 10/18

(73) Uprawniony z patentu:

**FUNDACJA UNIWERSYTETU
IM. ADAMA MICKIEWICZA W POZNANIU,
Poznań, PL
UNIWERSYTET
TECHNOLOGICZNO-PRZYRODNICZY
IM. JANA I JĘDRZEJA ŚNIADECKICH
W BYDGOSZCZY, Bydgoszcz, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**KATARZYNA MAKOWSKA, Skoki, PL
SYLWIA LIPECKA, Poznań, PL
WŁODZIMIERZ URBANIAK, Poznań, PL
KAZIMIERZ PISZCZEK, Bydgoszcz, PL
KATARZYNA SKÓRCZEWSKA,
Mała Cerkwica, PL
KRZYSZTOF LEWANDOWSKI, Chełmno, PL
JOLANTA TOMASZEWSKA, Bydgoszcz, PL**

(74) Pełnomocnik:

recz. pat. Janina Majchrzak

PL 230451 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest kompozyt polimerowo-mineralny oraz sposób jego wytwarzania w procesie uplastyczniania, ugniatania i prasowania.

Zastosowanie napelniaczy mineralnych, zarówno w postaci włókien jak i proszków do napelniania polimerów termoplastycznych oraz żywic chemoutwardzalnych jest powszechnie znane i stosowane obecnie na masową skalę. Do napelniania tworzyw stosuje się obecnie najczęściej takie minerały jak: mączka kwarcowa, piasek kwarcowy, kreda, talk, kaolin, sproszkowana mika, a także mineralne napelniacze pochodzenia syntetycznego, jak krzemionka strącana, krzemionka pirogenna, ditlenek tytanu i inne. Napelnianie tworzyw polimerowych napelniaczami mineralnymi wpływa korzystnie na właściwości wyrobów, przede wszystkim ogranicza ujemny wpływ skurczu termicznego, poreakcyjnego lub krystalizacyjnego w wyrobach gotowych podczas ich otrzymywania przy stosowaniu różnych technik przetwórczych. Ważnym efektem stosowania takich napelniaczy jest również obniżanie ceny wyrobów z tworzyw polimerowych.

Jako napelniacze o funkcji wzmacniającej odporność na obciążenia mechaniczne statyczne i udarowe stosowane są przede wszystkim włókna szklane, których podstawowym składnikiem jest krzemionka, a także włókna aramidowe oraz węglowe.

Bardzo rozpowszechnioną grupą włókien mineralnych są włókna, których podstawowym składnikiem jest krzemionka. Są one szeroko wykorzystywane w technice np. do polepszania właściwości mechanicznych innych materiałów, np. w kompozytach polimerowych, jako izolacje termiczne czy też do otrzymywania materiałów optycznych.

Najczęściej spotykanymi materiałami tego typu są włókna szklane (na przykład typu E) czy żuźlowe otrzymywane za pomocą „ciągnięcia” włókien ze stopionego w wysokiej temperaturze materiału o odpowiednim składzie. Włókna takie, obok krzemionki, zawierają także znaczne ilości tlenków innych metali, najczęściej alkalicznych, przy czym włókna wysokokrzemionkowe zazwyczaj mają lepsze parametry mechaniczne, termiczne i optyczne. Wysokokrzemionkowe włókna, zawierające minimum 95% SiO_2 , otrzymuje się najczęściej poprzez ługowanie kwasem borokrzemianowych włókien szklanych typu E. Czyste włókna krzemionkowe, a zawierające powyżej 99% SiO_2 , najczęściej otrzymuje się w procesie zolowo-żelowym za pomocą przędzenia z odpowiednio przygotowanego roztworu, najczęściej na bazie szkła wodnego. Obok szkła wodnego do przygotowania roztworu zolu stosuje się często tetraetoksylan (TEOS) jak na przykład w polskim opisie patentowym PL 204 627.

Znane są także mezoporowate włókna krzemionkowe (MSF – mesoporous silica fibres) najczęściej otrzymywane poprzez „przędzenie” (spinning) oraz wzrost włókna w warunkach statycznych. Spinning opiera się na wyciąganiu włókien z roztworu zawierającego cząsteczki surfaktantu i źródło krzemionki. Włókna uzyskane tą metodą mają długość od 3 do 10 cm i średnicę od 5 do 100 μm . Mezoporowate włókna krzemionkowe można także uzyskać poprzez ich spontaniczny wzrost w roztworze. Włókna otrzymane w warunkach statycznych zazwyczaj mają od 100 μm do 5 cm długości oraz 1–40 μm średnicy [A. Kierys, J. Goworek: „Materiały krzemionkowe nowej generacji” w „Adsorbenty i katalizatory” pod red. J. Ryzkowskiego, Rzeszów 2012].

Bardzo rozpowszechnionym i popularnym naturalnym materiałem włóknistym, stosowanym jako napelniacz tworzyw sztucznych, przez wiele lat był azbest chryzotylowy. Po stwierdzeniu jego szkodliwego wpływu na zdrowie ludzi, w latach 90-tych XX wieku wprowadzono praktycznie całkowity zakaz jego stosowania. Zakaz ten dotyczy konkretnych związków określanych jako azbest i wykazujących bardzo charakterystyczne właściwości. Głównym elementem budulcowym wszystkich włókien azbestowych są tetraedry krzemowe, które w chryzotylu tworzą warstwy $(\text{Si}_4\text{O}_{10})^{4-}$. Najpowszechniej występujący oraz najczęściej wykorzystywany przemysłowo azbest chryzotylowy, zwany także azbestem białym, pod względem chemicznym jest uwodnionym krzemianem magnezu tworzącym włókniste struktury zbudowane z dwóch naprzemiennie ułożonych warstw: oktaedrycznej warstwy wodorotlenku magnezu (brucytu) $\text{Mg}_6\text{O}_4(\text{OH}_8)^{4-}$ oraz tetraedrycznej warstwy krzemionki [Virta R. L., „Asbestos: Geology, Mineralogy, Mining and Uses,” U.S. Geological Survey, Reston, Virginia, Open – File Report 02 – 149 2002].

Włókna tego rodzaju azbestu są najcieńsze ze wszystkich znanych włókien pochodzenia naturalnego, a średnica pojedynczego włókna chryzotylu może wynosić nawet ok. 25 nm. Włóknista struktura azbestu chryzotylowego oraz jego właściwości, szczególnie takie jak wysoka odporność termiczna, właściwości sorpcyjne, zdolność tworzenia kompozytów np. z cementem, polimerami itp. umożliwiły jego bardzo szerokie zastosowanie przemysłowe [Chissick S. S. Michaels L., *Asbestos: Properties, Applications, and Hazards*. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1979].

Włókna azbestu chryzotylowego wykorzystywane w przemyśle posiadają średnicę od 0,1 do 100 μm , a długość włókien tego minerału może sięgać do 10–12 cm. Zewnętrzną warstwę każdego włókna chryzotylu stanowi zawsze warstwa brucytu z jonami wodorotlenowymi na powierzchni, powodując hydrofilową naturę minerału chryzotylowego, a także stosunkowo łatwe wypłukiwanie magnezu, zazwyczaj jednak połączone ze zniszczeniem struktury włóknistej.

Istotą wynalazku jest kompozyt polimerowo-mineralny składający się z termoplastycznych tworzyw poliolefinowych i włóknistego napelniacza mineralnego, w którym zgodnie z wynalazkiem włóknisty napelniacz stanowi krzemionka włóknista zawierająca nie mniej niż 99% krzemionki oraz ma co najmniej 90% włókien o długości powyżej 0,5 mm i nie mniej niż 50% włókien o długości powyżej 1 mm, mająca powierzchnię właściwą nie mniejszą niż 90 m^2/g , gęstość objętościową $1,9 \pm 0,1 \text{ g/cm}^3$ oraz stabilność termiczną nie mniejszą niż 900°C, otrzymana w procesie, w którym azbest chryzotylowy i/lub produkt zawierający azbest chryzotylowy zalewa się kwasem mineralnym, korzystnie takim jak kwas siarkowy (VI), kwas azotowy (V), kwas fosforowy (V), kwas solny korzystnie, kwas siarkowy lub kwas fosforowy, o stężeniu 10 do 40%, korzystnie 20 do 25%, w takiej ilości, aby stosunek stechiometryczny kwasu do magnezu zawartego w azbeście wynosił 2:1 do 10:1, korzystnie 5:1, następnie mieszając co kilka godzin, mieszaninę pozostawia się na 48 do 240 godzin, korzystnie 72 do 120 godzin, w temperaturze 15 do 50°C, korzystnie 25 do 40°C, po czym mieszaninę poreakcyjną przesącza się w znany sposób, korzystnie przez przesączenie zawartości reaktora przez sączonek szerokoporowaty, następnie wyodrębnione włókna krzemionkowe przemywa się wodą destylowaną i poddaje się obróbce mieszając je w nadmiarze wody amoniakalnej przez co najmniej dwie godziny, po czym mieszaninę ponownie przesącza się, przemywa wodą destylowaną i suszy.

Istotą wynalazku jest także sposób otrzymywania kompozytu polimerowo-mineralnego składającego się z termoplastycznego tworzywa poliolefinowego i włóknistego napelniacza mineralnego w znanym procesie uplastyczniania, ugniatania i prasowania, w którym jako włóknisty napelniacz mineralny stosuje się w ilości 5–50% wsadu krzemionkę włóknistą otrzymaną w procesie, w którym azbest chryzotylowy i/lub produkt zawierający azbest chryzotylowy zalewa się kwasem mineralnym, korzystnie takim jak kwas siarkowy (VI), kwas azotowy (V), kwas fosforowy (V), kwas solny korzystnie, kwas siarkowy lub kwas fosforowy, o stężeniu 10 do 40%, korzystnie 20 do 25%, w takiej ilości, aby stosunek stechiometryczny kwasu do magnezu zawartego w azbeście wynosił 2:1 do 10:1, korzystnie 5:1, następnie mieszając co kilka godzin, mieszaninę pozostawia się na 48 do 240 godzin, korzystnie 72 do 120 godzin, w temperaturze 15 do 50°C, korzystnie 25 do 40°C, po czym mieszaninę poreakcyjną przesącza się w znany sposób, korzystnie przez przesączenie zawartości reaktora przez sączonek szerokoporowaty, następnie wyodrębnione włókna krzemionkowe przemywa się wodą destylowaną i poddaje się obróbce mieszając je w nadmiarze wody amoniakalnej przez co najmniej dwie godziny, po czym mieszaninę ponownie przesącza się, przemywa wodą destylowaną i suszy.

Nieoczekiwanie okazało się, że bardzo czyste włókna krzemionkowe, o bardzo dobrych właściwościach, można otrzymać poprzez całkowitą ekstrakcję magnezu ze struktury azbestu chryzotylowego, za pomocą rozcieńczonych kwasów, w łagodnych warunkach, a następnie obróbkę nadmiarem wody amoniakalnej. W wyniku obróbki wodą amoniakalną, długie, proste i o gładkiej powierzchni włókna pojawiające się po ekstrakcji magnezu kwasem siarkowym, ulegają dalszemu rozwłóknieniu tworząc „pierzastą”, „frędzlowatą” strukturę, następuje także bardzo istotne zwiększenie powierzchni, przy niewielkiej zmianie gęstości objętościowej w stosunku do włókien traktowanych samym kwasem. Kompozyty według wynalazku otrzymane z wykorzystaniem tych włókien charakteryzują się większą stabilnością termiczną, szczególnie przy wyższych napelnieniach, w porównaniu z kompozytami z bezpostaciową krzemionką strącaną jako napelniaczem. Krzemionka włóknista zastosowana w wynalazku, w porównaniu z wyjściowym azbestem, charakteryzuje się dużą powierzchnią właściwą, większą stabilnością termiczną, mniejszym ciężarem nasypowym i gęstością objętościową. W porównaniu z krzemionką bezpostaciową (strącaną) często stosowaną jako napelniacz polimerów termoplastycznych, posiada znacznie lepsze właściwości przerobowe, gdyż nie jest substancją pylistą w takim stopniu jak strącana krzemionka bezpostaciowa (np. Arsil), co między innymi, umożliwia łatwiejsze wprowadzenie większych ilości napelniacza do osnowy polimerowej, relatywnie szybką i skuteczną homogenizację uplastycznionego tworzywa i nie wymaga dodatkowych substancji ułatwiających płynięcie.

Otrzymane kompozyty z tworzywami termoplastycznymi, szczególnie przy zawartościach napelniacza powyżej 20–40% są wyraźnie stabilniejsze termicznie niż kompozyty z udziałem krzemionki bezpostaciowej czy nawet krzemionki włóknistej jedynie po obróbce kwasem.

Także analogiczne parametry fizykomechaniczne kompozytów z dużym udziałem napełniacza są korzystniejsze niż w przypadku kompozytów z udziałem krzemionki bezpostaciowej czy nawet krzemionki włóknistej ale jedynie po obróbce kwasem.

Wynalazek ilustrują poniższe przykłady, przy czym przykłady I do V pokazują sposoby otrzymywania napełniacza mineralnego.

Przykład IA

Do syntezy użyto techniczny azbest chryzotylowy w postaci rozwłóknionego materiału o dominującej długości włókien 2–4 mm, ciężarze nasypowym ok. 0,22 g/cm³, gęstości objętościowej 2,55 g/cm³ i powierzchni właściwej ok. 22 m²/g. Analiza elementarna wykazała zawartość 26,1% magnezu, 0,1% wapnia oraz 2,7% żelaza. Pozostałość stanowił głównie krzem oraz tlen. Metodą termogravimetryczną zbadano stabilność termiczną. Badania wykazały, że struktura krystaliczna azbestu chryzotylowego użytego do badań jest stabilna do temperatury wynoszącej ok. 600°C, w której to następuje gwałtowny spadek masy chryzotyłu. Uzyskana odporność termiczna stosowanego w przykładzie azbestu chryzotylowego jest zgodna z wartościami zawartymi w literaturze.

Następnie 20 g azbestu o powyższej charakterystyce umieszczono w kolbie szklanej ze szlifem o pojemności 1 dcm³ i zalano 230 cm³ 25% kwasu siarkowego(VI) (5-krotny nadmiar kwasu w stosunku do magnezu) i pozostawiono w temperaturze pokojowej (25+/-5°C) na 96 godzin mieszając delikatnie zawartość kolby kilka razy na dobę. Następnie zawartość kolby przesączono przez sączek szerokoporowaty oraz przemyto pozostałość na sączku wodą destylowaną.

Przykład IB

Wilgotny, lekko kwaśny osad zdjęto z sączka i przeniesiono do czystego naczynia, całkowicie zalano wodą destylowaną, a następnie porcjami, przy delikatnym mieszaniu dodawano 10% roztwór wody amoniakalnej tak długo aż w kolbie będzie pozostawał wyraźnie wyczuwalny zapach amoniaku. Mieszaninę pozostawiono w zamkniętej kolbie w temperaturze pokojowej, mieszając od czasu do czasu i uzupełniając roztwór amoniaku, jeśli jego zapach był po otwarciu kolby słabo wyczuwalny. Po 24 godzinach zawartość kolby przesączono i przemywano wodą aż do całkowitego usunięcia jonów siarczianowych oraz amonowych. Po wysuszeniu do stałej masy otrzymano biały włóknisty materiał, zawierający ok. 50% włókien o długości 1–3 mm. Ciężar nasypowy nowego materiału wynosił ok. 0,09 g/cm³, a powierzchnia właściwa ponad 92 m²/g. Zdjęcia mikroskopowe otrzymanego materiału wskazują, że długie, proste o gładkiej powierzchni włókna pojawiające się po ekstrakcji magnezu kwasem siarkowym, po kontakcie z amoniakiem ulegają rozwłóknieniu tworząc „pierzastą” strukturę. Analiza termogravimetryczna wykazała, że otrzymane włókna są stabilne termicznie do 900°C. W otrzymanych włóknach stwierdzono śladowe ilości magnezu wapnia i żelaza.

Badania metodą dyfraktometryczną (XRD) nie wykazały sygnałów dyfrakcyjnych charakterystycznych dla chryzotyłu (12,5° i 25° kąta 2θ). Wykonano także badania metodą mikroskopii optycznej w świetle spolaryzowanym, które wykazały, że otrzymany materiał nie wykazuje żadnych właściwości optycznych charakterystycznych dla chryzotyłu, co pozwala na wykluczenie obecności włókien chryzotylowych w otrzymanym produkcie.

Na podstawie analizy zdjęć wykonanych za pomocą mikroskopu skaningowego (SEM), można stwierdzić, że po ekstrakcji magnezu z azbestu chryzotylowego struktura włóknista pozostaje, jednakże pojawiają się włókna, nie obserwowane pierwotnie w azbecie chryzotylowym. Są one długie, proste o gładkiej powierzchni. Analiza za pomocą przystawki EDS (spektrometr dyspersji energii wtórnego promieniowania rentgenowskiego) wykazała, że włókna te zbudowane są głównie z krzemu i tlenu ze śladowymi ilościami siarki i glinu.

Przykład II

W 50-litrowym reaktorze z ogrzewanym płaszczem wodnym umieszczono 1 kg wyrobów z azbestu chryzotylowego w postaci sznurów azbestowych, fragmentów koców gaśniczych, tkanin azbestowych oraz tektury uszczelkowej, nie zawierających żadnych środków wiążących w postaci cementu, klejów itp. Ogólna charakterystyka azbestu była bardzo podobna do charakterystyki azbestu z przykładu I. Wyroby azbestowe nie były dodatkowo wstępnie rozdrabniane, a jedynie poddane fragmentacji umożliwiającej umieszczenie w reaktorze. Następnie do reaktora dodano roztwór otrzymany przez zmieszanie 25 litrów wody destylowanej oraz 6 litrów stężonego 95% kwasu siarkowego(VI), tak aby cały azbest był zanurzony, a stężenie kwasu wynosiło ok. 30%. Zawartość reaktora utrzymywano w temp. 45+/-5°C przez cztery doby, co kilka godzin powoli mieszając przez kilka minut.

Następnie zawartość reaktora przesączono na sicie o średnicy oczek ok. 1 mm i przemywano wodą. Wilgotny osad ponownie umieszczono w reaktorze, zalano 10 litrami wody destylowanej, a następnie porcjami przy delikatnym mieszaniu dodawano porcjami 2 dcm³ roztworu wody amoniakalnej o stężeniu ok. 15%. Mieszaninę pozostawiono na 24 godziny mieszając co kilka godzin, a następnie włóknisty osad przesączono i przemywano wodą destylowaną aż do zaniku zapachu amoniaku. Następnie osad wysuszono do stałej masy otrzymując włóknisty materiał o charakterystyce identycznej jak materiał z przykładu I. Wysuszony włóknisty materiał przesiano na sitach otrzymując: 45% frakcji 0,5–1 mm, 22% frakcji 1–2 mm, 30% frakcji 2–3,15 mm oraz 4% frakcji powyżej 3,15 mm.

Przykład III

W kolbie umieszczono ok. 1 g azbestu chryzotylowego w postaci sznura azbestowego, bez dodatkowego rozdrabniania. Następnie całość zalano 25 cm³ roztworu kwasu azotowego (V) o stężeniu 20% (ok. 5-krotny nadmiar kwasu w stosunku do magnezu). Po 256 godzinach w temperaturze 20+/-5°C, w trakcie których kilkakrotnie zawartość kolby delikatnie mieszano. Następnie zawartość kolby przesączono i przemyto a wilgotną pozostałość obrabiano wodą amoniakalną wg części B. Przykładu I, otrzymując włóknisty materiał identyczny jak w przykładzie I.

Przykład IV

Analogicznie jak w przykładzie III, wykonano reakcję stosując roztwór kwasu fosforowego (V) o stężeniu 20% (ok. 10-krotny nadmiar kwasu w stosunku do magnezu). Po 168 godzinach otrzymano ok. 0,6 g włóknistego materiału, który bez dodatkowego suszenia traktowano wodą amoniakalną jak w przykładzie IB, otrzymując materiał identyczny jak w przykładzie I.

Przykład V

Analogicznie jak w przykładzie III, przeprowadzono reakcję stosując roztwór kwasu solnego o stężeniu 20% i ok. 5-krotny nadmiar kwasu w stosunku do magnezu. Po 96 godzinach w temp. 25+/-5°C otrzymano ok. 0,4 g włóknistego materiału nie wykazującego żadnych właściwości azbestu. Wysuszony włóknisty materiał obrabiano wodą amoniakalną wg opisu przedstawionego w przykładzie IB, otrzymując włóknisty materiał identyczny jak w przykładzie I.

Przykład VI

Otrzymywanie kompozytów (ogólny)

W plastografometrze Brabendera wyposażonym w komorę o objętości swobodnej 50 cm³ uplastyczniano tworzywo polimerowe wraz z krzemionkowym napelniaczem mineralnym. Ilość napelniacza wynosiła odpowiednio 5–40% wagowych wsadu. Jako tworzywo polimerowe użyto polietylen małej gęstości FABS 23D022 (FABS) i polipropylen Moplen HP 500N (PP). Temperatura komory wynosiła 200°C, a obroty głównego rotora 30 min⁻¹. Masa wsadu wynosiła 35 g.

Ugniatanie prowadzono przez 5 min, po tym czasie tworzywo polimerowe prasowano na płytce o wymiarach 120 x 120 x 2 mm przy użyciu prasy hydraulicznej. Ciśnienie prasowania wynosiło 80 bar. Temperatura stołów prasy 190°C.

Z otrzymanych płytek wycięto przy użyciu frezarki numerycznej kształtki do oznaczania własności mechanicznych przy statycznym rozciąganiu typ 1BB zgodny z PN-EN ISO 527-2. Oznaczanie modułu sprężystości przy rozciąganiu prowadzono z szybkością rozciągania 1 mm/min, a pozostałych własności przy szybkości rozciągania 50 mm/min. Wykonano badania gęstości otrzymanych kompozytów w temperaturze 20°C za pomocą piknometru helowego Pycnomatic. Wykonano także badania termogravimetryczne wytworzonych kompozytów stosując aparat TG 209 F3 firmy Netzsch. Pomiar prowadzono w atmosferze azotu do temperatury 900°C z szybkością grzania 10K/min. Z otrzymanych termogramów TG odczytano temperaturę początku rozkładu definiowaną jako T_{onset} oraz temperaturę najintensywniejszej przemiany (definiowanej jako inflection point).

Jako krzemionkowy napelniacz porównawczy zastosowano krzemionkę strącaną Arsil.

Przykład VII

Według metodyki opisanej w przykładzie VI wykonano i zbadano kompozyty z czystą niemodyfikowaną krzemionką strącaną (Arsil). Wyniki badań termogravimetrycznych kompozytów polietylenu FABS 23D022 (FABS) oraz polipropylenu Moplen HP 500N (PP) z Arsilem zestawiono w tabeli 1. Wyniki badań fizykomechanicznych kompozytów polietylenu (FABS) oraz polipropylenu (PP) z Arsilem zestawiono w tabeli 2.

Tabela 1

Osnowa	Rodzaj napelniacza/zawartość [%]	Temperatura początku rozkładu T_{onset} , (°C)	Temperatura najintensywniejszej przemiany (inflection point) (°C)
FABS		450,1	468,5
FABS	Arsil/5	454,9	465,8
FABS	Arsil/10	442,7	457,4
FABS	Arsil/20	452,3	463,8
FABS	Arsil/40	451,1	471,1
PP		433,5	454,4
PP	Arsil/5	434,2	450,2
PP	Arsil/10	437,3	459,8
PP	Arsil/20	438,4	459,6
PP	Arsil/40	438,6	454,2

Tabela 2

Osnowa	Rodzaj napelniacza/zawartość [%]	Moduł sprężystości przy rozciąganiu, (MPa)	Wytrzymałość na rozciąganie, (MPa)	Wydłużenie względne przy wytrzymałości na rozciąganie, (%)	Gęstość, (g/cm ³)
FABS		180	12,2	22,9	0,923
FABS	Arsil/5	203	13,1	21,8	0,945
FABS	Arsil/10	234	13,7	23,2	0,967
FABS	Arsil/20	277	15	16,8	1,006
FABS	Arsil/40	511	13,5	3,2	1,163
PP		884	38,2	12,3	0,905
PP	Arsil/5	1040	36,9	8,7	0,927
PP	Arsil/10	1050	38,6	7,3	0,950
PP	Arsil/20	1430	38,1	4,9	0,998

Przykład VIII

Według metodyki opisanej w przykładzie VI wykonano i zbadano kompozyty z włóknistą krzemionką otrzymaną według przykładu II stosując połączoną frakcję 0,5–1 mm i 1–2 mm (WK0,5-2). Wyniki badań termograwimetrycznych kompozytów polietylenu (FABS) oraz polipropylenu (PP) z włóknistą krzemionką z przykładu II zestawiono w tabeli 3.

Wyniki badań fizykomechanicznych kompozytów polietylenu (FABS) oraz polipropylenu (PP) z włóknistą krzemionką z przykładu II zestawiono w tabeli 4.

Tabela 3

Osnowa	Rodzaj napelniacza/zawartość [%]	Temperatura początku rozkładu T_{onset} , (°C)	Temperatura najintensywniejszej przemiany (inflection point) (°C)
FABS		450,1	468,5
FABS	WK0,5-2/5	447,1	461,5
FABS	WK0,5-2/10	449,8	474,9
FABS	WK0,5-2/20	450,4	473,4
FABS	WK0,5-2/40	453,1	476,2
PP		433,5	454,4
PP	WK0,5-2/5	437,2	452,3
PP	WK0,5-2/10	442,7	461,0
PP	WK0,5-2/20	447,9	465,3
PP	WK0,5-2/40	453,4	471,1

Tabela 4

Osnowa	Rodzaj napelniacza/zawartość [%]	Moduł sprężystości przy rozciąganiu, (MPa)	Wytrzymałość na rozciąganie, (MPa)	Wydłużenie względne przy wytrzymałości na rozciąganie, (%)	Gęstość, (g/cm ³)
FABS		180	12,2	22,9	0,923
FABS	WK0,5-2/5	190	12,1	23,7	0,942
FABS	WK0,5-2/10	240	13,7	21,6	0,9623
FABS	WK0,5-2/20	315	14,6	16,4	1,003
FABS	WK0,5-2/40	498	15,3	5,3	1,111
PP		884	38,2	12,3	0,905
PP	WK0,5-2/5	1050	36,1	8,5	0,930
PP	WK0,5-2/10	1140	35,4	6,5	0,952
PP	WK0,5-2/20	1280	32,7	4,9	0,9992
PP	WK0,5-2/40	1770	30,6	2,3	1,116

Zastrzeżenia patentowe

1. Kompozyt polimerowo-mineralny składający się z termoplastycznych tworzyw poliolefinowych i włóknistego napelniacza mineralnego, **znamienny tym**, że włóknisty napelniacz stanowi krzemionka włóknista zawierająca nie mniej niż 99% krzemionki oraz ma co najmniej 90% włókien o długości powyżej 0,5 mm i nie mniej niż 50% włókien o długości powyżej 1 mm, mająca powierzchnię właściwą nie mniejszą niż 90 m²/g, gęstość objętościową 1,9+/-0,1 g/cm³ oraz stabilność termiczną nie mniejszą niż 900°C, otrzymana w procesie, w którym azbest chryzotylowy i/lub produkt zawierający azbest chryzotylowy zalewa się kwasem mineralnym, korzystnie takim jak kwas siarkowy (VI), kwas azotowy (V), kwas fosforowy (V), kwas solny korzystnie, kwas siarkowy lub kwas fosforowy, o stężeniu 10 do 40%, korzystnie 20 do 25%, w takiej ilości, aby stosunek stechiometryczny kwasu do magnezu zawartego w azbeście wynosił 2:1 do 10:1, korzystnie 5:1, następnie mieszając co kilka godzin, mieszaninę pozostawia się na 48 do 240 godzin, korzystnie 72 do 120 godzin, w temperaturze 15 do 50°C, korzystnie

25 do 40°C, po czym mieszaninę poreakcyjną przesącza się w znany sposób, korzystnie przez przesączenie zawartości reaktora przez sącdek szerokoporowaty, następnie wyodrębnione włókna krzemionkowe przemywa się wodą destylowaną i poddaje się obróbce mieszając je w nadmiarze wody amoniakalnej przez co najmniej dwie godziny, po czym mieszaninę ponownie przesącza się, przemywa wodą destylowaną i suszy.

2. Sposób otrzymywania kompozytu polimerowo-mineralnego składającego się z termoplastycznego tworzywa poliolefinowego i włóknistego wypełniacza mineralnego w znanym procesie uplastyczniania, ugniatania i prasowania, **znamienny tym**, że jako włóknisty wypełniacz mineralny stosuje się w ilości 5–50% wsadu krzemionkę włóknistą otrzymaną w procesie, w którym azbest chryzotylowy i/lub produkt zawierający azbest chryzotylowy zalewa się kwasem mineralnym, korzystnie takim jak kwas siarkowy (VI), kwas azotowy (V), kwas fosforowy (V), kwas solny korzystnie, kwas siarkowy lub kwas fosforowy, o stężeniu 10 do 40%, korzystnie 20 do 25%, w takiej ilości, aby stosunek stechiometryczny kwasu do magnezu zawartego w azbeście wynosił 2:1 do 10:1, korzystnie 5:1, następnie mieszając co kilka godzin, mieszaninę pozostawia się na 48 do 240 godzin, korzystnie 72 do 120 godzin, w temperaturze 15 do 50°C, korzystnie 25 do 40°C, po czym mieszaninę poreakcyjną przesącza się w znany sposób, korzystnie przez przesączenie zawartości reaktora przez sącdek szerokoporowaty, następnie wyodrębnione włókna krzemionkowe przemywa się wodą destylowaną i poddaje się obróbce mieszając je w nadmiarze wody amoniakalnej przez co najmniej dwie godziny, po czym mieszaninę ponownie przesącza się, przemywa wodą destylowaną i suszy.