



(51) МПК
C08L 67/00 (2006.01)
C08L 67/04 (2006.01)
C08L 97/00 (2006.01)
C08L 97/02 (2006.01)
C08H 7/00 (2011.01)
C08K 13/06 (2006.01)
C08K 9/04 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C08L 67/00 (2021.02); *C08L 67/04* (2021.02); *C08L 97/00* (2021.02); *C08L 97/02* (2021.02); *C08K 13/06* (2021.02); *C08K 9/04* (2021.02)

(21)(22) Заявка: 2020138804, 24.11.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
24.11.2020

Дата регистрации:
01.07.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 24.11.2020

(45) Опубликовано: 01.07.2021 Бюл. № 19

Адрес для переписки:

420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68, ФГБОУ
ВО "КНИТУ", Отдел патентно-
изобретательской деятельности

(72) Автор(ы):

Сафин Руслан Рушанович (RU),
 Галяветдинов Нур Равилевич (RU),
 Сабирова Гульназ Альбертовна (RU),
 Кайнов Петр Александрович (RU),
 Кайнов Павел Александрович (RU),
 Мухаметзянов Шамиль Рамилевич (RU),
 Илалова Гузель Фандасовна (RU),
 Сафиуллина Альбина Хакимовна (RU),
 Сафина Альбина Валерьевна (RU),
 Хасаншина Раля Тимерхановна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Казанский национальный
исследовательский технологический
университет" (ФГБОУ ВО "КНИТУ") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: CN 108530854 A, 14.09.2018. CN
109867929 A, 11.06.2016. US 9228081 B2,
05.01.2016. EA 23530 B1, 30.06.2016. RU 2687915
C1, 16.05.2019. RU 2577574 C1, 20.03.2016. RU
2674212 C1, 05.12.2018.

(54) Способ получения биоразлагаемой полимерной композиции

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии получения древесно-полимерных композитов для изготовления упаковок на основе биоразлагаемой полимерной композиции и может быть использовано в пищевой промышленности, в сельском хозяйстве и в быту. Способ получения биоразлагаемой полимерной композиции включает смешение полилактида с древесно-измельченным наполнителем. В качестве древесного наполнителя используют древесную муку с размером частиц 0,1-0,25 мм, обработанную при температуре 200-240°C в среде

инертного газа, а затем ультрафиолетовым облучением в течение 30 мин при интенсивности обработки 30-180 Дж/см. Смешение полилактида с древесно-измельченным наполнителем ведут при температуре 180°C, при следующем соотношении компонентов, мас. %: полилактид 50, указанный древесный наполнитель 50. Технический результат - упрощение способа получения биоразлагаемой полимерной композиции, а также повышение прочностных показателей композита на ее основе. 1 табл., 4 пр.



(51) Int. Cl.
C08L 67/00 (2006.01)
C08L 67/04 (2006.01)
C08L 97/00 (2006.01)
C08L 97/02 (2006.01)
C08H 7/00 (2011.01)
C08K 13/06 (2006.01)
C08K 9/04 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC

C08L 67/00 (2021.02); *C08L 67/04* (2021.02); *C08L 97/00* (2021.02); *C08L 97/02* (2021.02); *C08K 13/06* (2021.02); *C08K 9/04* (2021.02)

(21)(22) Application: **2020138804, 24.11.2020**(24) Effective date for property rights:
24.11.2020Registration date:
01.07.2021

Priority:

(22) Date of filing: **24.11.2020**(45) Date of publication: **01.07.2021 Bull. № 19**

Mail address:

420015, g. Kazan, ul. K. Marksa, 68, FGBOU VO "KNITU", Otdel patentno-izobretatelskoj deyatelnosti

(72) Inventor(s):

**Safin Ruslan Rushanovich (RU),
 Galyavetdinov Nur Ravilevich (RU),
 Sabirova Gulnaz Albertovna (RU),
 Kajnov Petr Aleksandrovich (RU),
 Kajnov Pavel Aleksandrovich (RU),
 Mukhametzyanov Shamil Ramilevich (RU),
 Ilalova Guzel Fandasovna (RU),
 Safiullina Albina Khakimovna (RU),
 Safina Albina Valerevna (RU),
 Khasanshina Raliya Timerkhanovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego obrazovaniya "Kazanskij natsionalnyj issledovatel'skij tekhnologicheskij universitet" (FGBOU VO "KNITU") (RU)

(54) METHOD OF OBTAINING A BIODEGRADABLE POLYMER COMPOSITION

(57) Abstract:

FIELD: food industry; agriculture.

SUBSTANCE: invention relates to the technology of obtaining wood-polymer composites for the manufacture of packaging based on a biodegradable polymer composition, it can be used in the food industry, in agriculture and in everyday life. A method of obtaining a biodegradable polymer composition involves mixing polylactide with a wood-crushed filler. As a wood filler, wood flour with a particle size of 0.1-0.25 mm is used, processed at a temperature of 200-240°C in an inert gas environment, and then by

ultraviolet irradiation for 30 minutes at a treatment intensity of 30-180 J/cm. Mixing of polylactide with wood-crushed filler is carried out at a temperature of 180°C, with the following ratio of components, wt.%: polylactide is 50, specified wood filler is 50.

EFFECT: technical result is a simplification of the method of obtaining a biodegradable polymer composition, as well as an increase in the strength characteristics of the composite based on it.

1 cl, 1 tbl, 4 ex

Изобретение относится к технологии получения древесно-полимерных композитов для изготовления упаковок на основе биоразлагаемой полимерной композиции и может быть использовано в пищевой промышленности, в сельском хозяйстве и в быту.

Известен способ получения биоразлагаемой полимерной композиции путем смешения полилактида, дихлорметана, модифицированного лигнина, модифицированного наполнителя, антипирена, антиоксиданта, смазки, стабилизатора и технологической добавки, при следующем соотношении компонентов, мас. ч:

10	полилактид	50-60
	дихлорметан	100-120
	модифицированный лигнин	15-20
	модифицированный наполнитель	8-12
	антипирен	1-2
	антиоксидант	1-2
	смазка	0,5-0,8
15	стабилизатор	0,3-0,5
	технологическая добавка	0,1-0,2

Полилактид растворяют в дихлорметане, затем к раствору добавляют модифицированный лигнин и перемешивают в течение 4 часов с последующим диспергированием, затем помещают его в вакуумную сушильную камеру при 40°C с целью получения древесно-пластикового базового компонента, затем древесно-пластиковый базовый компонент смешивают с модифицированным наполнителем, антипиреном, антиоксидантом, смазкой, стабилизатором и технологической добавкой в высокоскоростном смесителе при 150°C. Полученную смесь отправляют в горячий пресс при температуре 180°C, выдерживают 20 мин., а затем охлаждают, см. CN Заявка 201910209060, МПК C08H 7/00 (2011.01), C08K 13/06 (2011.01), C08K 3/04 (2011.01), C08K 3/32 (2011.01), C08K 3/34 (2011.01), C08K 5/5313 (2011.01), C08K 9/04 (2011.01), C08L 67/04 (2011.01), C08L 97/00 (2011.01), 2019.

Недостатком известного способа получения биоразлагаемой полимерной композиции является сложность технологического процесса.

Наиболее близким по технической сущности является способ получения биоразлагаемой полимерной композиции, включающей смешение полилактида с древесно-измельченным наполнителем, в качестве древесного наполнителя используют порошок соломы с размером частиц 80-120 мм. Предварительно порошок соломы сушат в сушильном шкафу при температуре 75-85°C в течение 3,5-4,5 часов, затем просушенный порошок замачивают в растворе силанового связующего агента с концентрацией 3-7% с последующей его сушкой при 80°C в течение 2 часов, а затем при 100°C.

Готовят базовое сырье - компонент А путем смешения полилактида с эластомером и компатибилизатором при температуре 80°C при соотношении компонентов мас. ч.:

40	полилактид	50
	эластомер	20-30
	компатибилизатор	0-9

Затем готовят компонент В путем смешения соломенного порошка, пластификатора, пенообразователя и смазки при температуре 80°C и соотношении компонентов мас. ч.:

	соломенный порошок	13-33
	пластификатор	3
	пенообразователь	0,5-1,5

Полученный компонент В смешивают с компонентом А, затем полученную биоразлагаемую полимерную композицию ekstrудируют через двухшнековый ekstruder при температуре 140-150°C с целью получения ее в виде гранул, затем, полученные гранулы формуют при 170-190°C при давлении 6-8 МПа, см. CN Заявка 201810493331, МПК C08L 67/04 (2011.01), C08L 97/02 (2011.01), 2018.

Недостатком указанного способа получения биоразлагаемой полимерной композиции является сложность технологического процесса, а также недостаточно высокие показатели прочности композита на ее основе.

Технической проблемой является упрощение способа получения биоразлагаемой полимерной композиции, а также повышение прочностных показателей композита на ее основе.

Техническая проблема решается способом получения биоразлагаемой полимерной композиции, включающий смешение полилактида с древесно-измельченным наполнителем, согласно изобретению в качестве древесного наполнителя используют древесную муку с размером частиц 0,1-0,25 мм, обработанную при температуре 200-240°C в среде инертного газа, а затем ультрафиолетовым облучением в течение 30 мин. при интенсивности обработки 30-180 Дж/см², смешение полилактида с древесно-измельченным наполнителем ведут при температуре 180°C, при следующем соотношении компонентов, мас. %:

полилактид	50
указанный древесный наполнитель	50

Решение технической задачи позволяет упростить способ получения биоразлагаемой полимерной композиции, а также повысить предел прочности композита на основе биоразлагаемой полимерной композиции на растяжение в 1,5 раза, предел прочности на изгиб в 4 раза.

Полилактид (ПЛА, PLA) представляет собой биоразлагаемый, алифатический полиэфир, который является термопластичным. Мономером полилактида является молочная кислота. Сырьем для производства служат ежегодно возобновляемые ресурсы, такие как кукуруза и сахарный тростник. Полилактид для удобства используют в виде гранул.

Для получения биоразлагаемой полимерной композиции предварительно отфракционированный наполнитель, в качестве которого используют древесные частицы с размером 0,1-0,25 мм, предварительно обрабатывают при температуре 200-240°C в среде инертного газа, затем ультрафиолетовым облучением в течение 30 мин. при интенсивности обработки 30-180 Дж/см². Биоразлагаемую полимерную композицию получают путем смешения полилактида с древесно-измельченным наполнителем при температуре 180°C, при следующем соотношении компонентов, мас. %:

полилактид	50
указанный древесный наполнитель	50

Для лучшего понимания изобретения приводим примеры конкретного выполнения. Пример 1.

Берут полилактид и древесный наполнитель в виде древесной муки с размером частиц 0,1-0,25 мм, обработанную при температуре 200°C в среде инертного газа, затем ультрафиолетовым облучением в течение 30 минут при интенсивности 30 Дж/см², при

следующем соотношении компонентов, мас. %:

полилактид	50
указанный древесный наполнитель	50

5 Указанные компоненты смешивают в экструдере при температуре 180°C.

Пример 2.

Берут полилактид и древесный наполнитель в виде древесной муки с размером частиц 0,1-0,25 мм, обработанную при температуре 200°C в среде инертного газа, затем ультрафиолетовым облучением в течение 30 минут при интенсивности 180 Дж/см², при

10 следующем соотношении компонентов, мас. %:

полилактид	50
указанный древесный наполнитель	50

Указанные компоненты смешивают в экструдере при температуре 180°C.

15 Пример 3.

Берут полилактид и древесный наполнитель в виде древесной муки с размером частиц 0,1-0,25 мм, обработанную при температуре 240°C в среде инертного газа, затем ультрафиолетовым облучением в течение 30 минут при интенсивности 30 Дж/см², при

20 следующем соотношении компонентов, мас. %:

полилактид	50
указанный древесный наполнитель	50

Пример 4.

25 Берут полилактид и древесный наполнитель в виде древесной муки с размером частиц 0,1-0,25 мм, обработанную при температуре 240°C в среде инертного газа, затем ультрафиолетовым облучением в течение 30 минут при интенсивности 180 Дж/см², при следующем соотношении компонентов, мас. %:

30 полилактид	50
указанный древесный наполнитель	50

Указанные компоненты смешивают в экструдере при температуре 180°C.

Для проведения испытаний были изготовлены образцы композитов на основе биоразлагаемой полимерной композиции по примерам 1-4 в соответствии с ГОСТ 33693.

35 Испытание на предел прочности на растяжение проводилось с помощью разрывной машины JLTTС LDS-5L. Скорость перемещения подвижного захвата составляла 50 мм/мин.

Испытание композитов на предел прочности на изгиб проводилось с помощью универсальной разрывной машины ZwickZ010. Скорость испытания составляла 2 мм/мин.

40 Для определения ударной вязкости композитов использовался маятниковый копер GT- 7045-MDL с энергией удара 5,5 J, скоростью маятника 3,46 м/с и углом падения 150°.

Определение показателя текучести расплавов композитов проводилось по ГОСТ 11645-73 «Пластмассы. Метод определения текучести расплава термопластов» на

45 экструзионном пластометре GT - 7100 - MIB.

Были проведены исследования водопоглощения биоразлагаемой полимерной композиции по заявляемому объекту и прототипу. В результате сравнения полученных данных было выявлено, что водопоглощение биоразлагаемой полимерной композиции

полученной по заявляемому способу ниже в 1,5-2,5 раза*.

Данные по составу биоразлагаемой полимерной композиции, полученной по заявляемому объекту и прототипу, свойства биоразлагаемой полимерной композиции, свойства компаунда на основе биоразлагаемой полимерной композиции по заявляемому объекту и прототипу приведены в таблице 1.

Таблица 1

Компоненты композиции, мас.%	Примеры конкретного выполнения				
	По прототипу, примеры 1-5 min/max значения	Пример 1	Пример 2	Пример 3	Пример 4
1	2	3	4	5	6
Полилактид	50	50	50	50	50
Наполнитель	13-33	50	50	50	50
Предел прочности на растяжение, МПа	12,5-21,3	37,34	38,13	32,52	32,33
Предел прочности на изгиб, МПа	11,9-20,5	79,76	77,41	75,56	74,84
Ударная вязкость, МПа	10,2-21,5	25,79	24,30	24,71	24,50

Продолжение Таблицы 1					
1	2	3	4	5	6
Скорость течения расплава, г/10мин	5,2-9,9	5,0	5,0	6,0	5,8
Водопоглощение (5 сут), %	По собственным исследованиям 27,3*	15,5	11,3	9,7	9,2

Как видно из примеров конкретного выполнения, способ получения биоразлагаемой полимерной композиции прост, предел прочности на растяжение композита на основе биоразлагаемой полимерной композиции по заявляемому объекту выше в 1,5 раза, предел прочности на изгиб выше в 4 раза по сравнению с прототипом.

Биоразлагаемая полимерная композиция обладает ударной вязкостью на уровне прототипа. Водопоглощение биоразлагаемой полимерной композиции меньше по сравнению с прототипом в 1,5-2,5 раза.

Кроме того, биоразлагаемая полимерная композиция обладает высокой скоростью течения расплава, что улучшает технологичность композиции.

Использование при получении заявляемой композиции дешевого древесного наполнителя в количестве 50 мас. %, позволяет сэкономить дорогой полимер - полилактид.

(57) Формула изобретения

Способ получения биоразлагаемой полимерной композиции, включающий смешение полилактида с древесно-измельченным наполнителем, отличающийся тем, что в качестве древесного наполнителя используют древесную муку с размером частиц 0,1-0,25 мм, обработанную при температуре 200-240°C в среде инертного газа, а затем ультрафиолетовым облучением в течение 30 мин при интенсивности обработки 30-180 Дж/см², смешение полилактида с древесно-измельченным наполнителем ведут при

температуре 180°C, при следующем соотношении компонентов, мас. %:

полилактид	50
указанный древесный наполнитель	50

5

10

15

20

25

30

35

40

45