

mgr inż. Łukasz Majewski

## **Streszczenie rozprawy doktorskiej pt. „Badania procesu wytłaczania oraz wybranych właściwości biokompozytowych folii polietylen/skrobia termoplastyczna” w języku polskim oraz angielskim**

### **Streszczenie**

Celem rozprawy było określenie wpływu modyfikacji polietylenu małej gęstości skrobią termoplastyczną w zakresie 0-50% na właściwości biokompozycji, jak również na charakterystykę procesu jej wytłaczania z rozdmuchiwanym swobodnym i właściwości otrzymanych folii rękawowych. Przeprowadzone badania pozwoliły na zidentyfikowanie problemów technologicznych występujących podczas wytłaczania z rozdmuchiwanym swobodnym biokompozycji polietylen/skrobia termoplastyczna, jak również zdefiniowanie zależności pomiędzy warunkami procesu jej wytłaczania i właściwościami otrzymywanej folii.

W pierwszym etapie badań doświadczalnych wytworzono na wytłaczarce dwuślimakowej kompozycje polietylen/skrobia termoplastyczna z dodatkiem kompatybilizatora – polietylenu szczepionego bezwodnikiem maleinowym. Otrzymane granulaty biokompozycji zostały poddane badaniom struktury chemicznej, gęstości normalnej, masowego wskaźnika szybkości płynięcia, zależności p-v-T, właściwości cieplnych oraz zawartości wilgoci. Wykazano, że skrobia termoplastyczna pełni funkcję plastyfikatora polietylenu, pomimo tego, że sama charakteryzuje się gorszą przetwarzalnością. Kompozycja ma większą wartość MFR niż każdy z jej składników osobno. Stwierdzono również występowanie znacznie mniejszych zmian objętości właściwej kompozycji podczas chłodzenia wraz ze wzrostem zawartości skrobi, co ma znaczący wpływ na właściwości folii. Wytłoczone biokompozycje, jak i sam granulat skrobi termoplastycznej, charakteryzowały się bardzo niską zawartością wilgoci, poniżej 0,5%.

W drugim etapie badań doświadczalnych przeprowadzono proces wytłaczania z rozdmuchiwanym swobodnym folii, gdzie jako czynniki wejściowe przyjęto zawartość skrobi termoplastycznej w przetwarzanej biokompozycji, stopień rozdmuchiwania rękawa foliowego, prędkość obrotową walców odbierających folię oraz temperaturę głowicy wytłaczarskiej. Wyznaczono następujące wielkości charakteryzujące proces wytłaczania: masowe natężenie przepływu tworzywa, maksymalną temperaturę wytłoczyny, wysokość linii krzepnięcia tworzywa, natężenie przepływu powietrza chłodzącego, ciśnienie powietrza wewnątrz rękawa foliowego oraz jednostkowe zużycie energii. Badania wykazały, że obecność skrobi termoplastycznej powoduje nagrzewanie autotermiczne przetwarzanej kompozycji w układzie uplastyczniającym wytłaczarki, a intensywność tego efektu rośnie wraz z jej zawartością. W rezultacie następuje wzrost temperatury wytłoczyny oraz podniesienie linii krzepnięcia tworzywa, a w konsekwencji zwiększa się również wymagana efektywność chłodzenia. Zmniejszeniu ulega natomiast

jednostkowe zużycie energii, gdyż ciepło generowane przez nagrzewanie autotermiczne zmniejsza pobór mocy czynnej przez grzejniki układu uplastyczniającego i głowicy wytłaczarskiej. Określono czynniki predysponujące rękaw foliowy do utraty stabilności, są to: duża zawartość skrobi termoplastycznej, mały stopień rozdmuchiwania, mała prędkość obrotowa walców odbierających oraz wysoka temperatura głowicy.

W trzecim etapie badań doświadczalnych określono właściwości otrzymanych folii biokompozytowych. Badania obejmowały: strukturę chemiczną, pomiary cech geometrycznych folii, barwę i połysk, właściwości cieplne, chropowatość zewnętrznej powierzchni folii oraz wyznaczenie charakterystyki mechanicznej. Pomimo występującego efektu nagrzewania autotermicznego nie stwierdzono zmian w strukturze chemicznej wytłoczonej kompozycji. Cechy geometryczne folii były zależne głównie od stopnia rozdmuchiwania i prędkości obrotowej walców odbierających folię. Zaobserwowano również znaczący wpływ zawartości skrobi na grubość folii oraz topografię jej powierzchni, co jest uwarunkowane odmiennym przebiegiem krzywych p-v-T dla polietylenu i skrobi termoplastycznej. Obecność skrobi w kompozycji powoduje również obniżanie wartości naprężeń przy granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie. Poprawia natomiast wydłużenie przy zerwaniu w kierunku wzdłużnym, co dowodzi dobrego poziomu kompatybilizacji. Dodatkowo wykazano, że interakcja zawartości skrobi termoplastycznej i prędkości obrotowej walców odbierających wpływa na mechanizm deformacji podczas rozciągania oraz mechanizm przebiccia folii. Badania spektrofotometrem pozwoliły na stwierdzenie, że zawartość skrobi wpływa na percepcję barwy tła za pojedynczą warstwą folii. Efekt ten może być zniwelowany poprzez zmniejszenie grubości folii. Wykazano możliwość wytwarzania folii o 50% zawartości skrobi termoplastycznej, która nie będzie miała dostrzegalnego wpływu na barwę tła, ale konieczne jest wtedy stosowanie dużych wartości stopnia rozdmuchiwania i prędkości obrotowej walców odbierających.

## **ABSTRACT**

The aim of the dissertation was to determine the effect of modifying low-density polyethylene with thermoplastic starch in the mass content range of 0–50% on the properties of the biocomposition, as well as on the characteristics of blown film extrusion and the properties of the obtained films. The conducted research allowed the author to identify technological problems occurring during blown film extrusion of polyethylene/thermoplastic starch biocomposition, and to define the relationship between the extrusion process conditions and the properties of the obtained film.

In the first stage of experimental research, polyethylene/thermoplastic starch compositions with the addition of a compatibilizer – polyethylene grafted with maleic anhydride – were produced on a twin-screw extruder. Chemical structure, normal density, melt flow rate, p-v-T relationship, thermal properties and moisture content were tested on the finished pellets. It has

been shown that thermoplastic starch acts as a plasticizer for polyethylene, despite the fact that it is characterized by poorer processability. The biocomposition has a higher MFR value than each of its components alone. Significantly smaller changes in the specific volume of the composition during cooling were found with increasing starch content, which has a considerable effect on the properties of the film. The extruded biocompositions, as well as the thermoplastic starch pellets themselves, were characterized by a very low moisture content, i.e. below 0.5%.

In the second stage of the experimental research, the blown film extrusion process was carried out, whereby the input parameters were the content of thermoplastic starch in the biocomposition, the film blow-up ratio, the rotational speed of the film wind-up roller and the temperature of the extrusion head. The following values characterizing the blown film extrusion process were determined: the mass flow rate of the material, the maximum temperature of the extrudate, the freeze line height, the cooling air flow rate, the air pressure inside the blown film bubble and the specific energy consumption. Studies have shown that the presence of thermoplastic starch causes autothermal heating of the processed composition in the plasticizing system of the extruder, and the intensity of this effect increases with its content. As a result, the temperature of the extrudate and the freeze line height increase, as in consequence does the required cooling efficiency. However, the specific energy consumption is reduced, because the heat generated by autothermal heating reduces the power consumption of the plasticizing system and the extrusion head heaters. The factors that predispose the blown film bubble to lose stability were determined, such as high content of thermoplastic starch, low blow-up ratio, low rotational speed of the film wind-up roller and high temperature of the extrusion head.

In the third stage of the experimental research, the properties of the obtained biocomposite films were determined. The conducted tests included chemical structure, measurements of film geometric features, colour and gloss, thermal properties, roughness of the film outer surface and determination of mechanical characteristics. Despite the effect of autothermal heating, no changes were found in the chemical structure of the extruded biocomposite film. The geometric features of the film depended mainly on the blow-up ratio and the rotational speed of the film wind-up roller. A significant effect of the starch content on the film thickness and the topography of its surface was also observed, which is related to the different p-v-T characteristics of polyethylene and thermoplastic starch. The presence of starch in the composition also reduces yield stress and tensile strength. Instead, it improves the elongation at break in the longitudinal direction, which proves a good level of compatibilization. In addition, the interaction of the thermoplastic starch content and the rotational speed of the film wind-up roller has been shown to affect the film tensile deformation mechanism and the puncture mechanism. Spectrophotometric tests allowed the conclusion that the starch content affects the perception of the background colour behind a single film layer. This effect can be compensated by reducing of the film thickness. It is possible to produce films with a 50% content of thermoplastic starch, the single layer of which will not have a noticeable effect on the background color, however it is necessary to use high blow-up ratios and values of wind-up roller rotational speed.