



223068

223068

223068

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE LA

PATENTE DE INVENCIÓN

que por veinte años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de la Firma RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad alemana, residente en OBERHAUSEN-HOLTYEN (ALEMANIA), por: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE CUERPOS POROSOS DE POLI-ETILENO".-

--o-o-o-o-o-o-o--

5 Se ha encontrado que se obtienen cuerpos porosos cuando se calientan cargas de poli-etileno en pequeñas partes especialmente en polvo, cuyo peso molecular está por encima de 75.000, preferentemente por encima de 100.000, con o sin aplicación simultánea de presión mecánica a temperaturas que oscilan entre 120°C/ y aquella temperatura a la cual, teniendo en consideración la presión de operación aplicada, no tiene lugar ninguna descomposición o gelatinación del poli-etileno o ambos. Se entienden aquí de gelatinación la creación de productos coherentes de aspecto transpa-

223068 - 2 -

223068



10 rente como el vidrio. Se puede producir polimerizados de etileno con pesos moleculares por encima de 75.000, preferentemente de más de 100.000 mediante excitadores de polimerización adecuados a presiones que estan por debajo de 200 kilos/cm². y a temperaturas hasta 100°.

15 La formación en pequeñas partes de poli-etileno que se ha de aplicar como material base, puede realizarse de cualquier manera. Además del material en polvo se pueden aplicar las partículas de polietileno también, por ejemplo en forma de granos, fibras, escamas, anillas, placas, recortes de alambre, recortes de tubo, recortes de lámina o pequeños poliedros. Son también laborables mezclas de polietileno en pequeñas partes que consisten en diferentes formaciones, tratando por ejemplo granos o escamas en mezcla con fibras o recortes de lámina.

25 En partículas es ventajoso aplicarla el poli-etileno directamente en el estado, tal como resulta en la polimerización. También se puede someter el material a un previo tratamiento térmico y mecánico o a cada uno de estos procedimientos. Además del poli-etileno del grado molecular indicado puede contener la carga, que hay que tratar, también sustancias altamente polímeras en partículas o en polvo de otra clase, que consisten por ejemplo en poliestirol, poli-isobuteno, polietileno de baja molecularidad y sustancias similares. Se puede tratar el material, añadiendo colorantes o rellenos, siendo estos rellenos por ejemplo carbonato de magnesia, trípoli, carbonato cálcico, carbono, blanco titánico y sustancia s análogas adecuadas para el relleno de masas plásticas.

35 Las temperaturas de reacción y la duración del calentamiento, que hay que aplicar según la invención, dependen de las presiones de operación y de los productos finales deseados. Cuando no se utiliza ninguna presión exterior, o solamente una presión mecánica muy pequeña, entonces oscilan las temperaturas necesarias

40

223068 20



entre 120 y aproximadamente 400°C.. Según la invención se logra pro-
ducir bajo diferentes condiciones cuerpos parecidos al corcho. Den-
tro de estas condiciones se pueden obtener en cierto grado también
cuerpos que, en lo que se refiere a densidad, porosidad, conducti-
45 bilidad calorífica, están parecidos al corcho. Para obtener cuerpos
parecidos al corcho se debe evitar en la aglomeración la aplicación
de presiones elevadas. Convenientemente se trabaja sin presión o so-
lo con presiones muy moderadas, por ejemplo a 0'-50 gramos/cm².. En
estas condiciones debe aplicarse por ejemplo para polietileno con
50 grado molecular de 300.000 hasta 600.000 temperaturas desde 130 has-
ta aproximadamente 170°C.. Si se utilizan temperaturas que están por
encima de 170°C., entonces resultan cuerpos porosos que poseen ma-
yor densidad que el corcho. En general aumenta la dureza de los cuer-
pos porosos, que se producen, con el aumento de la temperatura. Por
55 un calentamiento de duración suficiente se puede obtener siempre fá-
cilmente la resistencia deseada de los productos finales porosos,
pudiéndose realizar dicho calentamiento a presión aumentada, produ-
cida por ejemplo por dispositivos de presión mecánica, especialmen-
te por los vástagos de prensa o placas prensas. En el tratamiento
60 de poli-etileno según la invención ocurre siempre cierta disminución
del volumen.

El calentamiento de la carga de poli-etileno se realiza
convenientemente al abrigo del aire, en atmósferas de gas inerte,
por ejemplo en el vacío, aplicándose nitrógeno.

65 La admisión del calor necesaria para la fabricación de
masas porosas, puede establecerse técnicamente de manera cualquiera.
Para tal objeto puede dotarse las paredes exteriores del recipiente
de reacción de tuberías o camisas de calefacción, por las cuales
se conducen elementos calentados en estado gaseoso o líquido, por
70 ejemplo vapor, agua a presión o líquidos orgánicos. La admisión del
calor necesario puede realizarse también mediante gases inertes ca-



lientes o vapor, que se conducen directamente a través de las cargas consistentes en partículas.

75 No es posible técnicamente un calentamiento dentro del condensador con cargas de polimerizado de etileno, porque no poseen los hidrocarburos polimerizados prácticamente ningún ángulo de pérdida dieléctrico. Un calentamiento dieléctrico de la masas sometida a la reacción puede aplicarse en la elaboración de mezclas de pequeñas partes o en polvo, que además del poli-etileno contienen sustancias con un ángulo de pérdida suficiente, por ejemplo en mezclas de 80 poli-etileno y cloruros polivinílico, poliamidas y polimerizados parecidos, o añadiendo rellenos minerales. Este método de calentamiento tiene la ventaja de que pueden calentarse también cargas de gran volumen o diámetro en todas las partes uniformemente.

85 La fabricación de las masas porosas puede realizarse también mediante calentamiento escalonado. En este procedimiento se tratan las cargas consistentes en partículas, que contienen polimerizados de etileno, por ejemplo en dos escalones a temperaturas que van en aumento y oportunamente con duración distinta de calentamiento. 90

Quando se introducen los polimerizados de etileno, en polvo o en partículas, o los polimerizados mezclados, en recipientes, siendo calentados los mismos a presión, entonces obtienen las masas, según invención, su forma definitiva, directamente durante la fabricación. Empleando tubos de sección redonda o en polígonos, puede 95 producirse barras o cintas adecuadamente perfiladas, especialmente barras redondas, de masas porosas. Placas porosas pueden ser fabricadas en recipientes llanos de forma plana o abovedada o por medio de prensas superpuestas, cuyas piezas intermedias metálicas pueden 100 llevarse a la temperatura deseada mediante propagadores caloríficos líquidos. En moldes calentables se puede fabricar del poli-etileno en polvo o de las mezclas de poli-etileno otros numerosos modelos;

223068



105 Los cuerpos porosos, fabricados según invención, pueden deformarse por elaboración mecánica de maneras muy distintas, por ejemplo por prensado, recortado o por estampado o por elaboración con arranque de virura, como torneado, taladrado, fresado, serrado, cepillado.

110 Debido a sus características son utilizadas las nuevas masas porosas de una manera excelente para objetos más distintos, por ejemplo como calorífugos, para la amortiguación del sonido, - como cuerpos flotantes, por ejemplo salvavidas, chalecos salvavidas, en la industria eléctrica y de cables para objetos de uso de todas clases.

115 Además se ha encontrado que se pueden oxidar los cuerpos porosos, fabricados según invención, en su superficie con aire caliente, de tal manera que se forma en estas superficies una capa fina, que es impermeable al gas y a líquidos, por ejemplo al agua. De esta manera pueden protegerse cuerpos porosos, formados de polietileno, contra la penetración de gases, vapores o líquidos. En tal procedimiento se expone, por ejemplo, los cuerpos, que se desea tratar, por poco tiempo a una corriente de aire de 170-200°C. Por tal oxidación parcial de la superficie no se modifica el interior del cuerpo, mientras que queda impermeable su superficie exterior.

125 Para objetos de aislamiento térmico puede emplearse los cuerpos porosos en forma de placas, platillos, cintas o tubos. Tales masas pueden introducirse también en estado desmenuzado, por ejemplo granuladas o en tamaños de guisante o nuez, en espacios huecos. Muy ventajosamente pueden aplicarse los cuerpos, fabricados según invención, para aislamientos a temperaturas bajas, porque los mismos no pierden su elasticidad tampoco a temperaturas bajísimas, y aún no a la temperatura del aire líquido, pudiendo ser favorable en este caso oxidar los cuerpos aislantes fabricados antes en su superficie, para evitar el que entre en los mismos la humedad.

223068 2



135 Para objetos electrotécnicos es sumamente favorable el ángulo de pérdida extraordinariamente pequeño de los cuerpos porosos, fabricados según la invención. Por esta razón puede aplicarse favorablemente tales masas en la fabricación de cables de todas clases. Debido a su resistencia a presiones caloríficas son los mismos a propósito para piezas de separación en cables de alta frecuencia.

Ejemplo 1º.

Un molde hecho de chapa de aluminio de 20 centímetros de ancho, 30 centímetros de largo y 5'5 centímetros de alto, era llenado de 300 gramos de poli-etileno en polvo cuyo tamaño de grano era debajo de 0'3 mm.. Después de poner encima una tapadera que encajaba en el molde, siendo la misma cargada por 16 kilos, lo que correspondía a una presión de superficie de 26'7 gramos/cm²., era guardado dicho molde en una instalación térmica por 3 horas a una temperatura de 150°C., resultando del poli-etileno introducido en polvo, una placa blanca porosa que se podía trabajar fácilmente por recortado, serrado o taladrado. La placa, fabricada según invención presentaba una densidad de 0'27, una porosidad de 75 % y una conductibilidad calorífica de $\lambda = 0'040$, lo que correspondía aproximadamente a características del corcho, por ejemplo,

155 Ejemplo 2º.

En el molde, usado en el ejemplo 1º eran introducidas 500 gramos de polietileno de un tamaño de grano de menos de 0'3 mm.. La tapadera del molde era cargada una vez (a) con 26'7 gramos/cm². y luego (b) con 3'3 gramos/cm².. Ambos ensayos eran realizados con un tratamiento de dos horas de duración en una instalación calorífica a una temperatura de 175°C.. Se producían placas blancas porosas. La placa resultante del ensayo (a) tenía un grueso de 1'8 cm. y la del ensayo (b) un grueso de 3) cm. Ambas placas podían

223068

20



165 elaborarse por recortado, serrado o taladrado. La placa del ensayo (a) podía elaborarse además fácilmente en el torno.

La-s placas, fabricadas según la invención, poseían los gruesos, las porosidades y la-s conductibilidades caloríficas indicada-s en la tabla a continuación.

Ensayo	Presión	Densidad	Porosidad	Conductibilidad calorífica.
170 a)	26,7 gramos/cm ² .	0,54	45 %	0,095
b)	3,3 " "	0,33	67 %	0,048

Ejemplo 3º.

175 Cilindros de vidrio de 35 mm. de diámetro interior y 200 mm. de altura, eran llenados cada uno con 25 gramos de polietileno, utilizado en el ejemplo 1º del cual por previa y repetida evacuación con adición de nitrógeno había sido extraído el aire. Sobre la superficie de los rellenos del poli-etileno en polvo se ponía un alma de hierro cilíndrico de 200 gramos de peso, lo que correspondía a una carga de 21 gramo/cm².. Los cilindros de vidrio eran

180 metidos en un baño de aceite el que se mantenía a la temperatura deseada. Durante toda la duración del ensayo quedaban los rellenos del poli-etileno bajo protección de nitrógeno.

Las características de los cuerpos cilíndricos porosos quedan resumidas en la tabla a continuación.

185 Temperatura - Duracion del ensayo - Densidad - Porosidad - Conductibilidad calorífica λ	en horas.			
200	1,5	0,58	40 %	0,110
225	1,5	0,60	38 %	0,115
250	1,5	0,63	35 %	0,118
275	1,5	0,65	33 %	0,122
300	1,5	0,66	32 %	0,142

Ejemplo 4º.

En un cilindro de vidrio de las dimensiones, conforme al ejemplo 3º, eran templados 25 gramos de poli-etileno, cuyo tamaño

223068

20



190 de grano era por encima de 1 mm., durante 1,5 horas a 150°C. y
bajo una carga de 21 gramos/cm².. Resultaba un cuerpo cilíndrico
poroso que tenía una densidad de 0'44, una porosidad de 55% y una
conductibilidad calorífica de $\lambda = 0'071$.

Ejemplo 5º.

195 Un cuerpo cilíndrico poroso, fabricado en un tratamiento
del poli-etileno (tamaño por debajo de 0'3 mm.) a 175°C. durante
1,5 horas y con una carga de 21 gramos/cm²., era fundido en su su-
perficie mediante una corriente de aire de 230°C. de temperatura,
resultando una superficie coherente vídriosa. El cuerpo, fabricado
de esta manera, era sumergido durante 24 horas en agua, no habiendo
200 sufrido el mismo, pasado este tiempo, ni un aumento en peso.

- REIVINDICACIONES -

Se reivindica como de la propia y nueva invención la propiedad y explotación exclusiva-s de:

1.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-
205 etileno, caracterizado porque se calientan cargas de poli-etileno
en partículas, especialmente en polvo, cuyo peso molecular está
por encima de 75.000, preferentemente más de 100.000 sin presión
o con aplicación simultánea de presiones mecánica-s a temperaturas
que oscilan entre 120°C. y aquella temperatura, a la cual, tenien-
210 do en cuenta la presión de trabajo aplicada, no tiene todavía lu-
gar ninguna descomposición o gelatinación o descomposición y gela-
tinación del poli-etileno.

2.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-
etileno, según 1ª reivindicación, caracterizado porque son emplea-
215 da-s para la fabricación mezclas de poli-etileno y otras sustan-
cias altamente polímeras, preferentemente mezclas de poli-etileno
o poli-estireol, poli-isobutileno, poli-etileno bajamente molecular
o éstas últimas sustancias añadidas al poli-etileno.

3.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-



220 etileno, según 1ª y 2ª reivindicación, caracterizado porque son trabajados el poli-etileno o las mezclas de poli-etileno en forma de granos, fibras, escamas, anillas, placas, recortes de alambre, recortes de tubo, recortes de lámina y pequeños poliedros o sus mezclas.

225 4.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-etileno, según 1ª a 3ª reivindicación, caracterizado porque son trabajados el poli-etileno o las mezclas de poli-etileno con adición de colorantes o material de relleno o ambos juntos.

5.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-
230 etileno, según 1ª a 4ª reivindicación, caracterizado porque se realiza el calentamiento de las cargas en partículas al abrigo del aire, especialmente en presencia de gases inertes, por ejemplo en presencia de nitrógeno o dióxido carbónico, o en el vacío.

6.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-
235 etileno, según 1ª a 5ª reivindicación, caracterizado porque, sin presión mecánica exterior o a presión solamente moderada, se aplica en el calentamiento temperaturas desde 120 hasta aproximadamente 400°C.-

7.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-
240 etileno, según 1ª a 6ª reivindicación, caracterizado porque se aplica para la obtención de cuerpos porosos con características parecidas al corcho, sin presión o a presión moderada, en el calentamiento temperaturas desde 130 hasta aproximadamente 170°C.-

8.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-
245 etileno, según 1ª a 7ª reivindicación, caracterizado porque se continúa calentando siempre hasta que se alcance la resistencia mecánica deseada.

9.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de poli-
250 etileno, según 1ª a 8ª reivindicación, caracterizado porque se realiza el calentamiento de las cargas en pequeñas partes que se de-



sea trabajar en varios escalones a distintas temperaturas y presiones.

255 10.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 9ª reivindicación, caracterizado porque se realiza la admisión de calor a las cargas en pequeñas partes, que hay que trabajar, mediante dispositivos montados en las paredes exteriores de los recipientes de reacción.

260 11.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 10ª reivindicación, caracterizado porque se realiza el calentamiento de las cargas que hay que trabajar mediante gases inertes precalentados o vapores que se conducen por las masas que hay que trabajar.

265 12.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 11ª reivindicación, caracterizado porque se calientan mezclas consistentes en poli-etileno en partículas y polímeros elevados, que poseen un ángulo de pérdida dieléctrico suficiente u otras sustancias adicionales dentro del condensador de alta frecuencia.

270 13.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 12ª reivindicación, caracterizado porque los cuerpos porosos formados de poli-etileno o mezclas de poli-etileno, y otros polímeros elevados o materiales de relleno, o añadidos los últimos al polímero elevado, obtienen su forma definitiva durante el calentamiento por empleo de recipientes de reacción correspondiente.-

275

14.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 13ª reivindicación, caracterizado porque se hace impermeable posteriormente la superficie de los cuerpos porosos por oxidación parcial.

280 15.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 14ª reivindicación, caracterizado por el empleo



de los cuerpos porosos, fabricados por dicho procedimiento, para la producción de objetos perfilados.

285 16.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 15ª reivindicación, caracterizado por el empleo de los cuerpos porosos, fabricados en dicho procedimiento, como material de protección térmica o material amortiguador de sonido en estado de grano grueso o en productos de mayor extensión.

290 17.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 16ª reivindicación, caracterizado por el empleo de los cuerpos porosos, fabricados en dicho procedimiento, para la fabricación de objetos flotadores.

295 18.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos porosos de polietileno, según 1ª a 17ª reivindicación, caracterizado por el empleo de los cuerpos porosos fabricados en dicho procedimiento, para objetos electrotécnicos, preferentemente en la fabricación de cables y como pieza de separación en cables de alta frecuencia.

19.- "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE CUERPOS POROSOS DE POLIETILENO".-

Consta la presente memoria descriptiva de once hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

MADRID, 20 Julio de 1955-
Receptor de la Torre
P.P.