

AÑO 1957

Expediente núm.

238197



238 197

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

**PATENTE DE** ..... **I N V E N C I O N** .....

## MEMORIA DESCRIPTIVA

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE I N V E N C I O N** por 20 años, en España

*a favor de*

**MONTECATINI, Società Generale per l'Industria**, de nacionalidad  
**Mineraria e Chimica y Don KARL ZIEGLER**,  
italiana y alemana ..... domiciliado en **Milán (Italia) y Mülheim-Rühr (Alemania)**  
calle de **F. Turati y Kaiser Wilhelm-Platz** ..... **núm. 18 y 1.**

*por:*

• **"METODO DE PRODUCIR ARTICULOS MOLDEADOS A PARTIR DE POLIPROPILE-  
NO ALTAMENTE CRISTALINO"**.

Nº 3823

Agente Sr. **JAIMÉ ISERN MIRALLÉS.**

238197

22



238197

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

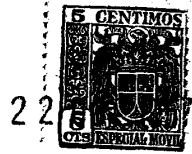
por "METODO DE PRODUCIR ARTICULOS MOLDEADOS A PARTIR DE POLI-  
PROPILENO ALTAMENTE CRISTALINO", a favor de la firma italiana  
MONTECATINI, Societa Generale per l'Industria Mineraria e  
Chimica, residente en MILAN (Italia), via F. Turati, 18 y de  
DON KARL ZIEGLER, de nacionalidad alemana, residente en MULHEIM  
RUHR (Alemania), Kaiser Wilhelm-Platz, n° 1.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere al método de produ-  
cir artículos moldeados a partir de polipropilenos altamente  
cristalinos y de composiciones que los contienen, fundiendo  
el polipropileno y enfriándolo al estado sólido en un molde  
5. , siendo efectuado usualmente el paso de fusión antes de que  
el polipropileno sea introducido en el molde.

En la producción de artículos moldeados a partir de  
los materiales termoplásticos utilizados hasta la fecha, el  
material es calentado hasta su punto de reblandecimiento, o  
10. a una temperatura ligeramente superior y prensado o inyectado



238 197

en una matriz, de la cual son retirados los artículos configurados, después de un enfriamiento oportuno.

5. La presente invención está basada en el descubrimiento de que los polipropilenos altamente cristalinos y las composiciones que los contienen, pueden ser configurados fácilmente en artículos moldeados que tienen excelentes características mecánicas en resistencia a la tensión, compresión e impacto, y una extraordinaria resistencia al calor, incluso cuando dichos polipropilenos tienen un peso molecular superior a
10. 600.000, a condición de que se observen ciertos requisitos de temperatura.

15. De acuerdo con la presente invención se proporciona un método para producir un artículo moldeado a partir de un polipropileno altamente cristalino, fundiendo el polipropileno y enfriándolo al estado sólido en un molde, en cuyo método el polipropileno es calentado a una temperatura que no excede de 2.00f, y es enfriado al estado sólido desde una temperatura comprendida dentro de la gama de 1.25f a 2.00f, siendo f la temperatura de fusión óptica del polipropileno expresada en
20. grados Celsius.

25. El polipropileno altamente cristalino utilizado de acuerdo con esta invención puede contener en mezcla polipropileno amorfo. Especialmente cuando está presente polipropileno amorfo, no presenta un punto de fusión abrupto en el que desaparece la cristalinidad, sino que tiene un intervalo de reblandecimiento cuya posición y amplitud depende del peso molecular promedio, igual que lo hace la viscosidad del material reblandecido o fundido. La terminación del paso del estado fundido al estado amorfo coincide con un oscurecimiento total del
30. campo visual cuando se observa una rebanada del polímero al



microscopio entre nicols cruzados y es calentados progresivamente, y la temperatura a la que se produce este oscurecimiento total es la que se llama "temperatura de fusión óptica". Los polipropilenos altamente cristalinos preferidos para su empleo de acuerdo con la presente invención, son aquellos que tienen una temperatura de fusión óptica de 164 a 168°C.

Aparte de tener características térmicas y mecánicas superiores a las de los artículos producidos a partir de otros materiales termoplásticos, los artículos producidos de acuerdo con la invención presentan, asimismo, una combinación de propiedades tales como transparencia, aptitud para el teñido con colores opacos o transparentes, inercia química, buenas propiedades dieléctricas, son inodoros y atóxicos, la cual no es obtenible en los artículos producidos a partir de otros materiales termoplásticos.

Las extraordinarias propiedades del polipropileno altamente cristalino cuando es tratado de acuerdo con la presente invención hacen posible producir artículos que hasta ahora no ha sido posible fabricar con materiales termoplásticos. Además la elevada resistencia mecánica del material permite producir artículos para un objeto dado con menor peso (por ejemplo con paredes más delgadas en el caso de artículos huecos) que lo que ha sido posible hasta la fecha con otros materiales termoplásticos, y por consiguiente de modo notablemente más barato.

Los polímeros de propileno sólidos pueden tener un peso molecular de 800.000 o más, pero para los fines de la presente invención, y especialmente en los casos en que se emplea las técnicas de moldeo por inyección, es conveniente utilizar polímero cuyo peso molecular se encuentre en la gama de 50.000 a 250.000, aunque este alcance no constituye una gama limitadora y, por lo tanto, se puede apartarse de ella; así, por ejemplo, cuando se requiere valores extraordinarios de resis-

-4-

238 197 22



.4.

tencia mecánica y térmica, es conveniente utilizar polímeros de peso molecular superior a 500.000. El moldeo por compresión también puede ser aplicado a los polímeros de propileno sólidos de cualquier peso molecular.

5. Los requisitos de temperatura del método de la invención, que de no ser cumplidos conducen a la producción de artículos inferiores o aun quebradizos, son sorprendentes en relación con los que es necesario seguir al trabajar con otros materiales termoplásticos que tienen una estructura parcialmente amorfa y parcialmente cristalina.
- 10.

Por ejemplo, el polietileno puede ser moldeado a una temperatura ligeramente superior, por ejemplo  $10^{\circ}\text{C}$  más alta, al punto de fusión de la porción cristalina, sin que se obtengan productos cristalinos. Si el polipropileno es moldeado bajo condiciones de temperatura similarmente bajas (por ejemplo,  $10$  a  $20^{\circ}\text{C}$  por encima del punto de fusión) se obtiene productos que presentan una baja resistencia a la flexión.

- 15.
- Si el polipropileno es calentado a una temperatura excesiva todas sus características son degradadas. No obstante,
- 20.
- ninguna dificultad se presenta cuando el polipropileno es calentado a una temperatura que no exceda de  $2.00\text{f}$  a condición de que se tenga cuidado de que el ciclo de temperatura empleado no implique el mantenerlo a temperaturas elevadas durante tiempos excesivos.

- 25.
- La temperatura de trabajo óptima para el polipropileno depende de su peso molecular promedio por regla general; al inyectar con un polímero que tenga un peso molecular de 50.000 a 250.000 se obtiene los mejores resultados, en relación con las características finales de los artículos configurados,
- 30.
- cuando la inyección es llevada a cabo a una temperatura de



200 a 350°C. Bajo estas condiciones los artículos moldeados obtenidos tienen las siguientes características promedio, las cuales son claramente superiores a las de artículos similares moldeados a partir de otras resinas termoplásticas:

5.	Esfuerzo de fluencia a la tracción, kg/cm <sup>2</sup>	400
	alargamiento a la fluencia, %	100-600
	Dureza Brinell (con una bola de 1/2" x 1", carga, 70 libras)	1500-2000
	Punto de reblandecimiento Vicat (carga 5 kg)	100-110°C

10. Si durante el moldeo por inyección se excede la temperatura de 300°C durante un período prolongado, se vuelve muy fluido y desarrolla grasas; los artículos moldeados salen de los moldes con grandes rebabas, contienen burbujas y escamas en los puntos de mayor espesor, y son quebradizos.

15. Aunque no se puede dar temperaturas y tiempos exactos, a causa de que las condiciones requeridas para que se produzcan estos fenómenos dependen, no sólo del peso molecular original del polímero, sino también de las características construccionales del aparato, se puede indicar que, a una temperatura de

20. 350°C un período de 10 minutos es suficiente para degradar las características mecánicas y físicas de los artículos moldeados, mientras que a una temperatura de 330°C es necesario un tiempo de 15 a 20 minutos. Se ha encontrado, sorprendentemente, que, operando bajo condiciones tan desfavorables con un po-

25. límero que tenga un peso molecular superior a 100.000, siempre se obtiene un polímero de alrededor de 30.000, independientemente del peso molecular antes del moldeo. En el moldeo por inyección de acuerdo con el método del invento, se ha encontrado, sorprendentemente, que el canal de inyección tiene una influen-

30. cia, especialmente al moldear grandes artículos por inyección



- "capilar", es necesario emplear temperaturas muy elevadas a fin de llenar la matriz, y la contracción que se produce durante el enfriamiento es considerable, de manera que los artículos cónicos quedan agarrotados sobre el noyo y es muy difícil de retirarlos de la matriz. En la inyección por "presión" directa, no obstante, se puede emplear temperaturas más bajas y la extracción es más simple. Los polímeros utilizados en el método de la presente invención pueden contener colorantes, pigmentos o cargas. Usualmente estas adiciones no modifican la temperatura de fusión óptica, aunque esto no es una regla absoluta y es conveniente comprobar si se ha producido alguna modificación después del mezclado.

- La presión de moldeo a utilizar en la práctica de la invención es substancialmente la necesaria generalmente para los polímeros elevados termoplásticos que tengan una estructura amorfo-cristalina. Puede ser variada apropiadamente cuando sea requerido ello por la forma del molde.

Los siguientes ejemplos son facilitados a fin de ilustrar la invención:

20. E J E M P L O 1.

- Se calienta 13 g de polipropileno con un peso molecular de 300.000, a 220°C bajo una presión de 450 kg/cm<sup>2</sup> durante 10 minutos en una prensa entre placas paralelas que tienen una superficie de 12 x 12 cm. Después de enfriar a 100°C, la lámina de 1.2 cm de espesor obtenida es retirada: es tenaz, flexible y no-quebradiza.

E J E M P L O 2.

Se moldea polipropileno de peso molecular 150.000 en una prensa de inyectar de una capacidad de 40 g. Se utiliza



un disco de 4 cavidades, diseñado para producir láminas de 42 x 50 mm con un espesor decreciente de 4.8 mm a 1.7 mm en la dimensión más larga. La cámara de reblandecimiento tiene una capacidad de 100 g correspondiente a cinco moldeos.

5. Moldeando en ciclos de un minuto a cualquier temperatura comprendida entre 200 y 360°C se obtiene piezas moldeadas perfectas y con una superficie lisa. Son transparentes y completamente libres de fragilidad a la temperatura ambiente.

10. Por el contrario, si el tiempo de permanencia en la cámara de reblandecimiento es prolongada, las piezas moldeadas son quebradizas y tienen una estructura esponjosa en las regiones de mayor espesor, por ejemplo bajo las siguientes condiciones:

Temperatura	Tiempo de permanencia del polímero en la cámara de reblandecimiento
350°C	10 minutos
330°C	15 "
300°C	30 "

15. Bajo estas condiciones el polímero se vuelve muy fluido, desarrolla una cantidad considerable de gas y da abundantes rebabas.

### EJEMPLO 3.

20. Se lleva a cabo el moldeo por inyección de recipientes ovalados que tienen dimensiones axiales mayor y menor de 81 y 45 cm respectivamente, una altura de 18 cm y un peso de 1900 g, en una máquina que tiene una cámara de reblandecimiento con una capacidad de 12 kg.

25. Se utiliza polipropileno pigmentado de un peso molecular de 150.000. Trabajando a varias temperaturas comprendidas entre 270 y 300°C y con un ciclo de 5 minutos, se obtiene re-



5. recipientes perfectos. Son flexibles, tenaces, y presentan una elevada resistencia al impacto. Por el contrario, si el moldeo es efectuado a  $350^{\circ}\text{C}$  y con un ciclo de 5 minutos, el recipiente obtenido es quebradizo y presenta una estructura no compacta en los bordes (que tienen 6 mm de espesor). El peso molecular del polímero, determinado después del moldeo, es de 33.000.

EJEMPLO 4.

10. El procedimiento es el mismo que en el ejemplo 3, pero la matriz utilizada está configurada para dar un cubo tronco-cónico de 25 cm de diámetro superior, una capacidad de 6 litros y un peso de 380 g. Con inyección capilar se necesita una temperatura de inyección de  $350^{\circ}\text{C}$  y la extracción es difícil. Mediante colada o inyección directa se obtiene muy buenos resultados a  $270^{\circ}\text{C}$  con ciclos de 2 minutos. Si, a la misma temperatura,
15. el polímero es dejado permanecer en la cámara de reblandecimiento durante 45 minutos, el artículo moldeado es apenas resistente al impacto, aunque tiene un buen aspecto y una estructura compacta.

EJEMPLO 5.

20. Se moldea marcos de puerta de refrigerador con un tamaño de 59 x 122 cm y un peso de 850 g, en una prensa de 1300 g, a partir de polipropileno que tiene un peso molecular de 150.000, pigmentado con titanía.

Operando a diferentes temperaturas se encuentra que:

25. 1) con temperaturas de las diferentes partes de la cámara de reblandecimiento, desde el cilindro hasta la boquilla, de 140, 200, 200 y  $180^{\circ}\text{C}$ , y un ciclo de 2 minutos, el marco obtenido es incompleto.

2) con temperaturas desde el cilindro a la boquilla

238 197 22 09



.9.

de 200, 240, 240 y 240°C y un ciclo de 2 minutos, el marco obtenido tiende a ser quebradizo, se agrieta al ser doblado.

3) con temperaturas desde el cilindro a la boquilla de 220, 260, 260 y 260°C y un ciclo de 2 minutos, el marco obtenido es perfecto, resistente a la flexión y al impacto.

5.

La invención, en su esencialidad, puede ser practicada en otras realizaciones que difieran en detalle de la indicada, y a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, ser realizada con los medios y aparatos más convenientes, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.

10.

= . =

-10-

238 197

22.



## N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana número 15.560 del 23 de Octubre de 1.956:

5. 1. Método de producir artículos moldeados a partir de polipropileno altamente cristalino, fundiendo el polipropileno y enfriándolo al estado sólido en un molde, en cuyo método el polipropileno es calentado a una temperatura que no excede de 2.00f y es enfriado al estado sólido desde una temperatura comprendida en la gama de temperaturas de 1.25f a 2.00f, siendo f la temperatura de fusión óptica del polipropileno expresada en grados Centígrados.
10. 2. Método según la reivindicación 1, en el que el polipropileno tiene una temperatura de fusión óptica de 164 a 168°C y es calentado a una temperatura de 200 a 350°C.
15. 3. Método según la reivindicación 2, en el que el polipropileno es forzado al interior del molde, después de este calentamiento, en una operación de moldeo por inyección.
20. 4. Método según la reivindicación 3, en el que el polipropileno altamente cristalino contiene en mezcla polipropileno amorfo.
5. Método según las reivindicaciones 1 a 4 en el que el polipropileno altamente cristalino contiene en mezcla un colorante, pigmento o carga.
25. 6. Método de producir artículos moldeados a partir de polipropileno altamente cristalino.



22

238 197

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de once hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 22 Octubre de 1.957.

5.

MONTECATINI, Societá Generale per  
l'Industria Mineraria e Chimica, y

KARL ZIEGLER.

p. a.

JAIME ISERN MIRALLES  
P. P.