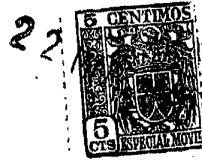


JE.

2 57014

257014



PATENTE DE INTRODUCCION

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S. A., de nacionalidad española,
domiciliada en Avda. José Antonio Primo de Rivera, 654,
BARCELONA,

por:

"Procedimiento mejorado para la obtención de gránulos
de polímeros termoplásticos".

Memoria descriptiva.

La presente patente se refiere a un procedimien
to mejorado para la obtención de gránulos de polímeros
termoplásticos molecularmente orientables, apropiados pa-



ra ser usados en moldeo o como material de partida en el proceso de hilatura por fusión. El procedimiento puede aplicarse generalmente, a los polímeros que gozan de las siguientes propiedades físicas: se funden en estado
5 substancialmente puro, poseen carácter cristalino o microcristalino y se orientan molecularmente mediante estirado.

Ya ha sido propuesta la transformación de dichos polímeros en pedacitos o gránulos aptos para ser
10 usados en procesos de hilatura por fusión, mediante extrusión de una cinta de polímero a partir del polímero fundido, enfriamiento de dicha cinta y corte de la misma en pedazos de tamaño apropiado para la alimentación de una prensa de husillo. En dicho proceso la cinta debe
15 enfriarse lo suficiente para evitar pegamentos y al mismo tiempo mantenerla lo bastante caliente para evitar la rotura irregular y astillado, que dan lugar a una falta de uniformidad y finuras de los gránulos.

La presente patente tiene por objeto un procedimiento mejorado de granulación de polímeros orgánicos
20 termoplásticos molecularmente orientables, para el corte muy uniforme de gránulos dentro una amplia gama de temperaturas, sin que se produzcan esquirlas debidas a la fragilidad del polímero cortado según el proceso antes mencionado. El procedimiento de esta patente permite una producción elevada así como el empleo de una
25 cuchilla rotativa a altas velocidades.

Según el procedimiento de la presente patente el polímero orgánico se hila (en forma de filamentos separados uniformes, de sección redonda y molecularmente
30 sin orientar), en un baño acuoso o en un líquido inerte.



Luego, los filamentos sumergidos, se reúnen poniéndolos en contacto lado a lado en uno o más grupos, de manera que formen una cinta, mientras todavía están a una temperatura dentro de la gama plástica, como ya se ha definido anteriormente, pero no hasta que la superficie de los filamentos se ha enfriado por debajo de la temperatura de "soldadura", a saber, la temperatura a la cual empieza la fusión dando lugar inmediatamente a una unión entre los filamentos en todas las áreas adyacentes.

El líquido de enfriamiento absorbe calor de la superficie de la cinta de filamentos resultantes, manteniendo, por lo menos, la mayor parte de dicha superficie, por debajo de la temperatura de "soldadura"; pero el calor que irradia desde los núcleos de los filamentos, mantiene a las superficies laterales en contacto, dentro de la gama plástica de temperaturas, por ejemplo dentro de una zona de temperaturas en la que puede aparecer una deformación permanente de la superficie del polímero, bajo la presión lateral ejercida al reunir los filamentos recién hilados, dentro del tiempo durante el cual se mantienen los filamentos en contacto antes de ser cortados.

El avance de los filamentos a través del líquido de enfriamiento sigue, por lo menos, hasta que la cinta se ha solidificado formando una estructura unida preferiblemente hasta que la temperatura de los puntos de contacto de los filamentos ha descendido por debajo de la gama plástica. Preferiblemente la temperatura promedio permanece por encima del punto de ebullición del líquido refrigerante, que luego se evaporará de los granulos acabados.



De este modo se forma una unión lateral en los puntos de contacto entre los filamentos individuales, con una resistencia que depende: de la temperatura promedio de los filamentos y del tiempo que se les deja en contacto (o sea del tiempo de enfriamiento, entre extrusión y reunión); de la presión lateral ejercida en la reunión de filamentos; y del tiempo de contacto de los filamentos mientras están en la gama plástica de temperatura.

La cinta de filamentos resultante es arrastrada a través de un par de rodillos de alimentación, y el extremo en movimiento de la cinta es cortado por una cuchilla preferiblemente de acción rebanadora, por ejemplo una cuchilla rotativa a elevada velocidad. La velocidad de los rodillos de alimentación puede coordinarse con la cantidad de filamentos extruída de forma que no se de lugar a una tensión que orientara molecularmente los filamentos por estiraje. Los filamentos sin orientar, se cortan y rompen mejor que los filamentos orientados, por consiguiente debe evitarse la orientación.

El golpe de la cuchilla rompe las uniones laterales entre los filamentos individuales, al mismo tiempo que los corta transversalmente dando lugar a la formación de los gránulos. Debido a que los filamentos están adheridos lateralmente, al menos hasta su paso a través de los rodillos de alimentación, se solventa el problema de una alimentación desigual de filamentos individuales al cortador.

No es necesario que todos los filamentos se adhieran lateralmente a lo largo de la longitud total de la cinta que emerge del baño de enfriamiento, es suficien-



te que haya uniones laterales a intervalos tales que mantengan la integridad de la cinta hasta su paso a través de los rodillos de alimentación. Los filamentos deben mantener substancialmente su individualidad a lo largo de su longitud y deben estar unidos de manera suficientemente débil, para formar gránulos uniformes cuando se les corta. Es fácil, en el procedimiento de esta patente, ajustar la temperatura del líquido de enfriamiento, la fuerza de reunión y el tiempo de contacto con el líquido de enfriamiento, antes y después de la reunión, para la obtención de una cinta de filamentos adheridos que reúna las características antes mencionadas.

Los dibujos que se acompañan ilustran el procedimiento de la presente patente.

La figura 1 es una vista lateral esquemática de un aparato apropiado para llevar a cabo dicho procedimiento y la figura 2 es una vista en planta del mismo aparato.

En dichos dibujos, el proceso se lleva a cabo como sigue: el polímero fundido es extruido desde un reactor -1- a través de los orificios -2- de la hilera -3-. Puede usarse una fila única de orificios que formen una banda de filamentos, pero si se desea, y de acuerdo con el procedimiento de esta patente, pueden usarse dos o tres filas de orificios.

Los filamentos -4- penetran en el baño de enfriamiento -5-, pasando alrededor de la varilla guía -6-, situada en un punto en donde la superficie de los filamentos se ha enfriado ya por debajo de la temperatura de "soldadura".

Desde la varilla guía -6- los filamentos avanzan



a través del baño de enfriamiento hacia la varilla de
reunión -7- en forma de portal o de U invertida. La po-
sición de la varilla -7- puede ajustarse a lo largo de la
longitud del baño de enfriamiento, así como también la
5 separación entre las varillas laterales -8-. La presión
por encima y por debajo de la cinta de filamentos duran-
te su reunión, se ajusta mediante la varilla guía -9-
asociada a la varilla de reunión -7- a corta distancia en
la trayectoria de avance de los filamentos. En el dibu-
10 jo sigue a la varilla de reunión, pero también la puede
preceder.

Los filamentos avanzan a través del líquido de
enfriamiento hasta que se solidifican en una estructura
ligada en forma de cinta. En los dibujos la trayectoria
15 de avance de los filamentos incluye una canaleta -11- que
puede moverse a lo largo del baño de enfriamiento para va-
riar la longitud de la trayectoria de los filamentos a
través del líquido de enfriamiento después del punto de
reunión. Alternativamente puede usarse una varilla guía
20 dispuesta más allá de la varilla de reunión y similar a la
varilla guía -6-, para fijar la longitud de la trayecto-
ria de la cinta -12-, de filamentos adheridos, en el lí-
quido de enfriamiento después del punto de reunión.

La cinta solidificada pasa a través de los rodi-
25 llos de alimentación -13- en el cortador -14- que puede
ser del tipo usual, por ejemplo un cortador rotativo. El
golpe de la cuchilla rebana el extremo de la cinta que
avanza y corta una tira que se deshace en gránulos bajo
la fuerza del golpe cortante. Los gránulos que permane-
30 cen adheridos unos a otros pueden separarse fácilmente,



cuando la operación se controla apropiadamente, por ejemplo mediante un corto volteo o giro u operación semejante.

El procedimiento de la presente patente puede controlarse fácilmente. Una variable de fácil ajuste y de influencia dominante es el tiempo de contacto de los filamentos con el baño antes del punto de su reunión, dicho tiempo puede denominarse tiempo de enfriamiento. Bajo condiciones apropiadas de manipulación los extremos de los filamentos individuales que forman la cinta, caen totalmente o en gran parte separados en forma de gránulos, cuando se corta la cinta. Dado el caso de que una proporción considerable de estos gránulos permanezcan adheridos después del corte, se alarga el tiempo de enfriamiento moviendo la varilla de reunión más lejos de la hilera o placa de extrusión, manteniéndose las mismas temperaturas de extrusión, velocidad de extrusión y temperatura del baño de enfriamiento. Este ajuste es efectivo; no es, sin embargo, indebidamente delicado y usualmente puede ser dejado sin cambio aunque pueda haber menores variaciones en las condiciones operativas.

Recíprocamente, si el tiempo de enfriamiento (endurecimiento) es demasiado largo, los filamentos individuales pueden llegar a separarse de la estructura acintada, frente a los rodillos de alimentación del cortador, y preponderarán a buclarse y cruzarse por encima, produciéndose una alimentación irregular o descentramiento de los rodillos de alimentación. Esta condición exige un menor tiempo de enfriamiento, que se consigue trasladando la varilla de reunión más cerca de la hilera o placa de extrusión. Con el baño acuoso a la temperatura ordinaria

22 MAR. 1956



- 8 - 257014

del agua, de 10° a 25° C, el tiempo de enfriamiento suele ser de 1 a 2 segundos.

La presión lateral de reunión debe ser suficiente para que el conjunto de filamentos individuales adquiera la forma de una cinta. Esta cinta puede consistir de una sola fila o hilera de filamentos, aunque si se desea puede tener el espesor de dos o tres filas. El número de filas viene dado fijando el ancho de la varilla de reunión igual al ancho de la cinta formada cuando los filamentos recién hilados están en contacto ligero, lado a lado, en el deseado número de filas. Al aumentar la velocidad de recogida del cortador, los filamentos tenderán a adelgazarse a su salida de la hilera o placa en estado fundido, reduciéndose sus diámetros y el ancho de la cinta formada. Ello puede compensarse aumentando la presión de extrusión de forma que los filamentos salgan de los orificios de la hilera con un diámetro deseado, avanzando uniformemente sin hacinarse debajo de la hilera de extrusión.

Los siguientes ejemplos ilustran sin carácter limitativo, el procedimiento de la presente patente.

EJEMPLO 1.

Bajo una presión de dióxido de carbono de 1.19 kg/cm², se hiló policaprolactama fundida, molecularmente orientable, en forma de varillas o filamentos redondos hacia un baño acuoso, desde una tobera cilíndrica horizontal transversalmente dispuesta con respecto al baño acuoso y provista en su lado inferior de una fila de 50 orificios redondos. Dichos orificios tenían un diámetro de unos 2,3 mm. y estaban distanciados unos de otros unos



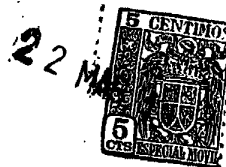
6,3 mm. Empleando dos y tres filas de orificios en lugar de una, se obtenía una mayor producción y, generalmente, una mejor manipulación a través del cortador. El número apropiado de orificios por fila era de 25 a 75.

5 Ventajosamente, se daba a los orificios la forma externa de pirámide o cono de unos 1,5 mm. de altura.

El tanque o artesa para el baño acuoso, tenía una tubería rebosadero cerca de un extremo y un canalote de alimentación al extremo alejado de la tobera o placa de extrusión.

La temperatura de la caprolactama fundida era de unos 250°C. La superficie del baño acuoso de enfriamiento estaba unos 12,5 mm. por debajo de la cara de la tobera. La temperatura del baño acuoso de alimentación era de unos 15°C y la temperatura del baño en la artesa era de unos 20°C. La primera varilla guía en contacto con los filamentos estaba dispuesta unos 20 cm. por debajo de la superficie del baño de enfriamiento; en dicho punto la superficie de los filamentos ya se había empezado a endurecer, por enfriamiento por debajo de la temperatura de "soldadura" de unos 215°C.

La varilla de reunión se dispuso a 56 cm. de la varilla guía. La temperatura promedio de los filamentos al pasar por debajo de la varilla de reunión era de unos 200°C. Las varillas laterales estaban separadas por una distancia igual a la suma de los diámetros de los filamentos, por ejemplo, de unos 7,6 cm. Las superficies de contacto de los filamentos a esta temperatura, estaban dentro la gama plástica de temperaturas. Los filamentos se pegaron unos con otros en las áreas de contacto



mútuo pero no se pegaban a un buen conductor en contacto con un líquido de enfriamiento tal como el baño de enfriamiento. Las varillas guía y de reunión antes mencionadas estaban hechas de metal, con lo que se evitó que los filamentos se pegaran a ellas.

La varilla guía horizontal asociada a la varilla de reunión, estaba colocada en el baño de enfriamiento, unos 2,5 cm. más allá de ésta y ligeramente más elevada que su parte inferior, dando lugar ambas a la formación de una cinta plana de filamentos.

La cinta de filamentos salía del baño de enfriamiento y pasaba hacia arriba, por una canaleta de unos 4,5 m. de longitud, a una velocidad de unas 24m/min hacia los rodillos de alimentación, con lo que el tiempo de enfriamiento entre extrusión y reunión fué de unos 2 segundos. Todos los filamentos avanzaban suave y lisamente en forma de una cinta entera a través de los rodillos de alimentación hacia un cortador de cuchillas rotativo usual girando a 1080 r.p.m.

Los golpes rebanadores de las cuchillas del cortador sobre el extremo avanzando de la cinta, daban lugar a la formación de gránulos cilíndricos de $\sim 1,6$ mm. de diámetro y 1,6 mm. de longitud. Estos gránulos estaban totalmente solidificados y libres de esquirlas y eran muy uniformes, además, estaban completamente separados unos de otros, debido a la breve acción de giro comunicada por el cortador.

La separación entre las varillas verticales laterales de la varilla de reunión, se ajustó de forma que todos los filamentos mantuvieran entre sí un ligero con-

257014

22 MAR



tacto, lado a lado, formando una cinta. La distancia entre la primera varilla guía y la varilla de reunión se ajustó con relación a la temperatura del baño de enfriamiento y la velocidad de avance de los filamentos, de forma que la cinta emergente mantuviera su integridad al atravesar los rodillos de alimentación, mientras a la vez se mantenía substancialmente la identidad individual de todos los filamentos por toda la longitud de la cinta, a fin de evitar la formación de una cinta rugosa. La adhesión lateral de un filamento cualquiera a los dos contiguos, estaba interrumpida a intervalos desiguales, sin que ello afectara a la estructura de la cinta entera. Las uniones laterales entre los filamentos de la cinta al aproximarse ésta a los rodillos de alimentación podían ser rotas por la súbita torsión producida por la acción de rebanado de las cuchillas del cortador rotativo, fijadas formando un pequeño ángulo, por ejemplo de 1º, con la línea transversal a través de la cinta de filamentos, por lo que los filamentos se cortan en sucesión en vez de simultáneamente.

EJEMPLO 2.

Usando el aparato descrito en el ejemplo 1, bajo una presión de dióxido de carbono de 2,38/cm², se hiló policaprolacta fundida, molecularmente orientable, desde una tobera rectangular horizontal, transversalmente dispuesta con respecto al baño acuoso. Esta tobera tenía en su cara inferior dos filas de 25 orificios redondos cada una y de forma externa piramidal. Los orificios tenían un diámetro de 6 mm y estaban separados entre si 6 mm.

Los filamentos o varillas extruídas, algo adel-

22 MAR



gazadas al avanzar desde la tobera, pasaban hacia abajo y por debajo de una varilla guía dispuesta unos 20 cm. por debajo de la superficie del baño acuoso de enfriamiento. En este punto algunos filamentos se movían juntamente en 2 bandas pero la mayoría se extendía, más o menos al azar, en una banda única. La varilla de reunión distanciada 40 cm. de la varilla guía, reunió los filamentos en una cinta de 12,7 cm. de ancho, cooperando con una varilla horizontal dispuesta unos 7,6 cm. más allá de ella y ligeramente más arriba que su parte inferior, para conducir los filamentos en forma de una cinta de dos bandas, cuando pasaban por debajo de la varilla de reunión y sobre la varilla horizontal. La velocidad de avance de la cinta era de ~ 45 m/min. El tiempo de enfriamiento entre la extrusión y reunión de los filamentos fué de aproximadamente 1 segundo.

La cinta, igual a la del ejemplo 1, excepto que estaba formada por 2 gruesas bandas, alimentó mediante rodillos un cortador usual de cuchillas rotativas, girando a una velocidad de 1300 r.p.m. Esta operación de corte seguida por una breve operación de volteo, produjo granulos cilíndricos separados, parecidos a los del ejemplo 1, de 25 mm. de largo y 5 mm. de diámetro.

Las dimensiones del aparato y los valores de otras variables dados en los ejemplos precedentes, pueden variarse dentro de límites razonables. Por ejemplo, la distancia entre orificios puede ser de 0,8 mm. a 12,5 mm; y la velocidad de extrusión de los filamentos puede variar dentro unos límites tales como de 3m/min hasta 60 m/min y más.



5 Cuando el polímero a granular es la policaprolactama, la temperatura de extrusión será como mínimo de unos 210°C, pudiéndose elevar hasta 300°C. Una gama preferida es de 225°-275°C. La temperatura del baño acuoso de enfriamiento puede estar comprendida entre 0°C y 90°C. La temperatura de las superficies de contacto de los filamentos de caprolactama en la varilla de reunión debe estar por debajo de la temperatura de soldadura de unos 215-225°C.

10 La temperatura promedio de los filamentos debe estar en la gama plástica a fin de formar una cinta de filamentos mantenidos juntos por uniones laterales débiles, mientras que esencialmente se preserva la identidad individual de todos los filamentos. En general la temperatura promedio de los filamentos cuando se reúnen deben estar por debajo pero dentro 50°C de la temperatura de fusión. Es de desear una temperatura promedio no superior a la temperatura de soldadura durante la reunión, ya que tal temperatura asegura que las superficies en contacto de los filamentos estarán generalmente por debajo de la temperatura de soldadura.

20 En el polímero de policaprolactama, la temperatura promedio de los filamentos durante su reunión, estará preferiblemente comprendida entre 190°C y 210°C.

25

N O T A

=====

Se reivindica como objeto de esta patente:

- 1) Procedimiento mejorado para la obtención de gránulos de polímeros termoplásticos, molecularmente orientables, caracterizado por comprender: extrusión de fila-

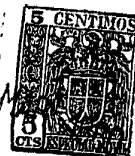
22 MAR



mentos separados, redondos, esencialmente uniformes y molecularmente sin orientar a partir de una masa fundida de dichos polímeros, paso de dichos filamentos a través de un líquido inerte de enfriamiento; enfriamiento de la superficie de dichos filamentos a una temperatura por debajo de la temperatura a la cual aparece la fusión y se desarrolla inmediatamente la coalescencia entre las superficies de contacto de los filamentos, pero conservándose la temperatura promedio en la gama en la cual los filamentos se adhieren entre si pero mantienen su identidad individual; luego reunión inmediata de dichos filamentos, en contacto lado a lado en forma de una cinta en la que cada filamento mantiene su identidad individual a lo largo de su longitud; continuar el enfriamiento de la superficie de la cinta excepto las superficies laterales de contacto de los filamentos, en una razón que permita solidificarse la cinta en una estructura conectada; luego pasar la cinta, bajo tensión no orientadora, hacia un rotor que corte el extremo libre de la cinta y rompa las porciones cortadas en gránulos separados en las uniones laterales entre los filamentos.

2) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que: el polímero usado es policaprolactama; la extrusión se efectúa a una temperatura comprendida entre 210°C y 300°C; el líquido de enfriamiento es agua a una temperatura de 0°-90°C; y los filamentos se reúnen después de un tiempo de enfriamiento de 1 a 2 segundos entre la extrusión y la reunión.

3) Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que los filamentos son extruídos desde 2



filas de orificios espaciados de 0,8 mm. a 12,7 mm; los filamentos se reúnen en una cinta de 2 bandas de espesor; y la temperatura promedio de los filamentos cuando se reúnen es de 200°C.

5

4) Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que la temperatura del líquido de enfriamiento, la fuerza de reunión y el tiempo de contacto con el líquido de enfriamiento se interajustan de manera que la adhesión lateral de un filamento con el siguiente en la cinta que se acerca a los rodillos de alimentación, es interrumpida a intervalos desiguados pero todos los filamentos están lateralmente unidos en una cinta de estructura íntegra.

10

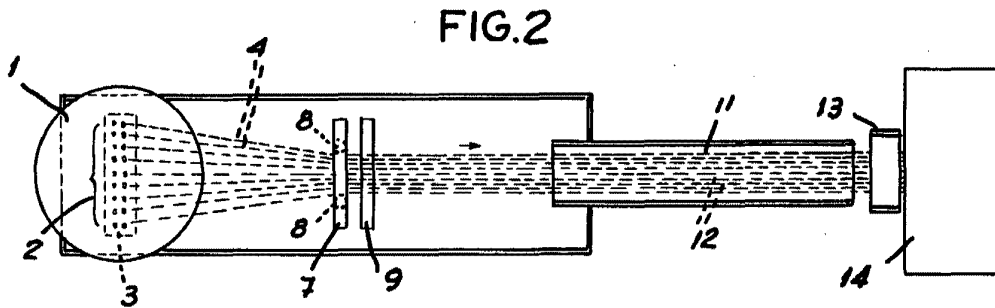
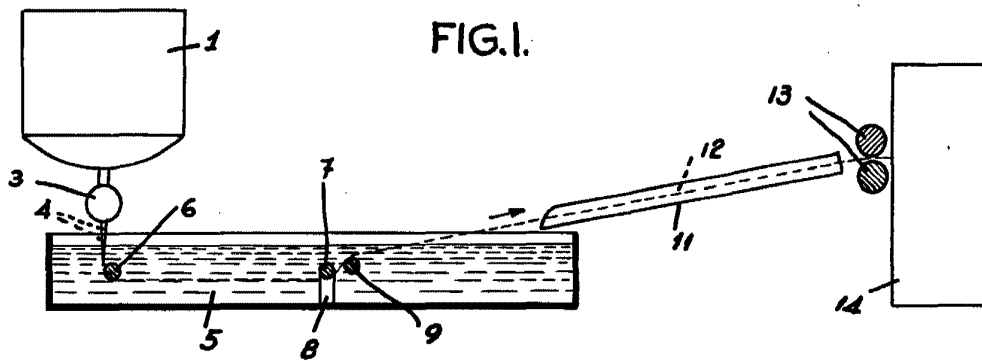
15

5) Procedimiento mejorado para la obtención de gránulos de polímeros termoplásticos.

Esta memoria consta de quince páginas escritas por una sola cara.

BARCELONA, 22 de Marzo de 1960.

P. A.



JOSÉ M. SOLÍS
S. P.

