

PATENTE DE INVENCION

=====
I.C.I. Case No.P. 17080.
=====

304857



Memoria Descriptiva

sobre

" PROCEDIMIENTO DE PRODUCCION DE PELICULAS ORIENTADAS "

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres Inglaterra.

=====

La presente invención se relaciona con película termoplástica y más particularmente con película estirada.

Hemos descubierto la posibilidad de obtener nuevos materiales atractivos orientando peli-

5.



culas formadas a partir de ciertos polímeros derivados del anhídrido maleico.

- De acuerdo con la presente invención, proporcionamos una película de un copolímero de anhídrido maleico y una olefina, tal como más adelante se define, que ha sido orientada por estirado. Este puede efectuarse en una dirección o en dos mutuamente perpendiculares en el plano de la película.
- 5.
10. Cuando la orientación es uniaxial (es decir, en una dirección solamente en el plano de la película), ello se muestra por birrefringencia en el plano, medida como la diferencia de los valores medios de los índices de refracción en cualesquiera dos direcciones en ángulo recto en el plano de la película.
- 15.
20. Cuando la orientación es biaxial (es decir, en dos direcciones sustancialmente normales entre sí en el plano de la película), ello se muestra por birrefringencia fuera del plano, que es la diferencia de los índices de refracción entre el valor medio para el plano y el valor medio normal al plano. Nuestras preferidas películas uniaxialmente orientadas tienen resistencias tensiles a la rotura en la dirección de orientación de 703'1 kilos por centímetro cuadrado y más, y nuestras preferidas películas biaxialmente orientadas tienen resistencias tensiles a la rotura en cualquier dirección en el plano de la película de 703'1 kilos /centímetro ² por lo menos.
- 25.
- 30.



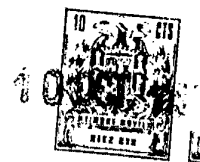
- La película biaxialmente orientada muestra preferiblemente poca o ninguna birrefringencia en el plano, indicando que la orientación en cada dirección en el plano es sustancialmente la misma. Tal película tendrá normalmente una relación entre las resistencias tensiles a la rotura en cualesquiera dos direcciones en ángulo recto en el plano de la película no superior a 1,3:1
- 5.
10. Preferiblemente, la película uniaxial o biaxial de nuestra invención es fraguada por calor de manera que tenga una contracción lineal no superior al 6 % y más preferiblemente no superior al 1 % cuando se calienta durante un minuto a 120°C.
- 15.
20. Por copolímero de anhídrido maleico y una olefina queremos indicar el producto sólido de la polimerización de anhídrido maleico con una olefina que sea un hidrocarburo monoetilénicamente insaturado que tenga de 4 a 10 átomos de carbono, seleccionado del grupo consistente en alquenos y etilenos 1,1-dialquil-sustituídos; ejemplos son el isobuteno, 2-metil buteno-1, 2-metil pentano-1, 2-metil exeno-1, 2-metil octeno-1, estireno y alfa-metil-estireno. Estos copolímeros se consideran que tienen estructuras en las que alternan residuos de anhídrido maleico con residuos de olefinas y por consiguiente contienen cantidades aproximadamente equimolares de anhídrido maleico y olefina. Incluimos también dentro del término
- 25.
- 30.



- "copolímero de anhídrido maleico y una olefina"
- copolímeros en los que hasta la mitad de los residuos de olefina y anhídrido maleico presentes en el copolímero son sustituidos por unidades de
5. uno o más de otros monómeros copolimerizables que pueden incluir otras olefinas. En tales casos, no pueden sustituirse por otras unidades más de la mitad de los residuos de olefina presentes ni más de la mitad de los residuos de anhídrido maleico presentes.
10. Ejemplos particulares de nuestros copolímeros son (1) los de anhídrido maleico con isobuteno, con 2-metil buteno-1, con 2-metil penteno-1, con estireno y con alfa-metil-estireno; (2) tercopolímeros de anhídrido maleico con isobuteno y (como tercer monómero) (a) una olefina que no sea isobuteno y tenga de 3 a 14 átomos de carbono, tal como propileno, buteno-1, 2-metil penteno-1, 2-metil buteno-1, 2,4,4-trimetil penteno-1, estireno, alfa-metil estireno, indeno y estilbena, (b) maleimida
15. o un derivado N-sustituido de la misma, por ejemplo una maleimida N-hidrocarburo-sustituida, tal como maleimidas N-alquílicas, N-arílicas, N-alcarílicas ó N-aralquílicas, en las que el grupo hidrocarburo contiene de 1 a 18 átomos de carbono y en las que
20. el término alquilo incluye cicloalquilo; ejemplos son metilo, etilo, propileno, butilo isómero, amilo isómero, n-exilo, n-eptilo, 2-etil exilo, n-octilo, decilo, tridecilo, octadecilo, fenilo, naftilo, xililo, tolilo, cresilo, fenilo p-etílico,
25. bencilo, cicloexilo y ciclooctilo. Derivados sus
- 30.



- tituidos de estos radicales hidrocarburos pueden emplearse también en los que uno o más de los átomos de hidrógeno ligados al hidrocarburo alifático pueden ser sustituidos por átomos de halógeno (por ejemplo flúor, cloro, bromo, yodo) y/o uno o más de los átomos de hidrógeno ligados a los átomos de carbono aromáticos pueden ser sustituidos por átomos de halógeno (por ejemplo, flúor, cloro, bromo, yodo), grupos nitros, grupos nitrilos y grupos que tengan la estructura $-OR$, $-SR$, $-N \begin{matrix} R' \\ R \end{matrix}$, $-NHCOR$, $-CONHR$, $-COOR$ y $-O.COR$, donde R y R' son seleccionados, cada uno de ellos, del grupo consistente en átomos de hidrógeno, grupos alquilos (que tengan generalmente de 1 a 4 átomos de carbono) y grupos aromáticos que tengan hasta siete átomos de carbono. Sin embargo, es preferible que no haya sustitutivos que tengan un átomo de hidrógeno reactivo, puesto que aquellos pueden obstaculizar la fabricación del polímero; ejemplos de tales sustitutivos son $-OH$, $-SH$, NH_2 y $-COOH$. Ejemplos adecuados sustitutivos de esta clase son clorometilo, bromometilo, diclorometilo, yodometilo, clorofenilo, 2,4,6-tribromofenilo, nitrofenilo, p-fenoxifenilo, p-metoxifenilo, p-dimetilaminofenilo y p-(N,N'-dimetilamino)fenilo; (c) éteres vinil-alquílicos en los que el grupo alquilo tiene de 1 a 8 átomos de carbono, por ejemplo éter vinil-metílico, éter vinil-etílico y éter vinil-2-etil-exílico; (d) ésteres alquílicos C_{1-8} de ácidos maleico y fumárico; (e) ésteres alquílicos C_{1-8} de ácidos acrílico y metacrílico; (f) nitrilos de ácidos monoetilénicamente
5. ejemplo flúor, cloro, bromo, yodo) y/o uno o más de los átomos de hidrógeno ligados a los átomos de carbono aromáticos pueden ser sustituidos por átomos de halógeno (por ejemplo, flúor, cloro, bromo, yodo), grupos nitros, grupos nitrilos y grupos que tengan la estructura $-OR$, $-SR$, $-N \begin{matrix} R' \\ R \end{matrix}$, $-NHCOR$, $-CONHR$, $-COOR$ y $-O.COR$, donde R y R' son seleccionados, cada uno de ellos, del grupo consistente en átomos de hidrógeno, grupos alquilos (que tengan generalmente de 1 a 4 átomos de carbono) y grupos aromáticos que tengan hasta siete átomos de carbono. Sin embargo, es preferible que no haya sustitutivos que tengan un átomo de hidrógeno reactivo, puesto que aquellos pueden obstaculizar la fabricación del polímero; ejemplos de tales sustitutivos son $-OH$, $-SH$, NH_2 y $-COOH$. Ejemplos adecuados sustitutivos de esta clase son clorometilo, bromometilo, diclorometilo, yodometilo, clorofenilo, 2,4,6-tribromofenilo, nitrofenilo, p-fenoxifenilo, p-metoxifenilo, p-dimetilaminofenilo y p-(N,N'-dimetilamino)fenilo; (c) éteres vinil-alquílicos en los que el grupo alquilo tiene de 1 a 8 átomos de carbono, por ejemplo éter vinil-metílico, éter vinil-etílico y éter vinil-2-etil-exílico; (d) ésteres alquílicos C_{1-8} de ácidos maleico y fumárico; (e) ésteres alquílicos C_{1-8} de ácidos acrílico y metacrílico; (f) nitrilos de ácidos monoetilénicamente
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- insaturados, por ejemplo acrilonitrilo y metacrilonitrilo; (g) anhídridos de ácidos dicarboxílicos etilénicamente insaturados, tales como anhídrido itacónico y anhídrido citracónico; y (h) -
5. derivados halógeno-sustituídos de estireno; (3) tercopolímeros de anhídrido maleico con 2-metil pentano-1, ó 2-metil buteno-1 y (como tercer componente) un compuesto monoetilénicamente insaturado seleccionado de cualquiera de los grupos (a) a
10. (h) anteriores y diferente del segundo monómero elegido.

- Nuestros preferidos copolímeros son los que contienen cantidades sustancialmente equimolares de anhídrido maleico y 2-metil pentano-1,
15. los que contienen cantidades sustancialmente equimolares de anhídrido maleico y 2-metil buteno-1 y tercopolímeros que contienen aproximadamente un -
- 50 % molar de anhídrido maleico, por lo menos un 25 % molar de isobuteno y hasta un 25 % molar de
20. 2-metil penteno-1, 2-metil buteno-1, indeno o -
- estilbeno o hasta un 6 % molar de propileno o buteno-1. Tales copolímeros se describen en general en nuestras copendientes solicitudes relacionadas Nos.14353/62 y 22970/62 y copendiente Solicitud
25. No. 24282/62.

- Los polímeros pueden prepararse por calentamiento de los comonomeros en la masa fundida o, preferiblemente, en presencia de un disolvente inerte y de un iniciador de radical libre,
30. particularmente un peróxido tal como de -



- lauroilo o de benzoilo. El medio de polimerización estará preferiblemente exento de agua, que puede hidrolizar el anhídrido maleico, efectuándose preferiblemente la polimerización bajo una atmósfera inerte. El producto crudo de la polimerización ha de tratarse cuidadosamente para liberarlo de todo vestigio de anhídrido maleico, cuya presencia crea generalmente dificultades en el prensado o extrusión de la película, y ha de secarse luego minuciosamente. Con esto queremos indicar que ha de mantenerse durante algunas horas o incluso días a elevadas temperaturas en una corriente de aire o en vacío. El simple calentamiento en un horno ha resultado ser insuficiente, particularmente cuando el producto ha de someterse a extrusión.
- 5.
 - 10.
 - 15.

- El grado de polimerización será preferiblemente tal que los copolímeros tengan pesos moleculares equivalentes a reducidas viscosidades de 0,7 por lo menos, medidas sobre una solución de 1 g del copolímero en 100 ml de formamida dimetilica a 25°C. Más particularmente, preferimos tercopolímeros de anhídrido maleico con isobutano y otro monómero que tenga una reducida viscosidad de 0,7 a 1,0, y copolímeros de anhídrido maleico con 2-metil pentano-1 ó 2-metil buteno-1 que tengan una reducida viscosidad de 0,7 por lo menos. Además hemos observado que para facilidad de fabricación es preferible usar copolímeros que tengan una viscosidad en estado de fusión inferior a 10^5 y preferiblemente inferior a 10^4 poises a 250°C, medida bajo una fuerza constante
- 20.
 - 25.
 - 30.



de hendimiento de 10^7 dinas/cm².

- Pueden prepararse películas a partir de nuestros copolímeros especificados mediante - cualquier procedimiento normalmente usado en el
5. arte de la configuración de material termoplástico; métodos adecuados incluyen el prensado mediante moldeo por comprensión, extrusión de masa fundida o fundición a partir de una solución del copolímero en un disolvente adecuado. Cuando la película
10. se forma a partir del copolímero por moldeo o extrusión, se requieren generalmente temperaturas de 240 a 270°C para obtener el material en forma suficientemente móvil y, a fin de reducir la posibilidad de que los ^{co-}polímeros se degraden a tales
15. temperaturas, puede ser preferible añadir un estabilizador tal como un ácido sulfónico orgánico no volátil o un compuesto no volátil que produzca tal ácido; por ejemplo, mediante hidrólisis o descomposición térmica. Tales compuestos se describen
20. en nuestras solicitudes copendientes Nos. 19947/63 y 38972/63. Los ácidos sulfónicos aromáticos, sus ésteres y anhídridos son muy adecuados en cantidades de 0,5 parte aproximadamente por 100 partes de copolímero. Puede ser también deseable incluir en
25. la composición formadora de película otros ingredientes tales como estabilizadores U.V., lubricantes y agentes desprendedores del molde.

- Las condiciones de estirado deben - elegirse teniendo en cuenta las características
30. físicas del polímero usado, en particular su com-



- portamiento en cuanto a reblandecimiento y su viscosidad en estado de fusión. Estas características son grandemente influenciadas por la elección y cantidades de los monómeros que constituyen el copolímero. A fin de obtener orientación, las películas deben estirarse a una temperatura que sea suficientemente elevada para permitir la movilidad de las cadenas polímeras, pero al mismo tiempo, suficientemente bajas para asegurar que no ocurra flujo. Los límites de temperatura dentro de los cuales se producirá la orientación variarán con la elección de copolímero, pero el límite inferior es generalmente de unos 150°C, mientras que el superior es de 200°C aproximadamente. Pueden emplearse temperaturas situadas algo fuera de estos límites si se desea, pudiendo producirse un pequeño grado de orientación, dependiendo del grado de estirado a que se someten las películas. Sin embargo, al reducirse la temperatura por debajo del límite inferior, puede ocurrir un estrechamiento y la formación de vacíos en las películas. Por otra parte, al aproximarse la temperatura de la operación a 200°C y superiores, ocurrirá un flujo, en detrimento de la orientación.
5. Las películas de nuestros copolímeros especificados pueden estirarse por cualesquiera procedimientos adecuados; el método usado depende en gran parte del procedimiento usado para formar la película. Por ejemplo, una película configurada por extrusión a través de un orificio en forma
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- de ranura puede enfriarse y pasarse a través de dos conjuntos de rodillos prendedores, de los cuales gire el último más aprisa que el primero. El grado de orientación dependerá de las relativas velocidades de rotación de los dos grupos de rodillos y de la temperatura de la película, Este procedimiento consigue el estirado solamente en una dirección y la solidez de la película se incrementa exclusivamente en esa dirección. Cuando se desee conseguir un estirado en dos direcciones, el estirado en cada dirección puede ser sucesivo o simultáneo. Cuando se desee efectuar el procedimiento sucesivo, es preferible mantener la película a la temperatura usada para estirar entre los procedimientos de estirado longitudinal y lateral. Un método adecuado consiste en la extrusión de la película a través de un orificio en forma de ranura, estirarla longitudinalmente mediante un sistema de rodillos prendedores y estirarla luego lateralmente por medio de pares de abrazaderas que se fijan a los bordes de la película y que se disponen de modo que se aparten al dirigirse hacia adelante la película, Esta puede calentarse durante las operaciones de estirado - pasándola sobre un rodillo calentado o por medio de gases inertes calientes, o líquidos, o mediante calentamiento infrarrojo. Un método conveniente de orientación de una película en dos direcciones simultáneamente consiste en la extrusión del polímero fundido a través de un orificio anu-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- lar para formar un tubo y estirar éste longitudinalmente por aplanamiento del mismo y paso a través de dos conjuntos de rodillos de contacto, girando el segundo más aprisa que el primero. El tubo es -
5. estirado simultánea y radialmente por presión interna creada dentro del mismo entre los dos conjuntos de rodillos de contacto. La presencia del primer conjunto de rodillos de contacto evita también que el punto de expansión se desplace hacia -
10. atrás a una posición en la que el tubo, después de la extrusión, se encuentra todavía a una temperatura a la que ocurriría un flujo en detrimento de la - orientación.

- Otro método para conseguir un estirado simultáneo en dos direcciones consiste en la -
15. extrusión de la película por un orificio en forma de rendija, su enfriamiento y retención de cada lado de la película enfriada mediante una serie de pares de abrazaderas. Luego se llevan las abrazaderas a lo largo de una trayectoria tal que las de -
20. cada par diverjan lateralmente entre sí y la distancia entre pares adyacentes se incrementa también, estirándose así la película lateral y longitudinalmente, En la descripción de la patente británica No. 746.386 se expone un aparato adecuado.
- 25.

- Las películas orientadas de nuestra invención poseen una perfeccionada tenacidad y resistencia tensil, son menos quebradizas y en general muestran mayor resistencia al ataque de disolventes y otros productos químicos que las películas
- 30.



sin estirar. En general, hay una insuficiente mejora en las propiedades de una película estirada menos de 1,1 veces su longitud original, pero desde esa cifra hacia arriba la resistencia tensil

5. aumenta normalmente con el estirado, aunque esto depende en cierto modo de la relación de estirado empleada (como es bien sabido en el arte). Las relaciones de estirado superiores, más allá de las cuales se obtiene poca o ninguna mejora adicional, variarán con la elección de polímero y las condiciones de formación de la película; hemos obtenido útiles resultados a relaciones de estirado de hasta

10. 8:1.

Las películas de esta invención tienen

15. un gran número de usos. Pueden revestirse de capas termoplásticas de sellado térmico o de capas deslizantes o bien pueden emplearse en forma sin revestir. Las películas pueden fraguarse o no térmicamente. En forma no fraguada pueden emplearse para envoltura

20. de contracción térmica y aplicaciones análogas. El fraguado térmico puede efectuarse calentando la película a una temperatura de 20°C aproximadamente por debajo de su temperatura de reblandecimiento, con o sin contracción permitida, según se desee.

25. Nuestras especificadas películas uni y biaxialmente orientadas pueden emplearse en muchos de los fines para que se han usado las películas de polietileno, celulósicas, de copolímeros de cloruro de vinilideno y tereftalato de polietileno; particularmente pueden utilizarse en grosores de 0,00635 a

30.



- 0,508 milímetros. En efecto, el procedimiento de estirado de la película anteriormente descrito proporciona un método útil de obtención de una película muy delgada que no puede obtenerse fácilmente por extrusión debido a los problemas
5. que surgen al tratar de forzar una masa fundida muy viscosa a través de un troquel muy estrecho, o por moldeo mediante compresión debido a la variación de grosor que pueden acompañar a películas formadas por éste último método. Nuestras películas pueden emplearse, por ejemplo, para saquitos, laminados, aislamiento de transformadores, forros de ranuras, agentes desprendedores en procedimientos de moldeo (por ejemplo para estampar por calor láminas), aislamiento térmico, sustratos y embarrados para hormigón y tejas acústicas. Pueden metalizarse por técnicas de metalización al vacío o chisporroteo, imprimirse, teñirse y laminarse a otras películas tales como de polieteno, tereftalato de polietileno, cloruro de polivinilo y copolímeros de cloruro de vinilideno/cloruro de vinilo. Pueden usarse para cualquiera de los siguientes fines generales y específicos: sustitución del vidrio en ventanas resistentes a los huracanes,
 10. de invernaderos y de polleras, ventanas para recipientes y sobres, ventanas para alarmas de incendio, laminaciones con hojas metálicas para producir efectos metálicos, laminaciones con madera, papel de tejidos ó aislamiento de ranuras para motores,
 15. láminas de juntas para laminaciones a bajas
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- presiones, aplicaciones bacteriostáticas para inhibir la formación de moho, verdín o desarrollo bacteriano, barreras contra la difusión de gases (por ejemplo contra la difusión de diclorodifluorometano en sistemas refrigeradores), películas de revestimiento protector para aislamiento térmico, como lámina básica para operaciones de estampado profundo o de formación porta-etiquetas de exposición y cubiertas protectoras para lámparas de flash.
- 5.
10. La invención queda ilustrada con los siguientes ejemplos.
- Ejemplo 1:
- Se calentaron conjuntamente bajo nitrógeno 343 partes (3,5 moles) de anhídrido maleico,
15. 186 partes (3,32 moles) de isobuteno y 53,8 partes (0,77 mol) de 2-metil buteno-1, en presencia de 4 partes de peróxido de benzoilo en una mezcla disolvente 50/50 de benceno y tolueno a 75°C durante una hora, seguido de calentamiento a 90°C durante otros
20. noventa minutos. La suspensión obtenida fué filtrada y el producto sólido se lavó con éter y se secó en forma finamente dividida durante 24 horas a 100°C y a una presión absoluta de 0,01 mm de Hg, para dar unas 500 partes de un copolímero con un
25. peso molecular equivalente a una reducida viscosidad (medida en una solución de 1 g de polímero en 100 cm³ de formamida dimetílica a 25°C) de 0,7 a 0,8 aproximadamente.
30. Se prensó una muestra del polímero a 230-240°C y se enfrió para dar una película quebra-



- diza de una resistencia a la rotura de 513,2 kilos/centímetros² y un alargamiento hasta el punto de ruptura del 2 % solamente. Se calentó la película a 160°C y se estiró uniformemente en una dirección hasta una relación final de estirado de 8:1. La película estirada tenía una resistencia a la rotura en la dirección del estirado varias veces superior a la película sin estirar y exhibía también un alargamiento hasta el punto de ruptura considerablemente mayor.
- 5.
- 10.

Ejemplo 2:

- Otra muestra del polímero preparado por el procedimiento descrito en el Ejemplo 1 fué prensada a 230° - 240°C y enfriada para producir una lámina quebradiza dotada de unas propiedades similares a las descritas en el Ejemplo 1. Se produjo una ampolla con la película a 170°C, estirándola pues en dos direcciones a una relación última de estirado en cada dirección de 5,5:1 aproximadamente. La película estirada tenía una resistencia a la rotura de 2883 kilos/centímetros² en cada dirección.
- 15.
- 20.

Ejemplo 3:

- Se prepararon 2 tercopolímeros como sigue:
- 25.

- A. Se calentaron conjuntamente 1578 partes de anhídrido maleico, 929 partes de isobuteno y 253 partes de 2-metil buteno-1 bajo nitrógeno en presencia de 18,4 partes de peróxido de benzofilo en una mezcla disolvente 50/50 en volumen
- 30.



- de benceno y tolueno a 80°C durante 45 minutos, seguido de otra hora a 115°C. La suspensión así obtenida se trabajó como se describe en el Ejemplo 1 para producir 2220 partes de un material -
5. que tenía una reducida viscosidad de 0,72.
- B. Se repitió el procedimiento de A usando una mezcla disolvente 56/44 en volumen de benceno y tolueno como disolvente y un ciclo de calentamiento de 60 minutos a 80°C, seguido de
10. otros 60 minutos a 115°C. El producto tenía una reducida viscosidad de 1,03.
- Se prensaron muestras de estos polímeros en películas a 250°C usando una presión de 155 kilos/centímetro² aproximadamente, durante 4
15. minutos, empleándose en experimentos de estirado seguidamente descritos.
- Se orientaron muestras de la película prensada mediante estirado a una temperatura de 170 a 180°C usando una relación de estirado de
20. 25,4 milímetros por minuto. Los resultados se indican en la siguiente tabla:



Muestra	Relación de estirado	Fuerza de ruptura (kilos por centímetro ²)	Alargamiento
A	nil	376'1	4%
A	2:1	949	8%
B	3:1	1146	10%
A	4:1	956	8%
A	5:1	1132	8%
A	4:1 *	1139	10%
A	5:1 *	991	8%

*Estirado a 15,24 milímetros por minuto.

- También pueden producirse mediante este procedimiento películas orientadas a partir de copolímeros de anhídrido maleico y 2-metil buteno-1; anhídrido maleico y 2-metil penteno-1; anhídrido maleico, isobuteno y un 5% molar de maleimida; anhídrido maleico, isobuteno y un 5% molar de maleimida N-fenilica; anhídrido maleico, isobuteno y un 10% de éter vinil-etílico; anhídrido maleico, isobuteno y un 5% molar de fumarato dietílico;
5. anhídrido maleico, isobuteno y un 5% molar de acrilato 2-etil-exílico; anhídrido maleico, isobuteno y un 10% molar de acrilonitrilo; anhídrido maleico, isobuteno y un 5% molar de anhídrido itacónico; anhídrido maleico, isobuteno y un 10% molar de alfa-cloroestireno; anhídrido maleico, 2-metil buteno-1 y un 5% molar de estireno;
10. anhídrido maleico, 2-metil buteno-1 y un 10 molar de maleimida N-fenilica; anhídrido maleico, 2-metil penteno-1 y un 5% molar de éter vinil-isobutilico; anhídrido maleico, 2-metil penteno-1 y un 5% molar de metacri-
- 15.



lato metílico, anhídrido maleico, 2-metil buteno-1 y un 10% molar de metacrilonitrilo.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Gran Bretaña, con nº 40056/63 de 10 de octubre de 1.963 acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: sobre, " PROCEDIMIENTO DE PRODUCCION DE PELICULAS ORIENTADAS "; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.
20. 1ª.- Procedimiento de producción de - películas orientadas a partir de un copolímero de anhídrido maleico y una olefina, en la que la birrefringencia en plano de la película, medida como la diferencia de los valores medios de los índices refractivos en cualesquiera dos direcciones en ángulo recto en el plano de la película, muestra que ésta se halla sustancialmente orientada en una de dichas direcciones.
- 25.
30. 2ª.- Procedimiento de producción de - películas, biaxialmente orientadas, de un copolímero

304

7



5: de anhídrido maleico y una olefina en la que la birrefringencia de la película, medida como la diferencia de índices de refracción entre el valor medio para el plano y la normal al plano, muestra que la película está sustancialmente orientada en el plano.

10. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el copolímero es presionado, fundido con disolvente o sometido a extrusión de masa fundida en forma de película, se pone ésta a una temperatura del orden de 150 a 200°C y se estira luego en una dirección en el plano de la película, dejándose enfriar.

15. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado, porque el copolímero es prensado, fundido con disolvente o sometido a extrusión en estado de fusión en forma de película, se pone luego ésta a una temperatura del orden de 150 a 200°C y seguidamente se estira biaxial y simultáneamente en dos direcciones normales entre sí en el plano de la película, dejándose enfriar.

25. 5ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 3, caracterizado porque la película tiene una resistencia tensil a la rotura en una dirección, a 20°C, de 929 kilos/centímetro² por lo menos.

30. 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 2 y 4, caracterizado porque la película tiene una resistencia tensil en cualquier dirección en el plano de la película de 929 kilos/centímetro² por pulgada cuadrada, por lo menos.

304857

1000-84



- 7^a.- Procedimiento según la reivindicación 4^a, caracterizado, porque el copolímero es prensado, fundido con disolvente o sometido a extrusión en estado de fusión en forma de película, se pone luego ésta a una temperatura del orden de 150 a 200°C y se estira en una dirección en el plano de la película y, mientras se mantiene dentro de ese orden de temperaturas, es estirada en una segunda dirección normal a la primera en el plano de la película, enfriándose seguidamente ésta.
- 5.
- 10.
- 8^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado, porque el copolímero es de anhídrido maleico y 2-metil penteno-1, de anhídrido maleico y 2-metil buteno-1 ó de anhídrido maleico, isobuteno y hasta un 25% molar de 2-metil penteno-1, 2-metil buteno-1, indeno o estilbeno, o hasta un 6% molar de propileno o buteno-1.
- 15.
- 9^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado, porque el copolímero es de anhídrido maleico y 2-metil penteno-1 que tiene una viscosidad reducida, medida sobre una solución de 1 g del polímero en 100 ml de formamida dimetílica a 25°C, de 0,7 por lo menos.
- 20.
- 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado, porque el copolímero es de anhídrido maleico y 2-metil buteno-1 que tiene una viscosidad reducida, medida sobre una solución del 1 g del polímero en formamida dimetílica a 25°C, de 0,7 por lo menos.
- 25.
- 30.

304 857 100



5. 11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque, el copolímero es un tercopolímero de anhídrido maleico, isobuteno y hasta un 25% molar de un tercer monómero copolimerizable, que tiene una reducida viscosidad medida sobre una solución de 1 g del polímero en 100 ml de formamida dimetílica a 25°C, de 0,7 a 1,0.

10. 12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque, el copolímero tiene una viscosidad en estado de fusión inferior a 10^4 poises a 250°C, medida bajo una fuerza constante de hendimiento de 10^7 dinas por cm^2 .

15. 13.- "Procedimiento de producción de películas orientadas"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

MADRID, 10 OCT. 1961

IMPERIAL CHEMICAL
INDUSTRIES LIMITED.-

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI
S. R. L.