

16 MAR 1965

P.- 28.318

A 81361

Case 11.140/12728 JRH.(AMS)



307885

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud  
de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 7 de enero de 1.965, con el núm. 307.885

en

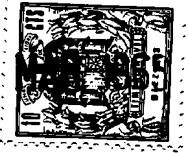
E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de PHILLIPS PETROLEUM COMPANY, entidad norteamerica-  
cana, establecida en Bartlesville, Oklahoma, Estados Unidos  
de América, por:

" UN METODO PARA EXTRUIR MATERIAL PLASTICO "

5 Este invento se refiere a la extrusión de material  
plástico. En un aspecto el invento se refiere a un aparato  
de extrusión que comprende una hilera de recorrido largo en  
que el material extruído es solidificado. En otro aspecto  
este invento se refiere a un proceso de extrusión en el que  
el material plástico extruído se solidifica antes de salir  
de la hilera. De acuerdo con otro aspecto más, el invento  
pretende la provisión de composiciones para extrusión mejo-  
radas.



5 La extrusión es una técnica utilizada frecuentemente, por ejemplo, en la producción de tubos o conductos de materiales termoplásticos tales como nylon, acetato de polivinilo, cloruro de polivinilo, y poliolefinas, por ejemplo polietileno. El procedimiento de extrusión incluye ordinariamente pasar el material a través de una hilera conformadora, luego por un baño de enfriamiento cortando a continuación en las longitudes deseadas. Sin embargo, a veces es difícil mantener superficies lisas y control preciso del tamaño y forma del producto acabado. Tales irregularidades pueden afectar bien el aspecto o la utilidad del producto acabado.

10 Un objeto de este invento es producir productos extruídos de tamaño y forma precisos y de superficie lisa. Otro objeto de este invento es producir artículos de plástico extruído de alta calidad a costo relativamente bajo. Otro objeto más es proporcionar composiciones de extrusión mejoradas.

20 De acuerdo con el presente invento se proporciona una composición de extrusión que comprende material polimérico termoplástico y desde 1/4 a 3 por ciento en peso de la composición de glicerol.

25 De acuerdo con el presente invento se proporciona también un método para extruir material plástico, que comprende forzar un fundido de dicho material a una zona de extrusión y a través de ella y mantener un gradiente de temperatura que disminuya suavemente en dicha zona a fin de solidificar dicho fundido antes de que salga de dicha zona.

30 El presente invento proporciona además un apa-



5 rato para extruir material plástico, que comprende una hilera de recorrido largo, medios para forzar material plástico en dicha hilera y a través de él, y medios para proporcionar un gradiente de temperatura que disminuya suavemente en dicha hilera para solidificar dicho fundido antes de que salga de él.

10 La longitud del recorrido de la hilera está dentro del margen de 10 a 100 veces el espesor del perfil, preferentemente dentro del margen de 20 a 60 veces. Además, de acuerdo con el invento puede utilizarse una bocina de acabado con medios para estirar el tubo desde la hilera a través de la bocina a fin de orientar el tubo biaxialmente. En una materialización los medios para forzar el material plástico en la hilera comprenden un primer impulsor, me-

15 dios para hacer que se mueva alternativamente, y un segundo impulsor accionado por una conexión de movimiento perdido con los medios que mueven en forma alternativa el primer impulsor. En otra materialización, los medios para forzar el material a través de la hilera comprenden una co-

20 nexión de junta telescópica entre la hilera y una parte estacionaria del aparato de extrusión y un vibrador conectado a la hilera. En algunos casos es ventajoso aplicar impulsos de presión directamente al fundido plástico que se fuerza dentro de la hilera. Si son aplicados al fundido

25 los impulsos puede ser utilizado un impulsor alargado, que comprende dos secciones cilíndricas separadas para reducir el volumen de fundido que debe ser comprimido para transmitir la presión al material que entra y pasa a través de la hilera.

30 Para que el invento pueda ser comprendido comple-



tamente será descrito ahora, a modo de ejemplo, con referencia a los dibujos que se acompañan en los que:

5 La figura 1 es un alzado esquemático, parcialmente en sección transversal, de un aparato de extrusión de tubo que incluye una hilera de recorrido largo, una bocina orientadora, una pulverización de agua y medios de recogida por tracción positivos;

10 la figura 2 es una sección transversal fragmentaria que representa una junta telescópica para la hilera y un vibrador unido a la hilera;

la figura 3 muestra un aparato en el que son aplicados directamente al fundido plástico impulsos de presión;

15 la figura 4 muestra un aparato diseñado especialmente para la extrusión de perfiles que tengan una relación de anchura a altura grande, siendo utilizada una pluralidad de impulsores;

la figura 4a es una sección transversal horizontal de una parte de la figura 4;

20 la figura 5 muestra una hilera de recorrido largo que tiene una entrada restringida;

la figura 6 muestra la utilización de un impulsor de alimentación alargado para reducir el fundido comprimido;

la figura 7 es una sección transversal de un aparato de extrusión de tubo;

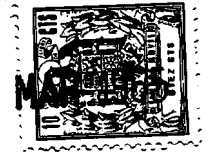
25 la figura 8 es una ilustración esquemática de un aparato de extrusión adecuado para extrusión de polímeros.

30 En el aparato mostrado en la figura 1 están soportados sobre una base 14 una hilera de recorrido largo 11, una tolva de alimentación 12, y una cruceta 13. La cruceta 13 está accionada mediante una manivela 16 movida por medios de accionamiento adecuados (no representados), y que se mueve



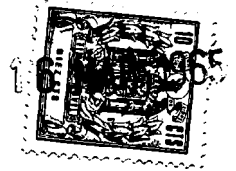
alternativamente sobre una via 17. La cruceta 13 tiene unida a ella un impulsor 18 que se extiende a través de un impulsor anular 19. El impulsor 19 tiene una abertura de alimentación 20 que está alineada con el pasaje de alimentación 21 de la tolva 12 cuando el émbolo 19 está en su posición replegada, a la derecha en la figura 1. La hilera de recorrido largo 11 comprende una sección de calentamiento 22 y una sección de enfriamiento 23. Según se representa, la sección de enfriamiento 23 incluye la envolvente de enfriamiento 24 y el serpentín de enfriamiento 25. Sin embargo, en muchos casos, se omite el serpentín de enfriamiento 25, sirviendo la diferencia de temperatura que existe naturalmente en el cuerpo de metal entre la zona de calentamiento y la zona de enfriamiento para proporcionar un gradiente de temperatura que disminuye suavemente a lo largo de la hilera. El extremo exterior de la hilera 11 se ensancha para formar un conducto con calibrador externo 26. El conducto conformador cilíndrico 27 puede estar colocado junto a la bocina de acabado 26. Los conductos de circulación de aguas de entrada y salida 28-29, 31-32, y 33-34, están conectados con el serpentín de enfriamiento 25, con la cámara de enfriamiento 24 y con el conducto calibrador cilíndrico 27, respectivamente. Está prevista una pulverización de agua 36 sobre el tubo extruido con el recipiente de recogida 37 debajo. Los medios de recogida 38 de energía de tracción positiva estiran el tubo desde el aparato transformador. Los calentadores de cartucho 30 suministran calor a la sección de calentamiento 22.

En el funcionamiento del aparato de la figura 1



se alimenta un termoplástico granular a través de la tolva 12, el paso 21, y la abertura 20. Cuando el impulsor 18 se mueve hacia adelante, hacia la izquierda en la figura 1, el plástico granular es empujado delante de él cuando el impulsor cierra la abertura 20. El impulsor continúa hacia la izquierda, empujando el plástico hacia adelante dentro de la cámara de calentamiento 22. Cuando la cruzeta 13 ha avanzado lo suficiente hacia la izquierda entra en contacto con el impulsor anular 19 comunicando así un golpe de ariete a este impulsor, haciendo que éste a su vez comunique un impulso de alta presión al material plástico que está siendo extruído. A medida que continúa el funcionamiento los granos de plástico se funden en la cámara de calentamiento 22 y el plástico fundido continúa a través de la hilera de recorrido largo 11 enfriándose gradualmente a medida que continúa, hasta que cuando el material alcanza el extremo de la hilera 11 está conformado completamente y suficientemente solidificado para mantener su forma. Cuando el tubo formado es expandido a través de la bocina de calibrado 26 y estirado hacia adelante por los medios de recogida 26, el tubo es orientado biaxialmente. La expansión del tubo en la bocina de calibrado 26 tiene lugar como resultado de la presión de fluido aplicada interiormente por cualquier medio adecuado conocido en la técnica.

En la materialización mostrada en la figura 2 el material plástico granular es alimentado desde la tolva 41, recogido por el tornillo extruídor 42, plastificado mediante trabajado o calentamiento o de ambas formas y alimentado desde el extremo del conducto extruídor 43 den-



tro de la sección de alimentación 44 de la hilera de recorrido largo 46. Unido al troquel 46 hay un vibrador 47 que puede ser accionado por medios adecuados mecánicos, neumáticos, electromagnéticos, magnetostrictivos o piezoeléctricos. Cuando la hilera 46 es vibrada, incluida la sección de alimentación 44, el extremo exterior del conducto 43 actúa como un émbolo estacionario para comunicar impulsos de presión sobre la presión de alimentación uniforme ejercida por el tornillo extruidor 42.

En el aparato de la figura 3 se alimenta plástico granular desde la tolva 51 al cuerpo cilíndrico extruidor 52 y se mueve hacia adelante mediante el tornillo extruidor 53 a la sección de alimentación 54. Un impulsor 56 está unido a una crucera 57 que es accionada mediante una manivela adecuada 58. Una hilera de recorrido largo 59 está conectada con la sección de alimentación 54 según se muestra. En funcionamiento, el material granular de la tolva 51 es recogido y movido hacia adelante por el tornillo extruidor 53 y el material es plastificado por el trabajo de este tornillo o la aplicación de calor o una combinación de las dos cosas, de modo que se alimenta un fundido de plástico desde el tubo extruidor 52 en la sección de alimentación 54. Cuando la cruceta 57 se mueve alternativamente, también se mueve alternativamente el impulsor 56 aplicando así impulsos de presión directamente al fundido de plástico en la sección de alimentación 54 para forzar el material que se está extruyendo a través de la hilera 59. Están dispuestos los calentadores 55 y la entrada 60 y salida 60a del refrigerante.

El invento es aplicable a la extrusión de una

307885



5 amplia variedad de formas de perfil y configuraciones, incluyendo barra, varilla, tubo y conducto, láminas, y perfiles irregulares. Cuando la dimensión mayor de la sección transversal es grande en comparación con la mayor dimensión en ángulo recto con ella, o cuando hay un saliente largo relativamente delgado en la sección transversal del perfil, se prefiere que se utilicen bien un impulsor alargado o una pluralidad de impulsores más pequeños. En estos casos la dimensión mayor a la que se ha hecho referencia anteriormente es considerada como la "anchura" y se hace referencia a la dimensión en ángulo recto con ella como a la "altura". La figura 4 muestra un aparato para extruir una lámina y comprende una hilera de recorrido largo, ancho 61, una tolva de alimentación 62, una pluralidad de impulsores 63 distanciados a través de la anchura de la entrada al troquel 61, y un impulsor sencillo 64, mayor que los impulsores 63, para proporcionar los impulsos de presión que son transmitidos a través de los impulsores 63 al material de alimentación. El impulsor 64 es accionado mediante una cruceta y manivela adecuadas, no representadas. Según se muestra en la figura 4a, el impulsor 64 y los extremos exteriores de los impulsores 63 están en una cámara común 66 que está llena de un fluido hidráulico adecuado. Así, cuando el émbolo 64 se mueve alternativamente se aplican impulsos de presión a los impulsores 63 y a su vez al material plástico que está siendo alimentado a la hilera 61. Los impulsores 63 pueden ser accionados también por medios mecánicos tales como un martillo grande sencillo que golpea las cabe-

10

15

20

25

30

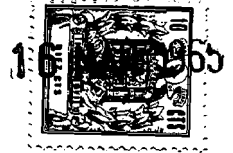


5 zas de todos los impulsores 63 simultáneamente, una res-  
baladera conectada a todos los impulsores 63, etc. Sin  
embargo, para obtener distribución uniforme del material  
extruído, y la resultante densidad uniforme del producto  
10 extruído, se prefiere que se utilice el sistema hidráu-  
lico mostrado en las figuras 4 y 4a ya que éste compen-  
sa automáticamente las ligeras variaciones temporales  
de la alimentación a intervalos a través de la anchura  
de la hilera, puesto que los impulsores individuales  
15 pueden moverse hacia adelante distancias variables  
dependiendo de la cantidad de material alimentado di-  
rectamente delante de cada impulsor, manteniendo así una  
presión aplicada constante a través de toda la anchura  
de la hilera.

15 En algunos casos para obtener control más pre-  
ciso del producto extruído es deseable proporcionar una  
restricción al paso en la entrada de la hilera. Esto  
se muestra en la figura 5 en la que la hilera de reco-  
rrido largo 67 está provista de una restricción 68 en  
20 su entrada. En este caso la restricción está formada  
por un ensanchamiento del núcleo de la hilera. Sin  
embargo, por supuesto, puede hacerse con un ensancha-  
miento de la parte exterior de ambas porciones. Es im-  
portante que la restricción pase suavemente a la con-  
25 fituración final deseada.

30 En algunos casos con la utilización del apa-  
rato que aplica impulsos de presión directamente al fun-  
dido de plástico según se muestra en la figura 3, la  
compresibilidad del fundido es suficiente para reducir  
el efecto de los impulsos de presión aplicados a él.

307885



La figura 6 muestra una modificación para vencer esta dificultad. En esta modificación el cuerpo del impulsor desplaza una parte muy sustancial del fundido reduciendo así el efecto de compresibilidad. El impulsor 71 tiene una parte 5 72 de diámetro relativamente grande y una parte 73 de diámetro relativamente pequeño. La parte de diámetro grande 72 se mueve alternativamente dentro de la cámara 74 con suficiente holgura para formar un paso anular a través del cual pasa el fundido con pequeña restricción al flujo. La parte 10 de diámetro más pequeño ajusta dentro de una cámara cilíndrica 76 con una holgura relativamente pequeña. En el funcionamiento de este dispositivo el émbolo 71 está accionado por un mecanismo adecuado que proporciona una carrera hacia adelante rápida y una carrera de retroceso relativamente 15 lenta. Esto puede realizarse, por ejemplo, mediante la utilización de una cruceta 77 que golpea el émbolo 71 impulsándole así hacia adelante a una velocidad rápida, mientras la fuerza de retorno es suministrada por la presión del fundido que entra en la cámara 74. Se ha visto que, con 20 holgura adecuada entre la parte 73 de diámetro pequeño del émbolo 71 y la cámara cilíndrica 76 y el funcionamiento del émbolo en la forma que se acaba de describir, el fundido pasa la parte 73 en su carrera de retroceso cuando el émbolo 71 se está moviendo con relativa lentitud pero 25 que no pasa apreciablemente cuando la parte 73 es impulsada hacia adelante rápidamente. Así, se permite al fundido alimentar a través de la parte 73 pero se le da un impulso de presión aplicado directamente al fundido en la entrada a la hilera en la carrera hacia adelante del émbolo 30 71. En una materialización específica del aparato de la

307885

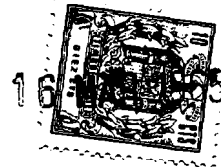


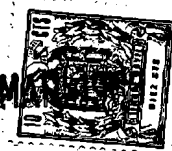
figura 6 la parte 72 tiene un diámetro de 10,03 mm., la cámara 74, 15,09 mm., la parte 73, 9,80 mm., y la cámara 76, 10,31 mm.

5 La figura 7 muestra una modificación adecuada especialmente para extruir tubo. Una hilera anular de recorrido largo 78 está provista del bloque calentador 79 en su entrada y de los pasos refrigerantes interno y externo 81 y 82 en su salida. Un impulsor primario 83 de carrera relativamente larga mueve el material plástico granular desde el paso de alimentación 84 a la entrada de la hilera 78. El material se ablanda y finalmente está completamente plastificado a medida que se acerca y entra en la entrada de la hilera 78 que está mantenida a una temperatura por encima del punto de fusión del material que está siendo extruído. Un impulsor secundario 86 aplica impulsos de presión directamente al fundido plástico en la entrada del troquel 78, moviéndose el émbolo 86 a través de una carrera comparativamente corta pero aplicando un impulso de presión elevado. En el bloque calentador 79 están previstos una pluralidad de cartuchos calentadores 87. Si se desea, están previstos pasos de refrigerante adecuados 88 y 89 en torno del impulsor primario 83 y del impulsor secundario 86, respectivamente, para impedir el calentamiento y la variación resultante de holguras en estos puntos, y para impedir la plastificación prematura del material, evitando así problemas de alimentación. A medida que continúa el funcionamiento del aparato de la figura 7 es extruído por la salida de la hilera 78 un tubo completamente conformado y solidificado.

30 El invento es particularmente aplicable al moldea-

307885

16 MAR

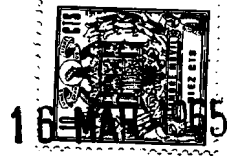


5 do de polímeros de etileno que tengan una densidad de  
0,94 o mayor, como por ejemplo, los polímeros preparados  
por polimerización catalizada con óxido de cromo, o por  
polimerización catalizada con organometal. La densidad  
a la que se hace referencia es la determinada mediante  
el método de ASTM D1505-57T. El invento es también par-  
ticularmente adecuado para moldear polietileno en forma  
de partículas producido por polimerización catalizada  
10 con óxido de cromo en un hidrocarburo líquido a una tem-  
peratura tal que sustancialmente todo el polímero produ-  
cido es insoluble en el hidrocarburo.

15 El invento es aplicable también a la producción  
de extrusiones plásticas espumosas tales como material  
en barra, varilla y lámina. Esto puede hacerse alimen-  
tando el extruidor con partículas de plástico sólido  
mezcladas con un agente hinchador. Cuando sea necesario,  
puede utilizarse un juego de rodillos como freno para  
evitar que el extruido sea lanzado de la hilera. En al-  
gunos casos es deseable un baño de agua para el enfria-  
20 miento final.

25 En esta aplicación, "espesor del perfil" se  
refiere a la porción más delgada de la sección transver-  
sal. Por ejemplo en un tubo, espesor es el espesor de  
la pared, en una lámina es el espesor de la lámina, en  
una barra rectangular, la dimensión menor. Cuando una  
extrusión tiene un saliente largo el espesor del salien-  
te debe utilizarse como el espesor del perfil. Por otra  
parte, cuando el perfil consta de una configuración  
muy irregular, en vez de utilizar el espesor de un sa-  
30

307885

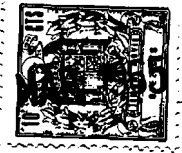


liente relativamente corto, es mejor utilizar un valor medio obtenido dividiendo el área en cuestión por la longitud de la sección.

5 Por hilera de recorrido largo se entiende una hilera que tenga una longitud de peso relativamente grande en comparación con el espesor del perfil y una hilera en el que se mantiene un gradiente de temperatura suave desde una temperatura en su entrada por encima de la temperatura de fusión del material que está siendo extruido, 10 a una temperatura por debajo de la temperatura de solidificación en el extremo de salida.

15 Muchos de los elementos del aparato son mostrados esquemáticamente para evitar complicaciones innecesarias. Muchos detalles tales como por ejemplo, roscar, tornillos, otros sujetadores, y configuración específica para permitir la unión y desmontaje de los diversos elementos, controles de temperatura, soportes, detalles de 20 medios de accionamiento, y otros detalles y elementos han sido eliminados de al menos una de las figuras que describen el invento. Tales detalles son bien conocidos en la técnica y están disponibles muchos ejemplos de tales detalles a cualquiera que desee practicar el invento.

25 En la descripción de la materialización de la figura 7 es evidente que el material plástico que se fuerza a través del bloque calentador 79 debe pasar en torno de la entrada y salida de refrigerante a través de este bloque, y también que el mandril central debe estar soportado desde un miembro exterior. Esto se lleva a cabo disponiendo un sistema de brazos entre el miembro 30



5 exterior y el material a través del cual están formados los pasos de enfriamiento, o preferiblemente, disponiendo una pluralidad de pasos para el material plástico en un miembro sólido que soporta el mandril, estando forma-  
dos los pasos de refrigerante en la parte sólida. Una estructura particularmente útil comprende un bloque calentador sólido que tiene una pluralidad de pasos, por ejemplo cinco, que conducen desde el paso de alimentación 84 a la entrada de la hilera 78, sirviendo la parte sólida central del bloque calentador como soporte del mandril central. Se ha encontrado ventajoso formar el mandril con una parte ensanchada cerca de la entrada, formando así, con el miembro exterior de la hilera, un  
10 paso de flujo restringido similar en funcionamiento a la restricción 68 de la figura 5. Si se desea están previstos un paso de refrigerante central en el mandril y conductos de entrada y salida para el fluido de enfriamiento en el bloque calentador sólido.

Aunque el invento ha sido mostrado y descrito  
20 utilizando calentadores eléctricos, se ha visto que también es útil, a causa de la masa relativamente grande de metal de la hilera de enfriamiento de recorrido largo, el calentamiento por llama, especialmente el calentamiento por medio de una llama de gas desde un quemador anular que rodea la hilera sirviendo la masa grande de  
25 metal para distribuir el calor regularmente al material plástico que está siendo extruído. Aunque en todas las materializaciones mostradas en esta solicitud han sido expuestos medios para aplicar impulsos de presión alternativos, pueden utilizarse medios para aplicar pre-  
30



sión del tipo de tornillo de alta presión.

Un polímero de olefina adecuado especialmente para extruir artículos se produce mediante polimerización de una olefina, o copolimerización de una mezcla que contenga dos olefinas, con un catalizador de polimerización de óxido de cromo a una temperatura tal que sustancialmente todo el polímero es insoluble en el hidrocarburo. Tal poli-  
5 olefina, que es llamada algunas veces "polímero en forma de partícula", tiene una resistencia muy aumentada al agrietamiento por esfuerzo, mayor duración sometida a  
10 esfuerzos, y mayor resistencia a los esfuerzos cíclicos, siendo perceptibles especialmente todos estos efectos a temperatura elevada. Sin embargo, estos polímeros tienen un índice de fusión relativamente bajo, generalmente por  
15 debajo de 0,2 cuando se mide mediante el ASTM-D-1238-57T, condición E, y por esta razón son difíciles de elaborar en aparatos para termoplásticos convencionales. El índice de fusión de tales polímeros se mide mediante un índice de fusión bajo carga elevada, ASTM-D-1238-57T, condición  
20 F, y oscila normalmente desde 0,5 a 4,5 aproximadamente. El polímero en forma de partícula es demasiado viscoso para pasar a través del orificio del aparato de ensayo en la condición E del método ASTM.

Los intentos para utilizar aparatos convencionales para extruir tales polímeros dan lugar a velocidad de paso reducida y superficies y secciones transversales irregulares. Los polímeros termoplásticos de índice de fusión bajo pueden ser extruídos utilizando un extruidor de hilera de recorrido largo que utilice  
25 impulsos de presión repetidos según se ha descrito an-  
30



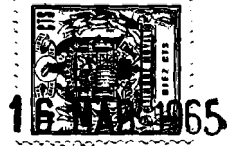
5 teriormente, procedimiento al que se hace referencia como "extrusión dinámica". Utilizando un procedimiento tal en el que se emplea una hilera de recorrido largo se permite enfriar a la resina suficientemente para que llegue a solidificar antes de salir de la hilera. El uso de una hilera tal hace posible la extrusión de artículos, por ejemplo tubo, de polietileno en forma de partícula, cuyos artículos tienen superficies muy lisas, regulares y brillantes, y control de sección transversal muy preciso. Aunque el  
10 gradiente de temperatura disminuye suavemente a través de la hilera, no es esencial que el gradiente tenga exactamente la misma pendiente a lo largo de la hilera. Esto es, pueden disponerse medios de enfriamiento solamente en el extremo de salida del troquel, encomendando al cuerpo metálico de la hilera el mantener un gradiente de temperatura constante a través de toda la hilera, o pueden disponerse medios de enfriamiento a través de una parte sustancial de la longitud del troquel. En el último caso, aunque  
15 el gradiente de temperatura puede variar, no hay discontinuidad de temperatura o cambio brusco tal como ocurre cuando se dispone aislamiento entre la hilera conformadora, por ejemplo un intervalo de aire, un núcleo de material aislante, etc.

25 De acuerdo con esto, en una materialización específica del invento, se facilita la extrusión de polímeros termoplásticos mediante extrusión dinámica utilizando glicerol como aditivo para facilitar la elaboración. Este aspecto del invento es particularmente adecuado para extruir polímeros en forma de partícula y más especialmente es adecuado para extruir polímeros de polietileno en  
30



forma de partículas. A no ser que se indique de otra forma, la expresión "polímeros de polietileno" incluye homopolímeros de polietileno, copolímeros de polietileno y otro monómero polimerizable, y mezclas de homopolímeros o copolímeros de polietileno con otro polímero o copolímero de etileno u otra resina. Sin embargo, esta materialización particular es adecuada también para utilizarse con otros polímeros de índice de fusión relativamente bajo. Por ejemplo, se hacen polímeros de índice de fusión baja, de densidad elevada, poniendo en contacto una olefina tal como etileno, propileno, 1-buteno y similares, con dos o más componentes catalizadores en los que un componente en un compuesto organometálico incluyendo aquellas en las que uno o más pero no todos los grupos orgánicos están sustituidos por un halógeno; un hidruro metálico; o un metal del grupo I, II o III; y el segundo componente es un compuesto de metal del Grupo IV a VI, por ejemplo sal o alcoholato. Un tercer componente catalizador que puede ser utilizado ventajosamente es un haluro orgánico o haluro metálico en el que el radical orgánico tiene 30 átomos de carbono o menos y es ventajosamente un grupo alcoholilo, cicloalcoholilo o arilo. Tales catalizadores son discutidos con más detalles en la patente de Estados Unidos Nº 2.886.561. También pueden tratarse otras resinas, mediante la incorporación de glicerol en la composición de extrusión, particularmente aquellas que tienen un índice de fusión relativamente bajo que son difícilmente extruibles.

La cantidad de glicerol utilizado está preferentemente dentro del margen de 1/4 a 3 por ciento en peso de la composición de extrusión. El glicerol se incorpora bien



5 mediante mezcla en seco, ésto es mezclando el glicerol con la composición de extrusión en forma de partículas, en un tambor rotativo, por ejemplo, o mediante composición previa, mediante composición por extrusión, en un mezclador tipo Banbury, o un mezclador continuo Farrel, etc. Cuando se mezcla en seco, se utiliza con preferéncia un diluyente, preferiblemente uno seleccionado del grupo constituido por alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol isopropílico, y alcohol butílico terciario. No es necesario un diluyente cuando la composición está preparada previamente.

10

Haciendo referencia a la figura 8 de los dibujos que se acompañan, el aparato comprende una hilera de recorrido largo 110, una tolva de alimentación 111, un émbolo de impulso alternativo 112, y un volante 113, conectado al émbolo 112 mediante una biela 114.

15

La hilera 110, según se representa, está construido para la extrusión de tubo, y para ello consta de un casquillo exterior 116 y un mandril interior 117. El casquillo 116 tiene medios de calentamiento 118 y medios de enfriamiento 119 incorporados en él.

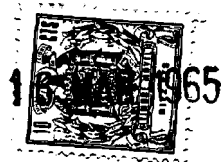
20

En funcionamiento, la composición de extrusión, en forma de partícula y que tiene incorporada en ella glicerol, es colocada en la tolva 111. Se hace girar el volante 113 por medios de accionamiento adecuados, tales como un motor eléctrico, no representado, haciendo que el émbolo 112 se mueva alternativamente en el aparato de extrusión. En la carrera de retroceso, el émbolo 112 descubre el extremo inferior abierto de la tolva 111, permitiendo que pase cierta cantidad de la composición de extrusión en el

25

30

307885



canal de extrusión. En la carrera de avance, el émbolo 112 fuerza toda la masa de la composición de extrusión hacia adelante, extruyendo así una parte de tubo desde la hilera 110. La composición está en forma de partículas cuando sale de la posición inmediatamente debajo de la tolva 111 y se ablanda gradualmente a medida que queda bajo la influencia de los medios de calentamiento 118 y de la presión de extrusión. La composición, mientras se ablanda, es conformada en la parte de entrada de la hilera 110 a la forma de sección transversal deseada, y es retenida en esta forma a medida que avanza a través de la hilera 110 y queda bajo la influencia de los medios de enfriamiento 119. La composición es enfriada por debajo de su punto de ablandamiento y sale del extremo exterior de la hilera 111 en forma solidificada.

15

EJEMPLO I

Se combinó previamente una composición de extrusión de polietileno que comprendía:

90 partes en peso de copolímero de etileno, 1-buteno en forma de partícula de una densidad de alrededor de 0,940 y un índice de fusión de carga elevada (ASTM-D-1238-57T, condición F) de alrededor de 2;

10 partes de un concentrado que comprendía:

75 partes en peso de un polímero de solución de polietileno de una densidad de alrededor de 0,95 y un índice de fusión de alrededor de 0,3 (ASTM-D-1238-57T, condición E);

25 partes de Philblack A, un negro de humo comercial;

0,1 por ciento en peso de Santonox, 4,4'-tiobis (6-terciario-butilo-m-cresol)

30

307885

16

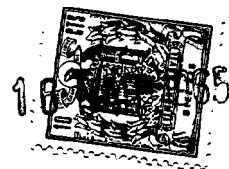


0,2 por ciento de dilaurilo tiodipropionato  
1 por ciento en peso de glicerol.

5 Esta composición fué extruída a través de una  
hilera de recorrido largo en la forma de un tubo de régi-  
men 40 de 38,1 mm., con impulsos de extrusión suministra-  
dos por una prensa punzonadora de 23 Tm. modificada para  
sostener la hilera y accionar el émbolo de extrusión. El  
10 tubo fué extruído a la velocidad de 571 mm. por minuto y,  
al ser ensayado, mostró un reventamiento dúctil sin oque-  
dades en el tubo. El reventamiento dúctil se refiere a un  
tipo de fallo que se obtiene en un ensayo de reventamiento  
rápido. Para el ensayo de reventamiento rápido se utilizan  
el aparato y procedimiento del ASTM 1599-58T. El tipo de  
15 fallo es una indicación de la homogeneidad y uniformidad  
de la resina y de la calidad del tubo. La experiencia ha  
mostrado que si el fallo del tubo es "dúctil" en el en-  
sayo de reventamiento rápido y no existen defectos visi-  
bles en el tubo, también se comporta bien en los ensayos  
a largo plazo tales como los del ASTM-D-1598-58T. Si el  
20 fallo del tubo es un "reventamiento del tipo rasgadura"  
la experiencia ha mostrado que el tubo se comporta defi-  
cientemente en el ensayo a largo plazo incluso aunque no  
tenga defectos visibles evidentes. Sin embargo, son visi-  
bles frecuentemente oquedades cuando tiene lugar este tipo  
25 de reventamiento.

Este ejemplo muestra la capacidad de extrusión  
de una composición de extrusión previamente compuesta den-  
tro del alcance del invento.

30

EJEMPLO II

Un polímero de polietileno en forma de partícula, con una densidad de 0,942 y un índice de fusión de 0,72, medido según el ASTM-D-1238-57T, condición F, fué mezclado en seco en un tambor rotativo con 3/4 por ciento en peso de glicerol sin diluyente, y fué extruído con la misma máquina y en la misma forma que la extrusión del Ejemplo I. La velocidad de extrusión fué de 330 mm. por minuto, y el ensayo del tubo no mostró oquedades perceptibles, pero el tubo, al ser ensayado, reventó por rasgadura. Este ejemplo muestra alguna reducción en la igualdad del tubo utilizado y en la velocidad de extrusión, debido aparentemente a la dificultad de mezclado en el mezclado en seco del glicerol con el polímero particular.

EJEMPLO III

Cierta cantidad del polímero en forma de partícula del Ejemplo II fué mezclado en seco en un tambor rotativo con una solución de 3/4 por ciento en peso de glicerol y 1/2 por ciento en peso de alcohol isopropílico. La composición resultante fué extruída con la misma máquina y en la misma forma que en el Ejemplo I, y ensayos consecutivos dieron lugar a velocidades de extrusión de 584 y 711 mm. por minuto. En ambos casos el tubo no tenía oquedades y produjo reventamientos dúctiles.

Este ejemplo muestra la practicabilidad del invento utilizando mezcla en seco con una solución de glicerol en alcohol.

EJEMPLO IV

Cierta cantidad del polímero en forma de partícula del Ejemplo II fué mezclada en tambor rotativo en la misma



5) forma que el mezclado del Ejemplo III pero con 3/4 por ciento de agua y 1/2 por ciento de alcohol isopropílico. Las velocidades de extrusión en dos ensayos consecutivos fueron 533 mm. por minuto y 762 mm. por minuto. Sin embargo, al ser examinado el tubo mostró numerosas pequeñas oquedades y produjo reventamientos de tipo rasgadura en ambos casos. Este ejemplo indica que una sustitución de agua por glicerol reduce la calidad del tubo producido.

#### EJEMPLO V

10 Cierta cantidad del polímero en forma de partícula del Ejemplo II fué mezclada mediante el método del Ejemplo III pero con 3/4 por ciento en peso de agua. En dos ensayos consecutivos las velocidades de extrusión fueron 559 mm. por minuto y 330 mm. por minuto. En ambos casos  
15 el tubo mostraba numerosas oquedades y dió lugar a reventamientos de tipo rasgadura.

Este ejemplo muestra que la utilización de agua sólo como adición para facilitar la elaboración dá lugar a un producto de baja calidad.

20

#### EJEMPLO VI

La composición del Ejemplo I se ensayó en una hilera para producir un tubo de régimen 40 de 25,4 mm., unido a un extruidor de 12 Tm. que era una modificación de una prensa punzonadora de 12 Tm. El tubo fué extruído a la velocidad de plastificación máxima de este extruidor, esto es  
25 229 mm. por minuto y no presentó oquedades, mostrando así de nuevo la practicabilidad de un compuesto de extrusión compuesto previamente con glicerol.

30

#### EJEMPLO VII



Una mezcla del polímero en forma de partícula del Ejemplo II con 0,2 por ciento en peso de estearato de cinc fué ensayado en la máquina y en la misma forma que en el Ejemplo VI. El producto producido no fué adecuado para ensayo.

5

#### EJEMPLO VIII

Cierta cantidad de polímero en forma de partícula del Ejemplo II fué extruído en la máquina y en la misma forma descrita con relación al Ejemplo VI, sin ningún aditivo para facilitar la elaboración. El producto fué inadecuado para ensayo.

10

La expresión "composición previa" se utiliza para definir un método de incorporar un aditivo en el termoplástico mediante trabajado hasta el grado en que el termoplástico es plastificado. Por "mezclado en seco" se hace referencia a un método de incorporar un aditivo sin ablandamiento apreciable del polímero, mediante mezcla con partículas separadas del polímero. Al hacer composición previa no se necesita diluyente para el glicerol. Cuando se utiliza mezcla ordinaria, tal como en tambor rotativo, se prefiere que la cantidad de diluyente esté entre el 50 al 100 por cien en peso del glicerol, esto es desde una relación de 1 parte en peso de diluyente a 2 partes en peso de glicerol a partes iguales de diluyente y glicerol. Pueden utilizarse mayores cantidades de alcohol pero generalmente no tiene ningún objeto útil. Pueden bastar cantidades más pequeñas de diluyente si se utilizan métodos de mezcla en seco másn intensos.

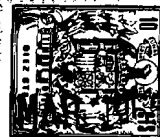
15

20

25

Aunque el invento se adapta particularmente bien para utilizarse con los materiales de polietileno citados

30



5 anteriormente, es aplicable también para utilización con otros materiales tales como polietileno producido mediante otros procedimientos, otras poliolefinas, copolímeros tales como polímeros de etileno con buteno-1, y otros materiales termoplásticos extruibles, por ejemplo polivinilcloruro.

10 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América con fecha 10 de enero de 1.964, bajo el núm. 337.003 parcial se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

20 1.- Un método para extruir material plástico, caracterizado por introducir forzosamente una masa fundida, de dicho material en una zona de extrusión y a través de ella y mantener un gradiente de temperatura que disminuye suavemente en dicha zona a fin de solidificar dicha masa fundida con anterioridad a la separación desde dicha zona.

25 2.- Un método según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha zona de extrusión tiene una longitud desde 10 a 100 veces el espesor del perfil que es extruído.

30 3.- Un método según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que son aplicados impulsos de presión directamente a dicha masa fundida para hacer avanzar el material a través de la zona de extrusión.

307885

16



4.- Un método según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado por el hecho de que el paso de dicho material plástico a dicha zona de extrusión es resfringido junto a la entrada en ella.

5 5.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado por el hecho de que un tubo es extruído en dicha zona y es sometido a una orientación biaxial siendo estirado a través de una zona de agrandamiento después de la separación desde la zona de extrusión.

10 6.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por el hecho de que es añadido glicerol en una cantidad desde 1/4 a 3%, en peso de la composición de extrusión, antes de la introducción en la zona de extrusión.

15 7.- Un método para extruir material plástico.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representada por los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

20 La presente memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

16 MAR 1965

P.A.

Alberto de Euzabun  
Por Poder

307200

4 23 5 18

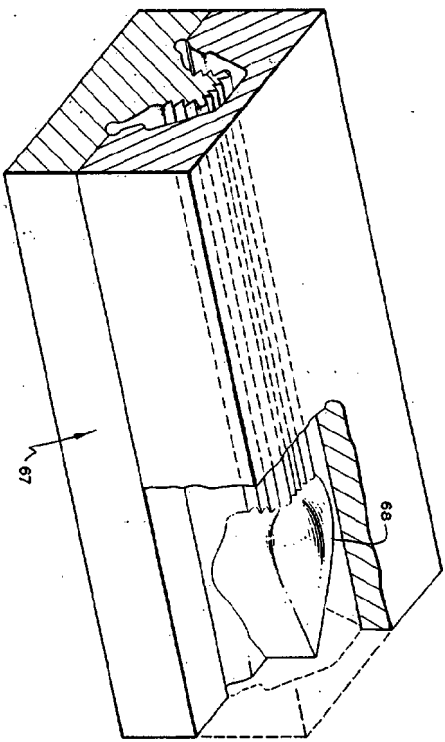


FIG. 5

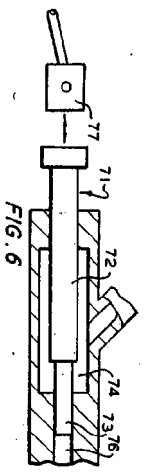


FIG. 6

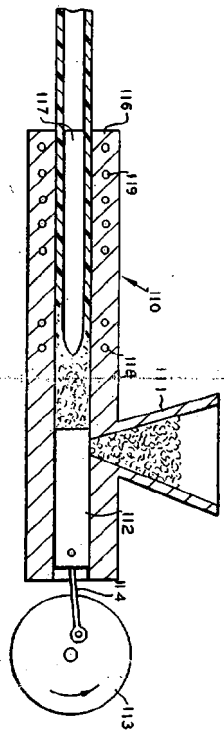


FIG. 8

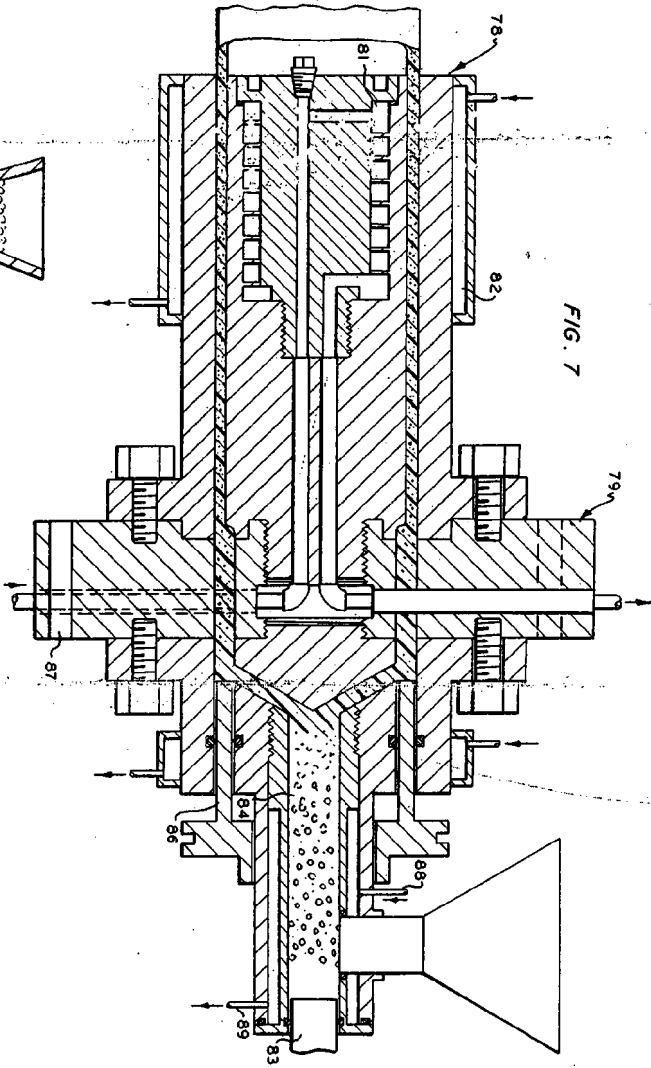


FIG. 7

*Handwritten signature or initials in the bottom right corner.*

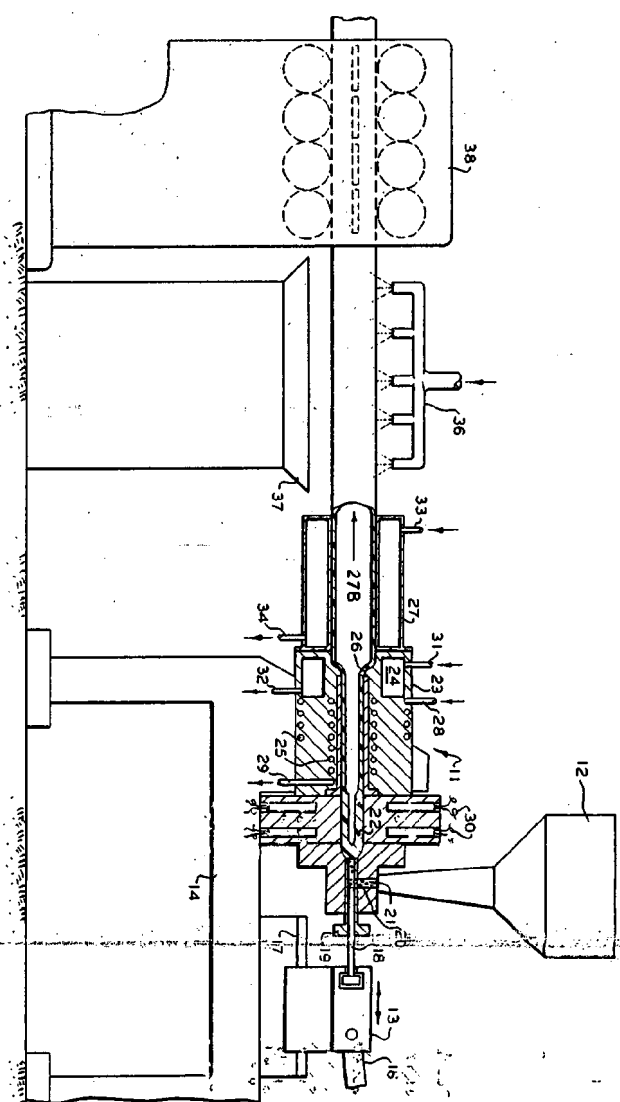


FIG. 1

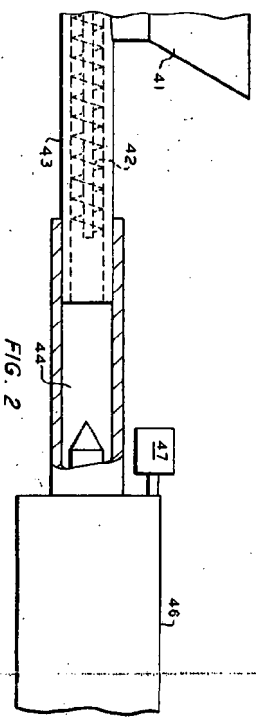


FIG. 2

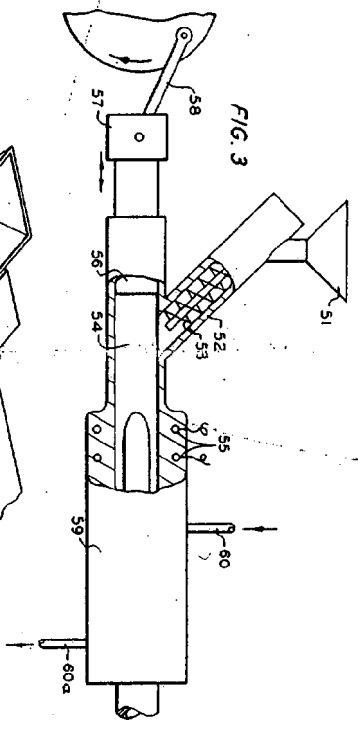


FIG. 3

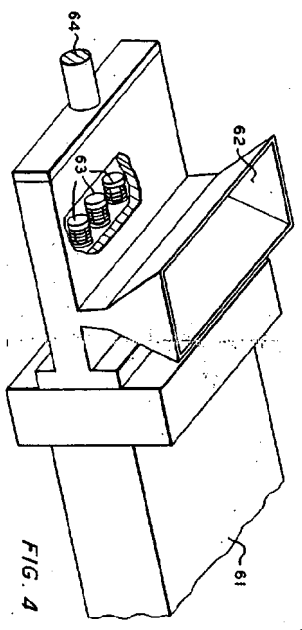


FIG. 4

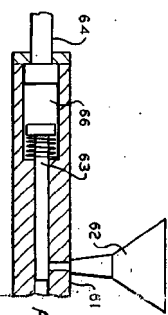


FIG. 4a

*Alfonso de Caceres*  
 Madrid, Spain

