

317449

PATENTE DE INVENCION

Your Order No. FA/19840.
P.D. File 5300-1015.



Memoria Descriptiva
sobre

" PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR GRANULOS DE
RESINA DE POLITETRAFLUORETILENO ".

Solicitante: ALLIED CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana,
residente en 61, Broadway, New York 6, New York,
EE.UU. de A.

Este invento se refiere a nuevos
granulos o nódulos perfeccionados, de fluencia -
libre, de resina de politetrafluoretileno, y a
un procedimiento para su obtención.

Las resinas granulares bastas, de



- politetrafluoretileno, de fluencia libre, son bien conocidas comercialmente y se han empleado en la fabricación de varillas y materiales en planchas. Estas resinas, sin embargo, proporcionan artículos
5. dotados de propiedades físicas relativamente bajas, a causa de su elevado contenido de huecos residuales. Cuando se precisan propiedades físicas superiores, se han utilizado partículas ultra-finas de resina de polietetrafluoretileno, aunque los artículos
10. obtenidos de estas partículas ultra-finas de resina de politetrafluoretileno acusan propiedades notables, las partículas poseen bajas propiedades de manejo y reducida densidad volumétrica.

- Como resultado, las partículas ultra-
15. finas de resina de politetrafluoretileno, se han utilizado cuando se precisan propiedades físicas óptimas, tales como en las aplicaciones eléctricas o militares, a expensas de mayores dificultades en la fabricación. Por otra parte, los granulos de
20. resina de politetrafluoretileno, bastos y de fluencia libre, se han empleado cuando se desean mejores proporciones de manejo. Así se han precisado dos clases de resinas, según las exigencias de la
25. aplicación especial. Se ha tropezado en la fabricación con tener que elegir entre las propiedades físicas óptimas, o la dificultad de fabricación.

- Consiguientemente, existe una necesidad distintas para los gránulos de resina de politetrafluoretileno, para " todo uso " que
30. pueden emplearse para la fabricación de artí-

- culos dotados de propiedades físicas excelentes y con propiedades de manejo superiores. Este invento proporciona estos gránulos o nódulos de resina. Además, los nuevos gránulos son compresibles para una formación previa enérgica dotada prácticamente de la ausencia de huecos, susceptible de moldearse en láminas delgadas de un alto grado de uniformidad.
- 5:
10. De acuerdo con este invento, los gránulos de politetrafluoretileno de un tamaño medio de partículas -tamiz húmedo- del orden de 200 a 800 micrones aproximadamente, se obtienen por un procedimiento que comprende el someter partículas ultra-finas de resina de
15. politetrafluoretileno, de un tamaño medio de partículas, tamiz húmedo, inferior a 100 micrones, y con preferencia no superior a unos 50 micrones, a una agitación en un medio acuoso mantenido a una temperatura superior a
20. unos 40°C, hasta que se presente la aglomeración de las partículas de resina para formar gránulos, y el separar del medio acuoso los gránulos de resina resultantes.
25. Los nuevos gránulos de resina de politetrafluoretileno a que este invento se refiere, tienen un tamaño medio, tamiz húmedo, comprendido entre 200 y 800 micrones, una densidad volumétrica de, por lo menos, 500 g/l,
30. un periodo de circulación inferior a 200 segun-



317449

dos, una presión necesaria para la formación previa, no superior a 140 kg/cm² aproximadamente, y pueden aglomerarse para producir una resina de una resistencia a la tensión de 253 kg/cm²,



5. como mínimo, una resistencia dieléctrica de por lo menos 1200 voltios/0,0254 mm y una elongación de 300% como mínimo.

10. Las partículas de resina de politetrafluoretileno, ultra-finas, de acuerdo con el procedimiento de este invento, pueden prepararse porfirizando resina granular basta de politetrafluoretileno, al tamaño de partículas deseado, La resina granular de politetrafluoretileno basta, se obtiene polimerizando tetrafluoretileno en una fase acuosa que contenga un catalizador de radical libre. La resina basta contiene partículas de una extensión superficial total de 1 a 4 m²/c medida por absorción de nitrógeno.

15. Las partículas de resina del material de partida, son con preferencia porosas y no fibrosas, dotadas de un tamaño de partículas -tamiz húmedo- no superior a unos 50 micrones. Esta resina puede obtenerse por reducción de resina granular basta en un molino de aire, tal como se describe en la Solicitud Pendiente nº (folio 2117, nº de serie norteamericana 321,353) de los mismos Solicitantes.

20. Al aplicar el procedimiento de es-

25.

30.

te invento, la temperatura del medio acuoso se mantiene con preferencia entre 40 y 80°C. Además se emplea convenientemente una relación de resina/agua de aproximadamente $1,18 \cdot 10^{-2}$ a 0,94 kilos/litro.

5.



Después de la agitación, las par-

tículas de resina se aglomeran fácilmente en gránulos blandos cohesivos de unos 200 a 800 micrones, tamaño medio en tamiz húmedo. La aglomeración se presenta en los cinco primeros minutos de agitación, con una mejora resultante en la densidad volumétrica y la fluencia, sin degradación de las propiedades físicas de la resina. El tiempo preciso para conseguir la aglomeración por aglutinación, es generalmente inferior a 1 hora, y con preferencia menos de 30 minutos. La aglutinación continua, no mejora notablemente las propiedades físicas de la resina. Después de la aglomeración, los gránulos se deshidratan y se secan.

10.

15.

20.

Los gránulos de resina de fluencia libre de este invento, tienen una densidad volumétrica, con preferencia, de unos 525 a 650 g/l, y un periodo de fluencia con preferencia inferior a 120 segundos. El tiempo de fluencia tiende a ser inferior a medida que aumenta el tamaño de los gránulos. Además, la resistencia a la flexión sin aglomerar de los granos moldeados es del orden de 46 a 63 kg/cm².

25.

30.

Los gránulos preparados partiendo de

las partículas de resina ultra-finas no fibrosas y porosas previamente formadas, tienen, además de las propiedades anteriores, una extensión superficial de alrededor de 1,6 a 2,2



5. m²/g de resina y una relación de tamiz húmedo/sub-tamiz de alrededor de 28 a 50 (material de 600 micrones). La elevada extensión superficial favorece la notable resistencia de la formación previa sin aglomerar, y la relación elevada tamiz húmedo/sub-tamiz, que indica la presencia de una estructura elevadamente porosa favorece el más fácil moldeo.

10. El tamaño de los gránulos en la resina final, se determina por los factores siguientes,

15. (a) carga de resina (concentración de resina en el medio acuoso citado)
(b) temperatura del medio acuoso.
(c) nivel o grado de agitación.

20. Con una carga superior de resina, aumenta el tamaño de los gránulos finales de resina. Esto parece deberse a una concentración realizada durante el procedimiento de aglomeración.

25. La temperatura del medio de suspensión (generalmente acuoso) tiene un efecto pronunciado sobre el tamaño de los gránulos finales de resina. Al crecer la temperatura, la tendencia es a aumentar el tamaño del aglomerado, y para contrarrestar la aglomeración excesiva
- 30.

va se requiere una mayor potencia de entrada en la agitación. Aunque pueden usarse temperaturas de 100° o más, las exigencias resultantes con respecto a la potencia, tienden a



5. hacer el proceso antieconómico. La tendencia a la aglomeración excesiva, puede contrarestarse también a expensas del rendimiento total, reducido la carga de resina.

10. Un factor importante en la regulación del tamaño de los gránulos, es la agitación utilizada. Cuanto mayor es la potencia de entrada por unidad de volúmen, tanto menor resulta el tamaño de los gránulos. La potencia de entrada puede variarse cambiando la velocidad del agitador o bien cambiando su forma.
15. En un sistema clásico pueden emplearse dos hélices marinas y una turbina abierta montada en un árbol vertical en un depósito con placas de desvío. Las hélices se colocan en
20. condiciones para impulsar efectivamente la resina flotante hacia abajo y hacia el interior del remolino central. La potencia de entrada necesaria para conseguir un tamaño de gránulos deseado, varía desde 0,01014 a 0,2028 C.V. por 3,8 litros de líquido, o sea medio acuoso.
25. Como variante el proceso de este invento puede llevarse a cabo utilizando un agitador inclinado o un agitador descentrado, en un depósito sin tabiques.

30. Mediante la modificación cuidadosa

de uno o mas de estos factores, puede regularse el tamaño medio de los gránulos, por ejemplo para producir aglomerados de 200,300,400 o 600 micrones, según las necesidades de los fabri-



- 5. cantes o de acuerdo con el tipo de producto final deseado. Los productos de este invento, de gránulos de tamaño medio, por ejemplo 300 micrones , pueden diferir unos de otros con respecto a los límites de los tamaños de aglo-
- 10. merados distintos de que se hallan compuestos. Los productos típicos, pueden tener límites de tamaños de los gránulos distintos (determinados por el análisis de tamices a continuación mencionado) definidos por funciones de
- 15. distribución, dentro del órden de 0,3 a 0,8 aproximadamente.

- Aunque no se desea ceñirse a una teoría determinada, se cree que la naturaleza del procedimiento de este invento es como si-
- 20. gue. Las partículas ultra-finas de resina se forman por la acción del agitador al golpear los aglomerados uniformes. Esta acción combinada con el efecto del agua caliente suaviza la superficie de los aglomerados, para proporcionar
 - 25. gránulo sueltos aparentemente finos y desnudos.

- En un esfuerzao para proporcionar variantes a fin de preparar resinas de fluencia libre dotadas de propiedades físicas superiores, se probaron otros métodos y se comprobó que
- 30.

- eran inferiores al de este invento. Uno de los métodos ensayados fué el paso del material de alimentación, a través de un tubo rotativo inclinado, cuya temperatura era del orden de
5. 250 a 350°C. Los aglomerados se formaban fácilmente, pero contenían gránulos de tamaño irregular y bajas propiedades de manejo. Además, el control del tamaño de los gránulos era reducido, y la densidad volumétrica era
10. baja. Un segundo método ensayado era el empleo de un lecho fluidizado para aglomerar el material de alimentación. En este método, se hacía pasar aire caliente, a una temperatura de 150 a 350°C., a través de un lecho de
15. partículas finas de resina para fomentar la fluidización. Se presentó la aglomeración, pero el control del tamaño de los gránulos era extremadamente bajo, y la densidad volumétrica era
20. reducida. Se tropezó también con distintas dificultades en la conservación del lecho en condiciones de fluidización, dado que se presentó la aglomeración y la adherencia a las paredes del recipiente.
25. La resina sinterizada o aglomerada del politetrafluoretileno producto de los gránulos de este invento, tiene una resistencia a la tensión de unos 253 kg/cm² aproximadamente como mínimo, y con preferencia alrededor por lo menos de 274 kg/cm². La resistencia dieléctrica de la resina es, por lo me
- 30.





nos, de unos 1300 voltios por 0,0254 mm. El porcentaje de elongación de la resina es de 300 aproximadamente, como mínimo, con prefe-

5. rencia de alrededor de 325, por lo menos. Los gránulos de resina al moldearse, se comprimen con una masa pre-formada, enérgica y densa, de contenido de huecos prácticamente nulos, a no mas de 140 kg/cm² de presión,

10. Los gránulos preparados partien- do de partículas de resina ultra-finas, porosas y no fibrosas, tienen propiedades especialmen- te notables. Además de las propiedades antes indicadas, estos gránulos revestidos de re- sina, se juntan fácilmente con muy poco cambio dimensional, al sinterizar. El factor de di- latación anisotropa no es superior a 1,13, in- dicando que los gránulos no son fibrosos, y con preferencia es de 1,09 a 1,13 aproxima- da- mente. La resina tiene también una superficie de rugosidad no superior a unos 178×10^{-6} cm a unos 246 kg/cm², indicando que la superfi- cie de la resina es extremadamente suave y uni- forme.

25. Los gránulos de resina de fluen- cia libre a que este invento se refiere, pue- den extruirse, moldearse en forma de láminas y utilizarse en las máquinas automáticas de moldeo. Aunque tienen una manejabilidad supe- rior, y buenas propiedades de fluencia, retie- nen las propiedades deseadas de las resinas
- 30.

ultra-finas, Consiguientemente, permiten una fabricación perfeccionada, más fácil y más económica de productos moldeados de elevada calidad.



5. Otra característica importante de los gránulos de resina es la independencia de las propiedades físicas con respecto al tamaño de los gránulos. La resina granular basta, convencional, depende de la reducción del tamaño de partículas, para mejorar sus propiedades físicas. La resina de este invento, no acusa efecto apreciable del tamaño de los gránulos en las propiedades físicas.

10. Las expresiones a continuación usadas se definen del modo siguiente :

15. "Tamaño, tamiz-húmedo" : el tamaño medio de los gránulos o partículas se mide por el análisis mediante tamiz-húmedo, utilizando la técnica del ensayo número 1457-56T de la
20. Sociedad Americana de Ensayo de Materiales, con las pantallas siguientes, tamices normales de los Estados Unidos, número de serie 18, 20, 25, 35, 40, 50, 60, 70, 80, 100 y 325. El tamaño medio de los gránulos o partículas se calcula como
25. se indica en la descripción del ensayo.

30. "Sub-tamiz tamaño" : este valor es una medida de extensión superficial . El valor corresponde al diámetro teórico de la partícula o gránulo medio, en el supuesto de que sean esferas no-porosas. Cuanto menor sea la

cifra, tanto mayor será la extensión superficial. El método para determinar el tamaño en el sub-tamiz, constituye un método conveniente y rápido para obtener el tamaño rela-



5. relativo de las partículas. Un tamaño pequeño de partículas, con una elevada extensión superficial, es conveniente, ya que con la extensión superficial superior, al sinterizar, se presenta la coalescencia mas uniforme de las partículas.
- : 10. El valor obtenido se refiere al cálculo del diámetro de la partícula de superficie específica (d_{ss}) determinado por el método de permeabilidad del aire, utilizando, por ejemplo, el graduador de sub-tamices fabricado por la Fisher Scientific Co. De acuerdo con este método de permeabilidad del aire, éste se hace pasar en movimiento ascendente a través de una capa de partículas. Las de una extensión superficial superior, proporcionarán una mayor resistencia al aire. Se mide la resistencia y se relaciona con la extensión superficial que, a su vez, se relaciona con el tamaño de las partículas.
- 15.
- 20.

"Relación tamiz-húmedo/sub-tamiz":

25. esta relación es una indicación de la estructura porosa de la resina. Cuanto más elevada sea la relación, tanto más porosa será la resina, y tanto más fácilmente se moldeará.

"Densidad volumétrica": este va-

30. lor se mide utilizando el método descrito en el

ensayo número D 1457 de la Sociedad Americana de Ensayo de Materiales. Las resinas de elevada densidad volumétrica se manejan más fácilmente y permiten el empleo de moldes más ligeros y cortos en la preparación de tochos más anchos.



5.

"Periodo de fluencia" : este ensayo

mide la relativa facilidad con que la resina puede introducirse o trasladarse. El ensayo simula las verdaderas operaciones que se presentan en la fabricación de la misma, tales como la alimentación de un aparato de extrusión con pisón , o de una máquina automática de moldear. Estas operaciones comprenden la alimentación vibratoria, el tamizado, y la descarga, a través de una restricción.

10.

15.

El aparato empleado consiste en un vibrador syntron, modelo SF-010 y reostato de control modelo FC-01 (fabricado por Syntron CO.) modificado como se describe. Este aparato se utiliza para introducir resina a lo largo de un plano horizontal, por medio de vibraciones que se realizan a 60 ciclos/segundo. La amplitud de la vibración se controla variando la corriente del vibrador, por medio del reostato. La corriente se ajusta hasta producir un desplazamiento de 0,102 cms.

20.

25.

30.

El alimentador es del tipo de artesa de 15,24 cm de anchura y 45,1 cm de longitud, provisto de un estante metálico superior de 9,5 cm de largo y 15,24 cm de ancho, situado a 3,8

cm por encima de la base de la artesa. Un tamiz tejido número 8 se dirige desde el estante, superior 17,8 cm a lo largo de la alimentación. A los 24,8 cm del borde de descarga del estante,



5. una puerta de plancha metálica en forma de V intercepta las paredes de la artesa que tienen un ángulo inclinado hacia el extremo de alimentación, de 130°. En el fondo del centro de la puerta, existe una abertura trapezoidal a través de la cual pasa la resina. La abertura tiene 1,75 cm de base, 1,67 cm de costado y 0,635 cm en la parte superior, medida normalmente a la circulación de resina.
- 10.

15. Para ensayar la propiedad de fluencia, se colocan 200 g de gránulos de resina en el estante superior del alimentador. El ensayo se realiza a unos 21°C y con una humedad relativa de 75% aproximadamente cuando el vibrador se pone en marcha, la resina avanza, cae a través del tamiz y prosigue a lo largo de la artesa.
- 20.

- El tamiz sirve para desintegrar cualesquiera terrones que puedan existir. La combinación de la puerta y la abertura trapezoidal, restringen la circulación de la resina. Esto hace que la resina llene y se acumule detrás de la puerta. Un material de baja fluencia, llenará rápidamente bajo la acción de la vibración y cesará de circular o circulará con gran dificultad a través de la puerta.
- 25.

30. El tiempo en segundos necesario para



- que la resina pase desde el estante superior a través de la puerta de restricción, se mide cuidadosamente. De cuando en cuando, un exceso de 200 segundos se designan como circulación negativa. El ensayo se repite por lo menos 5 veces para obtener un valor medio.
5. " Resistencia a la flexión, sin sinterizar " : este valor se determina por el esfuerzo necesario para el fallo de una barra de muestra, moldeada sin sinterizar. Con objeto de ensayar la resistencia a la flexión se preparan muestras de 1,27 : 1,27 : 12,7 cm, con un contenido nulo de huecos a 422 kg/cm², y se someten a esfuerzos en grado controlado hasta el fallo, o sea se coloca presión creciente en el centro de la barra de la resina, hasta que se rompa. La resistencia a la flexión se mide en kg/cm² en el punto de fractura. Cuanto mayor sea la resistencia a la flexión tanto menos tendencia tienen las grandes
10. planchas y las muestras de moldeo al agrietamiento al retirarse del molde de fabricación.
15. " Resistencia dieléctrica " : este valor se determina utilizando el método descrito en el ensayo número D. 149 de la Sociedad Americana de Ensayo de Materiales. Los Ensayos indicados a continuación se llevaron a cabo con muestras de 0,381 milímetros.
20. " Resistencia a la tensión " : este valor se mide utilizando el método descrito en el ensayo número D 638 y D 1457 de la ASTM.
25. " Resistencia a la tensión " : este valor se mide utilizando el método descrito en el ensayo número D 638 y D 1457 de la ASTM.
- 30.

" Elongación " : el porcentaje de elongación o alargamiento, se mide utilizando el método descrito en los ensayos número D 638 y D 1457 de la ASTM.



- 5. " Presión de formación previa necesaria " : este valor es la presión precisa para obtener una forma previa que, después de sinterización o aglutinación tiene menos del 0,1% de huecos. El contenido de huecos es una medida del aire residual ocluido en la forma previa aglutinada. El porcentaje de contenido de huecos, se determina de acuerdo con la ecuación siguiente :
- 10.

Porcentaje de huecos contenidos =

$$\frac{\text{Densidad relativa inherente} - \text{Densidad relativa medida}}{\text{Densidad relativa inherente}} \times 100$$

- 15. " Rugosidad superficial " : constituye una medida de las irregularidades superficiales expresada en microcentímetros. Puede determinarse por medio de un Cepillo Indicador de Superficies fabricado por la Brush Instrument División de Clevite Corp. Una punta de diamante se hace pasar sobre la superficie de la resina preparada y sinterizada de modo análogo a como la punta de diamante pasa a través de la ranura de un registro gramofónico de alta fidelidad. Las
- 20.

irregularidades se amplifican de tal modo que son fácilmente evidentes en un aparato de medida acoplado al instrumento. El valor es una media de las medidas en microcentímetros sobre la superficie



5. cie de la muestra. Cuanto menor es el valor, tanto mayor es la suavidad o lisura de la superficie, permitiendo la producción de partes moldeadas de mayor calidad. Esta propiedad es de importancia especial en la fabricación de partes y planchas para aplicaciones de anti-fricción.
- 10.

" Factor de expansión anisotrópica ":

- constituye una medida del cambio dimensional obtenido al aglutinarse. El valor se determina como sigue: En una cavidad de moldeo rectangular de
15. 1,27 cm cuadrados se pesan 4,1 g de gránulos de resina, y se comprimen entre tacos metálicos. La presión se aumenta hasta 140 kg/cm² durante 1 minuto y se mantiene durante 2 minutos, soltándose luego. La forma groseramente cúbica se deja reposar durante 30 minutos. Se miden la altura
20. la anchura y la longitud de la pieza pre-formada (o sea los ejes X, Y y Z) siendo Z el eje que se comprime durante la pre-formación. La forma previamente formada y medida se somete a tratamiento térmico durante 30 minutos a 380°C \pm 0,5°C
25. para obtener una pieza sinterizada que se deja enfriar en aire a la temperatura ambiente y se mide nuevamente. El factor de expansión anisotrópica, es entonces el valor de Z_s/Z_p dividido por



$$\frac{X_s + Y_s}{X_p + Y_p}$$

en la que X, Y y Z son las medidas axiales, y los subíndices p y s se refieren a la pieza previamente formada y sinterizada, respectivamente. Las dimensiones de un material fibroso cambiarán de

5. modo significativo al sinterizar, mientras que un material no bifroso cambiará muy poco y, consiguientemente, tiene menor expansión anisotrópica.

10. Con referencia a los dibujos adjuntos, las figuras 1 y 2 son fotografías de secciones transversales de resinas sinterizadas, sin comprimir, constituidas por gránulos de resina convencional, bastos y de gránulos de resina de fluencia libre y de alta resistencia, a que este

15. invento se refiere, respectivamente, ampliadas alrededor de 115 diámetros. Estas fotografías muestran las diferencias en la microestructura de los gránulos de resina. La resina convencional

20. muestra la presencia de grandes huecos y de una sección transversal del tipo laminar. La resina obtenida de acuerdo con este invento, por el contrario, acusa una estructura densa y uniforme, sin evidencia de huecos grandes ni de estructura laminar.

Las figuras 3 y 4 son fotografías de secciones transversales pulidas de resinas comprimidas a 70 kg/cm² y luego sinterizadas, obtenidas de gránulos convencionales de resina



5. basta y de los gránulos de resina de este invento, respectivamente, ampliadas alrededor de 160 diámetros. La resina convencional, a diferencia del producto de resina de acuerdo con este invento, muestra la presencia de grandes huecos irregulares.
- 10.

- El examen de las muestras de fractura frágil de una resina obtenida de los gránulos bastos de resinas de la técnica anterior, y de una resina preparada de acuerdo con este invento, revela también la diferencia entre los restos. Las muestras de fractura frágil se prepararon moldeando las partículas de resina sometidas a baja presión enfriando en nitrógeno líquido y luego fracturando sobre un borde afilado. La estructura de las partículas resultó evidente en la resina convencional, pero no se hallaba presente en la resina obtenida de acuerdo con este invento. La estructura de las partículas de la resina convencional, impide su sinterización en un material denso de elevada resistencia, a diferencia del que proporciona este invento.
- 15.
- 20.
- 25.

- La preparación y propiedades notables de la resina de politetrafluoretileno de este invento, se aclaran más aún por los ejemplos siguientes.
- 30.



tes.

- EJEMPLO 1 : Se realizaron varios ensayos agitando partículas de resina porosas, no fibrosas, ultra-finas de un tamaño medio inferior a 30 micrones (preparadas por reducción de un material basto en un molino de aire, como se describe en la solicitud pendiente número (folio 2,017, serie norteamericana nº 321,353) en agua mantenida a una temperatura de 60°C u 80°C en un depósito con tabiques. El agitador estaba constituido por dos hélices marinas junto con, en algunos ensayos, una turbina abierta montada en un árbol vertical. Las partículas de resina se aglomeraron para formar gránulos de resina de politetrafluoretileno de fluencia libre. Después de deshidratar, la resina resultante se secó. Los resultados obtenidos se resumen en la tabla siguiente,

317449

Propiedades de los gránulos

Ensayo	Temperatura del agua, °C	Resina-agua (kg/litro)	tiempo minutos	Revoluciones por minuto.	Caballos de vapor/litro de líquido.
1 *	60	0,04	30	750	7.10 ⁻³
2 *	80	0,04	30	750	7.10 ⁻³
3 *	60	0,06	15	500	2.3.10 ⁻³
	60	0,06	30	500	2.3.10 ⁻³
	60	0,06	60	500	2.3.10 ⁻³
4	60	0,11	30	750	2.3.10 ⁻³
5	60	0,11	15	750	2.3.10 ⁻³
	60	0,11	30	750	2.3.10 ⁻³
	60	0,11	60	750	2.3.10 ⁻³

* Se empleó turbina abierta.

Propiedades de la

Tamaño medio de los gránulos, micrones.	Densidad volumétrica gramos/litros.	Resistencia dieléctrica. voltios/0,254 mm.	Resistencia a la tensión kg/cm ²
400		1352	274
520		1405	274
500	530	1323	281
510	542	1490	316
500	573	1666	274
700			
720	550	1566	274
680	590	1489	274
680	617	1505	

317449



14 SEP



Caballos de vapor/libro de líquido.	Propiedades de los gránulos		Propiedades de la		fabricación .	
	Tamaño medio de los gránulos, milímetros.	Densidad volumétrica gramos/litros.	Resistencia dieléctrica voltios/0,254 mm.	Resistencia a la tensión kg/cm2	Elongación %	Factor de expansión anisotrópica.
7.10 ⁻³	400		1352	274	370	1.10
7.10 ⁻³	520		1405	274	370	1.10
2'3.10 ⁻³	500	530	1323	281	385	
2'3.10 ⁻³	510	542	1490	316	415	
2'3.10 ⁻³	500	573	1666	274	340	
2'3.10 ⁻³	700					1.09
2'3.10 ⁻³	720	550	1566	274	360	
2'3.10 ⁻³	680	590	1489	274	365	
2'3.10 ⁻³	680	617	1505			

317449

Ensayo	Temperatura del agua, °C	Resina-a-agua (kg/litro)	tiempo minutos	Revoluciones por minuto.	Caballos de vapor/litro de líquido.
1 *	60	0,04	30	750	$7 \cdot 10^{-3}$
2 *	80	0,04	30	750	$7 \cdot 10^{-3}$
3 *	60	0,06	15	500	$2'3 \cdot 10^{-3}$
	60	0,06	30	500	$2'3 \cdot 10^{-3}$
	60	0,06	60	500	$2'3 \cdot 10^{-3}$
4	60	0,11	30	750	$2'3 \cdot 10^{-3}$
5	60	0,11	15	750	$2'3 \cdot 10^{-3}$
	60	0,11	30	750	$2'3 \cdot 10^{-3}$
	60	0,11	60	750	$2'3 \cdot 10^{-3}$

* Se empleó turbina abierta.

317449

Propiedades de los gránulos

tiempo minutos	Revoluciones por minuto.	Caballos de vapor/litro de líquido.	Tamaño medio de los grá- nulos, mi- cronos.	Densidad vo- lumétrica gramos/li- tros.	Resistene dieléctri voltios/0 mm.
30	750	$7 \cdot 10^{-3}$	400		1352
30	750	$7 \cdot 10^{-3}$	520		1405
15	500	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-3}$	500	530	1323
30	500	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-3}$	510	542	1490
60	500	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-3}$	500	573	1666
30	750	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-3}$	700		
15	750	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-3}$	720	550	1566
30	750	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-3}$	680	590	1489
60	750	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-3}$	680	617	1505

Propiedades de los gránulos

Propiedades de los gránulos		Propiedades de la		fabricación .	
Diámetro medio de los gránulos, en milímetros.	Densidad volumétrica gramos/litros.	Resistencia dieléctrica voltios/0,254 mm.	Resistencia a la tensión kg/cm ²	Elongación %	Factor de expansión anisotrópica
100		1352	274	370	1.
100		1405	274	370	1.
100	530	1323	281	385	
100	542	1490	316	415	
100	573	1666	274	340	
100					1.
100	550	1566	274	360	
100	590	1489	274	365	
100	617	1505			

317449



<u>la</u>	<u>fabricación .</u>	
<u>encia</u>		<u>Factor de</u>
<u>en-</u>		<u>expansión</u>
<u>g/cm2</u>	<u>Elongación %</u>	<u>anisotrópica.</u>
	370	1.10
	370	1.10
	385	
	415	
	340	
		1.09
	360	
	365	



317449

Se realizaron nuevos ensayos de modo análogo a los antes descritos. La extensión superficial de los gránulos de resina resultantes variaba desde alrededor de 1,6 a 2,2 m²/gramo de resina; la relación tamiz húmedo/sub-tamiz, desde alrededor de 28 a 50 (material de 600 micrones), la resistencia a la flexión no sinterizada desde 46 a 63 kg/cm² aproximadamente y la rugosidad de la superficie a unos 246 kg/cm², desde 102 x 10⁻⁶ hasta 178 x 10⁻⁶ cm.



5.

10.

EJEMPLO -2 - Para estudiar el efecto

de la potencia de entrada sobre el tamaño de los gránulos, se realizaron ensayos en un depósito tabicado, como se describe en el Ejemplo 1: Se utilizaron las condiciones siguientes :

15.

- Tipo del agitador : Dos hélices marinas y una turbina abierta.
- Temperatura del agua : 60°C
- Relación resina-a-agua : 0,15 kg/3,8 litros
- Tiempo : 15 minutos.

La potencia de entrada se cambiaba variando la velocidad del agitador. Como se observará en los resultados indicados en la Tabla siguiente, el tamaño de los gránulos descendió con una potencia de entrada creciente. No se realizó cambio significativo en las propiedades físicas, excepto para la densidad volumétrica y las propiedades de manejo,

20.

317449

Propiedades de los gránulos

Propiedades de la fabricación

Ensayo	Caballos de vapor/litro de líquido.	Tamaño medio de los gránulos, micrones.	Función de distribución.	Densidad volumétrica g/l.	Tiempo de fluencia, segundos.	Resistencia a la tensión (kg/cm ²)	Elongación %
1	11.5.10 ⁻³ (700 RPM)	270	0.60	527	< 200	256.5	322
2	7.10 ⁻³ (600 RPM)	375	0.56	572	142	263.5	332
3	0.41.10 ⁻³ (500 RPM)	520	0.55	592	52	267	336



317449

Propiedades de los gránulos

Ensayo	Caballos de vapor/litro de líquido.	Tamaño medio de los gránulos, micrones.	Función de distribución.	Densidad volumétrica g/l.	Tiempo de fluencia, segundos.	Pr Res a l (kg
1	$11.5 \cdot 10^{-3}$ (700 RPM)	270	0.60	527	< 200	
2	$7 \cdot 10^{-3}$ (600 RPM)	375	0.56	572	142	
3	$0.41 \cdot 10^{-3}$ (500 RPM)	520	0.55	592	52	

49

Propiedades de la fabricación

Tiempo de fluencia, segundos.	Resistencia a la tensión (kg/cm ²)	Elongación %
< 200	256'5	322
142	263'5	332
52	267	336



317449

EJEMPLO - 3

===== A presiones variadas,

se moldearon muestras de resinas convencionales bastas y granulares, y los gránulos de resina de fluencia libre de este invento. Se midió el contenido de huecos después de la sinterización. Se obtuvieron los resultados siguientes :



5.

Presión de moldeo (kg/cm ²)	Contenido de huecos %	
	Resina granular convencional basta.	Gránulos de resina de fluencia libre.
35	12.7	3.2
70	5.2	0.75
140	1.2	<0.1
281	0.1	<0.1
422	<0.1	<0.1

10.

Este Ejemplo indica que los granos de resina de fluencia libre de este invento requieren una presión no superior a unos 140 kg/cm² para obtener una resina que, después de sinterizar, tiene menos del 0,1% de huecos, mientras que la resina granular y basta convencional precisa una presión de 281 a 422 kg/cm² para conseguir la misma proporción reducida de huecos.

15.

Las Tablas siguientes, muestran una comparación de propiedades representativas de muestras típicas de resina convencional basta y granular, y de resina granular ultra-fina, y de

los gránulos de resina de fluencia libre a que
este invento se refiere,



317449



Propiedades granulares

Tipo de resina	Partícula media micrones.	Función de distribución.	Densidad volumétrica g/l.	Tiempo de fluencia, segundos.	Efecto de la disminución del tamaño de los gránulos en las propiedades.	Secciones transversales de las resinas sintetizadas.	Limitaciones de moldeo.
Resina granular convencional, basta.	500	0.40-0.60	550	<60	aumentan las propiedades físicas	huecos presentes; estructura laminar	propiedades físicas bajas.
Resina granular ultra-fina	<50	<0.40	325	Neg.	aumentan las propiedades físicas	Libre de huecos.	bajas propiedades físicas de manejo.
Gránulos de resina de fluencia libre	550	0.60	550	<60	Sin efecto	Libre de huecos	ninguna
id.	300	0.55	525	100	Sin efecto	Libre de huecos.	ninguna.

317449

I

<u>Tipo de resina</u>	<u>Partícula media micrones.</u>	<u>Función de distribución.</u>	<u>Densidad volumétrica g/l.</u>	<u>Tiempo flujer segur</u>
Resina granular convencional, basta.	500	0.40-0.60	550	<60
Resina granular ultra-fina	<50	<0.40	325	Neg.
Gránulos de resina de fluencia libre	550	0.60	550	<60
id.	300	0.55	525	100

49

Propiedades granulares

Viscosidad dinámica g/l.	Tiempo de fluencia, segundos.	Efecto de la disminución del tamaño de los gránulos en las propiedades.	Secciones trans- versales de las resinas sinte- rizadas.	Limitaciones de moldeo.
50	<60	aumentan las propiedades físicas	huecos presen- tes; estructura laminar	propiedades físicas bajas.
25	Neg.	aumentan las propiedades físicas	libre de huecos.	bajas pro- piedades de manejo.
50	<60	Sin efecto	Libre de huecos	ninguna
25	100	Sin efecto	Libre de huecos.	ninguna.



317449



Resina tipo	Propiedades de la fabricación			Elongación, %
	Presión necesaria para menos de 0,1 % de huecos, Kg/cm2.	Secciones transversales, fragilidad.	Resistencia a la tensión kg/cm2.	
Resina gr- nular conven- cional basta.	280-420	Estructura de partículas evidente.	Existencia de huecos < 197	< 300
Resina gra- nular ultra- fina.	No en exceso de unos 140.	Estructura sin partículas detectables.	Invisibilidad de huecos. > 253	> 300
Gránulos de resina de fluencia libre.	No superior a 140	Estructura sin partículas detectables.	Invisibilidad de huecos. > 253	> 300

317449

Resina tipo	Presión necesaria para menos de 0,1 % de huecos, Kg/cm ² .	Secciones transversales, fractura frágil.	Propiedades de la		Resist dielec voltio mm.
			Secciones transversales, raspadas.	Resistencia a la tensión kg/cm ² .	
Resina granular convencional basta.	280-420	Estructura de partículas evidente.	Existencia de huecos	< 197	< 10
Resina granular ultrafina.	No en exceso de unos 140.	Estructura sin partículas detectables.	Invisibilidad de huecos.	> 253	> 12
Gránulos de resina de fluencia libre.	No superior a 140	Estructura sin partículas detectables.	Invisibilidad de huecos.	> 253	> 12

<u>de la</u>	<u>fabricación</u>	
<u>Resistencia</u> <u>la ten-</u> <u>sión</u> <u>g/cm².</u>	<u>Resistencia</u> <u>dieléctrica</u> <u>voltios/0,0254</u> <u>mm.</u>	<u>Elongación,</u> <u>%</u>

<197	- < 1000	< 300
------	----------	-------

>253	- > 1200	> 300
------	----------	-------

>253	- > 1200	> 300
------	----------	-------



317449



- 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 Norteamérica, con el número: 396.967, de fecha, 16 de septiembre de 1.964, 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 PARA PREPARAR GRANULOS DE RESINA DE POLITETRAFLUORETILENO "; caracterizándose por lo siguiente :
- 1ª.- Procedimiento para preparar gránulos de resina de politetrafluoretileno de un tamaño medio, una medida en tamiz húmedo, dentro del órden de 200 a 800 micrones, caracterizado porque las partículas de resina de politetrafluoretileno ultrafinas, de un tamaño medio, tamiz húmedo, inferior a 100 micrones, con preferencia, unos 50 micrones o menos, se someten a la agitación en un medio acuoso mantenido a una temperatura superior a unos 40°C, hasta que se presenta la aglomeración de las partículas de resina,

para proporcionar gránulos, y los gránulos de resina resultantes, se separan del medio acuoso.

2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque las partículas



5. partículas de resina ultra-finas comprenden partículas porosas, no fibrosas, preparadas por reducción de resina granular basta, en un molino de aire.

10. 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque el medio acuoso se mantiene a una temperatura de 40 a 80°C aproximadamente.

15. 4ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado, porque la relación de las mencionadas partículas de resina ultra-finas a medio acuoso, es de 0,045 a 3,65 kg por 3,8 litros.

20. 5ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado, porque la potencia de entrada varía desde 0,01014 a 0,2028 C.V. por cada 3,8 litros de medio acuoso.

25. 6ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque los gránulos de resina de politetrafluoretileno tienen un tamaño medio, una medida en tamiz húmedo dentro del orden de alrededor de 200 a 800 micrones, una densidad volumétrica de por lo menos 500 g/l, un tiempo de fluencia de por lo menos 200 segundos,
30. una presión necesaria de formación previa no supe-

317449

rior a unos 140 kg/cm², y poderse sinterizar para producir una resina que tenga una resistencia a la tensión de por lo menos unos 235 kg/cm², una resistencia dieléctrica de como mínimo 1200 voltios por 0,0254 mm, y un porcentaje de elongación de 300 como mínimo.



5. 7a.- Procedimiento, según la reivindicación 1a, caracterizado porque los gránulos de resina de politetrafluoretileno, son porosos y no fibrosos y se pueden sinterizar con un factor de expansión anisotrópica no superior a 1,13 aproximadamente, para proporcionar una resina con una rugosidad superficial no superior a 178×10^{-6} cm a unos 246 kg/cm².

10. 8a.- " Procedimiento para preparar gránulos de resina de politetrafluoretileno "; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, y dibujos adjuntos.

15. Esta Memoria consta de treinta y cinco hojas, escritas a máquina por una sola cara.

MADRID, 14 SEP. 1950

ALLIED CHEMICAL CORPORATION.

J. GOMEZ ACEDO Y MODESTO
p. p. Firmador: A. GARCIA BRAYO

317449



Fig. 1.



ESCALA
VARIABLE.

Fig. 2.



ALBERT
J. SCOTT & SONS
NEW YORK
NEW YORK

317449



ESCALA
VARIABLE

Fig. 3.

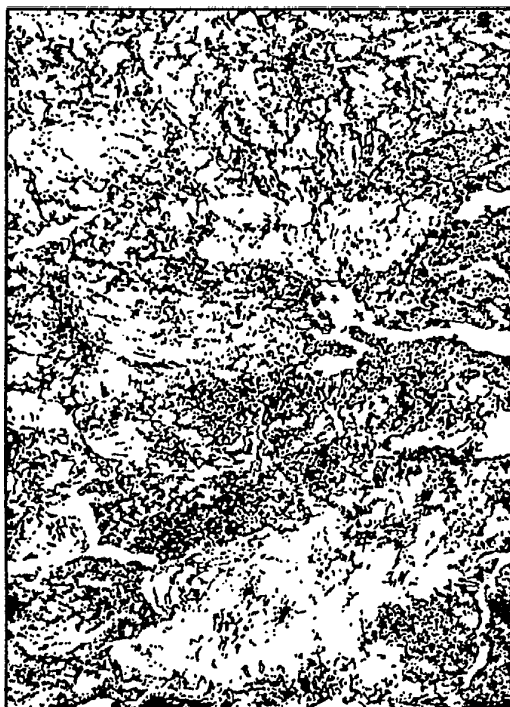


Fig. 4.



Mach II

J. GOMEZ
p. p. firmado

CAVALERO