



319152

319152

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 2 de Noviembre de 1965, con el nº 319.152

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de VAESSEN-SCHOEMAKER HOLDING, N.V., entidad holandesa, establecida en Singel 5, Deventer, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR ARTICULOS MOLDEADOS DE MATERIAL TERMOPLASTICO PARCIAL O COMPLETAMENTE ESPONJADO"

=====

La presente invención se refiere a un procedimiento perfeccionado para producir artículos moldeados por sinterización de materiales termoplásticos subdivididos, tales como polietileno en polvo, nylon en polvo, o similares, y a artículos moldeados, nuevos y perfeccionados, producidos por

5 -el procedimiento.

Es sabido que se pueden producir recipientes y otros artículos que tienen una calidad valiosa, fundiendo partículas de un material termoplástico finamente dividido,



tal como polietileno en polvo o nylon en polvo, sobre una superficie de moldeo calentada que tiene la configuración del artículo requerido, y enfriando la estructura así formada, de pared fundida densa. Este procedimiento es conocido como sinterización, o moldeo por sinterización. Se puede efectuar de diversas formas, entre las que se encuentran los métodos denominados "sinterización estática", moldeo rotacional, moldeo rotacional doble (en 2 ejes), y moldeo "por balanceo y rotación" (Patente U.S. nº 3.134.140).

En la práctica del moldeo por sinterización, el molde es calentado exteriormente hasta una temperatura dentro de, o por encima del intervalo de fusión del polvo termoplástico, mientras que una masa del polvo es mantenida estática contra la superficie del moldeo, o se vierte constantemente sobre ella por el movimiento del molde. Generalmente se necesita una temperatura de la estufa, o exterior del molde, de aproximadamente 200a 350°C, o más, para el polietileno, para obtener la velocidad de moldeo necesaria. Otros materiales termoplásticos pueden necesitar menores intervalos de temperatura, según sus propiedades físicas tales como intervalo de ablandamiento, temperatura de descomposición, calor específico, y otras. A medida que las partículas del material que entran en contacto con la superficie de moldeo llegan a su intervalo de fusión, se hacen plásticas y se unen por coalescencia en una capa que cubre a la superficie calentada. Al continuar el calentamiento, aumenta la temperatura de esta capa, y transmite calor a las partículas termoplásticas sin fundir que continúan en contacto con ella, lle-

319152

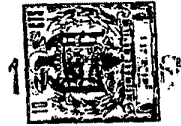


vando así gradualmente a dichas partículas hasta un estado de plasticidad, y uniéndolas en su estructura, hasta que, después de un período adecuado de calentamiento, se forma una estructura de capa o pared de plástico fundido, que
5 tiene el espesor final requerido.

La presente invención se refiere especialmente a ciertas limitaciones de dicho procedimiento, que hasta ahora han restringido su economía y las clases de productos que se pueden fabricar usándolo.

10 Una de estas limitaciones se origina en los requisitos y coste del material termoplástico. Este material, en estado fundido denso, constituye esencialmente la totalidad de la estructura de los productos conocidos moldeados por sinterización, y resultan más pesados y más caros
15 cuanto mayores son, o cuanto más espesas han de ser sus paredes con el fin de darles la resistencia estructural necesaria.

Otra limitación se origina en el hecho de que el espesor de pared que se puede conseguir en los productos
20 está restringido a aquellos que no hundan dentro del molde en el transcurso del calentamiento. Cuanto mayor sea el espesor de la pared a formar, más largo ha de ser el calentamiento a una temperatura del molde dada; pero a medida que se aumenta el período de calentamiento también se aumentan la temperatura exterior y la temperatura media de la
25 pared fundida que se forma en el molde. A no ser que se restrinjan de forma adecuada el período de calentamiento y el espesor, la pared fundida se hace demasiado blanda, y se aplastará dentro del molde, por su propio peso. Por
30 ejemplo, en la conocida fabricación de recipientes de poli-



etileno de baja densidad por sinterización estática, el aplastamiento tiene lugar corrientemente antes de que la pared fundida alcance un espesor tan grande como 10 mm.

5 Otra limitación se origina en el hecho de que el material termoplástico no formará generalmente una unidad duradera con un marco metálico de refuerzo incorporado en él por el procedimiento de sinterización. Esto hace que el procedimiento no sea satisfactorio para producir recipientes muy grandes, o similares, que requieren
10 un marco interior o exterior, o ambos, para darles la rigidez suficiente. Aunque se puede formar por fusión una pared de material termoplástico sobre un marco de hierro o acero, por ejemplo, el producto así obtenido es generalmente susceptible al cuarteamiento por tensiones, ya
15 que al ser enfriado en el molde, vuelto a calentar, o sometidos de otra forma a cambios de temperatura, se desarrollan en la estructura sinterizada grandes tensiones interiores, debido a las distintas expansiones térmicas del metal y del material termoplástico.

20 Se ha descubierto ahora que se pueden aliviar las limitaciones antes mencionadas, y que se pueden obtener nuevos productos valiosos moldeados por sinterización, utilizando en el procedimiento de sinterización una mezcla del material termoplástico finamente dividido y un
25 agente de hinchamiento finamente dividido, que se descompone generando un gas en la estructura de capa o pared fundida que se está formando en el molde.

Se ha descubierto con sorpresa que la presencia en el polvo de moldeo de partículas de tal agente de hinchamiento ocasiona un "hinchamiento" o esponjamiento de
30

319152



la estructura de la pared fundida, a medida que se está formando, de manera que se produce una capa o pared sinterizada y esponjada del material termoplástico que, aunque de densidad mucho menor que la del propio material termoplástico, conserva su forma durante el calentamiento necesario para que crezca hasta un espesor deseado, y tiene una resistencia muy grande en relación a su densidad, una vez enfriada y sacada del molde.

Por tanto, usando este procedimiento de "sinterización y esponjamiento", se pueden hacer recipientes moldeados, o similares, que tienen la resistencia estructural necesaria, junto con la resistencia a la corrosión, duración y otras calidades valiosas del material termoplástico, con polietileno en polvo, nylons en polvo, o similares, gastando solo una parte de los costes de la materia prima, y teniendo solo una parte del peso hasta ahora necesario.

Además, a medida que se forma la estructura de pared esponjada, se ha hallado que conserva suficientemente la forma, y es lo suficientemente tenaz como para cumularse hasta un espesor tan grande o mayor que el que se puede alcanzar por las prácticas de sinterización conocidas, sin aplastamiento en el molde.

Aún más, se ha hallado que la estructura de pared sinterizada esponjada se une tenazmente, a medida que se forma, con estructuras metálicas, por ejemplo un marco metálico de refuerzo incorporado en ella, de manera que se forma una unidad moldeada resistente, que soportará las tensiones del enfriamiento, nuevo calentamiento, y otros cambios de temperatura, sin desarrollar tensiones interio-



res que conducen al cuarteamiento por tensiones. Se ha hallado que hay un encogimiento notablemente pequeño en la estructura de pared sinterizada esponjada, a medida que se enfría. Por tanto, la presente invención

5 proporciona una forma de producir artículos valiosos, compuestos por estructuras termoplásticas y metálicas integradas. Por ejemplo, se pueden producir económicamente recipientes reforzados, o similares, de material termoplástico en polvo, en tamaños, con resistencias, y
10 para usos que no eran practicables hasta ahora.

En la práctica de la presente invención, igual que para la manufactura de recipientes moldeados de plástico, se carga en un molde hueco de chapa metálica, o similar, que tiene la forma de la configuración del artículo a producir, una mezcla del material termoplástico finamente dividido y el agente de hinchamiento finamente dividido, y luego se calienta exteriormente a una temperatura mayor que el intervalo de fusión del material termoplástico, al tiempo que se mantiene la mezcla continuamente
15 distribuída sobre la superficie interior del molde.

A medida que avanza el calentamiento a través de la pared del molde, y desde su superficie interior al material que está sobre ella, se constituye sobre la superficie caliente de moldeo una capa coherente, fundida y esponjada, de material termoplástico, por fusión de las partículas del material termoplástico y descomposición de las partículas del agente de hinchamiento entre las partículas de plástico unidas por coalescencia. Por posterior enfriamiento del molde, esta capa fundida se solidifica, convirtiéndose en una estructura de capa o pared re-
20
25
30

319152

11 M



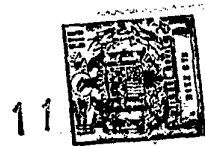
sistente, que tiene el cuerpo, espesor y resistencia necesarios para el artículo moldeado.

5 El material termoplástico finamente dividido a usar es uno que se una por coalescencia, formando por calentamiento una capa o película fundida. Es especialmente adecuado un polietileno en polvo o nylon en polvo, pero también se puede hacer uso de otras sustancias, tales como poliestireno en polvo o policloruro de vinilo en polvo, de la clase llamada "blando". Entre los polietileno-
10 nos adecuados se encuentran aquellos que tiene índices de fluidez iguales a 1, 2,7 y 20, y densidades de 0,918, 0,940 y 0,960. Se usa preferiblemente un polietileno de índice de fluidez igual a 2.

15 El material termoplástico se debe generalmente moler y tamizar a tamaños de partícula comprendidos aproximadamente entre 841 y 149 micras. En casos especiales se pueden usar gránulos de un diámetro de hasta aproximadamente 2 mm.

20 Después se puede obtener la mezcla necesaria según la invención, simplemente mezclando el material termoplástico finamente dividido con un agente de hinchamiento adecuado, en forma pulverulenta seca. La concentración del agente de hinchamiento puede estar comprendida entre tan poco como aproximadamente 0,25% sobre el peso del
25 material termoplástico, hasta aproximadamente 10% sobre igual base, pero, para los fines más prácticos, la cantidad de agente de hinchamiento a usar está comprendida aproximadamente entre 1 y 4%.

30 El agente de hinchamiento puede ser cualquier compuesto que se descomponga generando gas, a una tempera-



tura que pueda ser alcanzada en el molde caliente por el material termoplástico fundido de la mezcla. Según el punto de fusión del material termoplástico (es decir, la temperatura a la que empiezan a perder su identidad las partículas), y la temperatura y duración del calentamiento del molde, la temperatura de descomposición del agente de hinchamiento puede ser desde tan baja como aproximadamente 100°C hasta casi 400°C.

Se ha hallado con sorpresa que según la presente invención se puede usar con éxito un agente de hinchamiento que tenga una temperatura de descomposición técnica que sea de 5 a 40, preferiblemente de 10 a 20°C menor que el indicado punto de fusión del material termoplástico. Por ejemplo, un agente de hinchamiento que, como tal, tiene una temperatura de descomposición de 115°C, se ha usado con éxito para producir artículos sinterizados esponjados tanto de polietileno de baja densidad, que tiene un punto de fusión de aproximadamente 110°C, como de polietileno de alta densidad, que tiene un punto de fusión de aproximadamente 125°C. El agente de hinchamiento puede ser también uno que se descomponga a temperaturas mayores que el punto de fusión del material termoplástico, cuando se alcanza tal temperatura en el material fundido, en el transcurso de la constitución en el molde de una capa del espesor deseado. Sucede incluso que las mejores espumas se obtienen con agentes de hinchamiento de menor temperatura de descomposición.

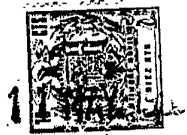
Entre los agentes de hinchamiento adecuados se encuentran, por ejemplo, los siguientes compuestos orgánicos que liberan nitrógeno: (1) un tiotriazol susti-

319152



5 tuído conocido bajo el nombre registrado "Porofor T.R."
(Bayer, Leverkusen, Alemania), que tiene una densidad
de 1,5, del cual se indica una temperatura de hincha-
miento (descomposición) de 115°C, y una generación teó-
rica de gas de 130 ml/g; (2) una 3,3'-disulfohidrazina
difenilsulfónica, conocida bajo el nombre registrado
"Porofor D 33", que tiene una densidad de 1,6, de la
cual se indica una temperatura de hinchamiento (descom-
posición) de 155°C, y una generación teórica de gas de
10 110 ml/g; (3) un compuesto de sulfohidrazida conocido
bajo el nombre registrado "Porofor S 44", que tiene una
densidad de 1,6, una temperatura de hinchamiento (descom-
posición) de aproximadamente 175°C, y una generación teó-
rica de gas de aproximadamente 120 ml/g; y (4) una azo-
15 dicarbonamida conocida bajo el nombre registrado "Porofor
ADC", que tiene una densidad de 1,6, de la que se indica
una temperatura de hinchamiento (descomposición) de apro-
ximadamente 210°C, y una generación teórica de gas de
aproximadamente 190 ml/g.

20 La cantidad de la mezcla a cargar en el molde,
y la forma de mantenerla distribuida sobre la superficie
de moldeo, dependen del método de moldeo por sinteriza-
ción a emplear. Por ejemplo, si el moldeo se ha de
hacer por "sinterización estática", el molde se llenará
25 normalmente de mezcla hasta el borde. Si se ha de
usar moldeo rotacional sencillo en un eje, generalmente
se llenará incompletamente el molde con mezcla, aunque
hasta más de la mitad, y se mantendrá en rotación du-
rante el calentamiento, para mantener distribuida la
30 mezcla sobre la superficie de moldeo. Si el moldeo



se vá a realizar por rotación del molde alrededor de 2
ejes simultáneamente, o por rotación alrededor de 1 eje
al tiempo que se balancea en un eje transversal, se pue-
de introducir en el molde antes del calentamiento una
5 carga medida de la mezcla, correspondiente a la cantidad
que vá a constituir el artículo moldeado. El compli-
cado movimiento del molde mantendrá entonces a la mezcla
continuamente distribuída sobre la superficie de moldeo,
mientras tienen lugar la fusión y esponjamiento del mate-
10 rial termoplástico.

En las prácticas de la presente invención en las
que la capa esponjada de material termoplástico constitu-
ye la totalidad de la estructura de pared moldeada del
recipiente, u otro artículo moldeado, el producto obteni-
15 do puede tener la forma y resistencia requeridas, y otras
calidades convenientes, intrínsecas al material termo-
plástico, pero sus superficies expuestas presentarán una
textura algo porosa o irregular, que tiende a estropear
su aspecto y, por tanto, su atractivo para ciertos usos.

20 Según una característica de la presente inven-
ción, se ha hallado que este aspecto poroso se puede eli-
minar, y sin embargo se conservan esencialmente las ven-
tajas de la estructura de pared esponjada, sinterizando
cargas sucesivas de material termoplástico finamente di-
25 vidido, una sobre otra, y fundida sobre la otra en el
mismo molde, estando al menos una de las cargas com-
puesta por una mezcla de la clase descrita, para formar
una capa esponjada en el molde, y estando compuesta al
menos otra de las cargas por material termoplástico fi-
30 namente dividido, sin agente de hinchamiento, para for-

319 152



mar un revestimiento cubriente relativamente denso, de forma integral con el interior, o el exterior, o con ambos lados de la capa esponjada.

5 La primera carga puede estar sólo compuesta de polvo termoplástico, al que se ha dado forma de capa de revestimiento fundida y densa, sobre la superficie del molde caliente. Puede estar seguida por una carga de la mezcla descrita, que formará una capa esponjada sobre e integralmente con la capa de revestimiento. Después se puede introducir en el molde una 10 tercera carga de sólo polvo termoplástico, fundiéndolo sobre el interior de la capa esponjada, para dar al artículo moldeado una estructura densa y lisa de aspecto agradable, en su interior igual que en el exterior, 15 aún cuando su espesor de pared está constituido en gran parte por la capa esponjada interpuesta, de densidad relativamente pequeña.

Otra ventaja del procedimiento en el que se hace uso de una o más cargas formadoras de revestimiento en cada ciclo de moldeo, consiste en que el material termoplástico a usar para la capa esponjada y para el o los 20 revestimientos cubrientes, se puede elegir de forma que dé al artículo moldeado cualquiera de diversas combinaciones convenientes de características físicas.

25 Por ejemplo, el artículo puede estar formado por un revestimiento exterior denso del polietileno de alta densidad sinterizado, sobre el cual ha sinterizado una capa esponjada de polietileno de baja densidad sinterizado, sobre el cual, a su vez, se ha sinterizado, en el 30 lado interior, un revestimiento denso de polietileno de

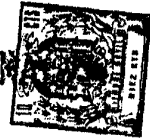


baja densidad; o bien, el revestimiento exterior puede ser de polietileno de baja densidad, la capa esponjada de polietileno de alta densidad, y el revestimiento interior de polietileno de alta densidad; o tanto el revestimiento exterior como la capa esponjada pueden ser de polietileno de alta densidad, y el revestimiento interior de polietileno de baja densidad. También se pueden usar las otras permutaciones posibles, todas sin dificultades producidas por las diferentes características de los materiales termoplásticos empleados. Una aplicación muy atractiva consiste en formar un revestimiento exterior de polietileno, luego una capa esponjada, y en el interior, en la superficie de la capa esponjada, una capa de nylon. En esta combinación fué especialmente muy satisfactorio el nylon 11, y produjo recipientes en los que se podía almacenar agua pura o leche, sin que tomaran sabor objetable, como sucede a menudo con los recipientes de polietileno puro.

Según otras realizaciones importantes de la invención, se hace uso del descubrimiento de que la estructura de pared sinterizada esponjada, obtenida como aquí se describe, se unirá tenazmente y permanecerá fuertemente unida a un marco de refuerzo presente en el molde en el que se está formando la capa esponjada, de manera que proporciona artículos duraderos, moldeados por sinterización, de mayor tamaño o de mayor rigidez que los que se pueden conseguir por las técnicas conocidas.

En los procedimientos en que se hace uso de este descubrimiento, se dispone un marco, hecho de fleje de hierro, acero u otro metal adecuado para reforzar el

319152 11



artículo a producir, en relación de poca separación respecto a la superficie interior de un molde que tenga la configuración del artículo, tras lo cual se carga en el molde una mezcla de un material termoplástico finamente dividido y agente de hinchamiento finamente dividido, del carácter ya descrito, y se calienta exteriormente hasta que se forma sobre la superficie de moldeo una capa fundida y esponjada de material termoplástico, en espesor tal que el marco quede incorporado o empotrado.

De nuevo, generalmente es ventajoso formar en el molde capas de revestimiento denso, de material termoplástico fundido, antes y después de formar en él la capa esponjada, de manera que el producto obtenido tras enfriamiento del molde tenga unidas entre sí las capas de revestimiento y la capa esponjada solidificadas, con el marco incorporado en la capa esponjada.

La producción de recipientes de polietileno sinterizado esponjado, o similares, reforzados por marcos incluidos en la sinterización, tal como aquí se expone, ofrece muchas ventajas. Se pueden hacer recipientes mucho mayores de lo que ha sido practicable antes de ahora. El coste para producirlos es considerablemente menor de lo que sería el coste de producción de unos recipientes de tamaño similar, con paredes de material termoplástico denso del mismo espesor. Sus superficies interior y exterior están compuestas enteramente de material termoplástico, que se puede seleccionar para darles calidades tales como la resistencia química necesaria para el uso a que se destinen, sin limitaciones por la ausencia de tales calidades en los marcos incorporados. La estructu-



ra de pared esponjada dá a los recipientes una capacidad de aislamiento térmico extraordinariamente alta, o baja conductividad térmica, lo que es importante en usos para contener baños líquidos calentados o refrigerados. Los marcos mantienen la forma deseada bajo cargas pesadas, o durante amplios cambios de temperatura; sin embargo, no hay problemas de cuarteamiento por tensiones. Además, el marco incorporado en la sinterización proporciona un medio para soportar diversas estructuras auxiliares, que se pueden unir a, o formar en los recipientes. Por ejemplo, se pueden montar puertas en los marcos; se pueden unir ganchos a los mismos, para permitir la elevación de grandes recipientes de transporte producidos según la invención.

Los principios de la invención, y formas adecuadas de llevarlas a la práctica, serán más evidentes por los siguientes ejemplos detallados, que se destinan a ilustración y no a limitación de su ámbito.

EJEMPLO 1

Un molde de chapa metálica, de forma cúbica, que tenía la parte superior abierta y unas dimensiones de 50x50x50 cm, se llenó hasta el borde de una mezcla de polietileno de baja densidad en polvo (densidad, 0,918; índice de fluidez, 2) y 2% en peso de un agente de hinchamiento en polvo (Porofor D 33), que tiene una temperatura de descomposición de 155°C.

El molde lleno se situó en una estufa a temperatura de 325°C, y se calentó allí durante 12 min. Después se casó de la estufa, se retiró el polvo no sin-

319152



5 terizado, y se enfrió el molde al aire. Se había formado una capa sinterizada esponjada de polietileno, en espesor considerable, sobre todo en el interior del molde. Debido al calor contenido en esta capa, su superficie interior quedó lisa después del enfriamiento.

10 Después de enfriar se sacó fácilmente del molde un recipiente de buena calidad, constituido por la capa de polietileno esponjado. Se halló que el producto tenía densidades de 0,31, 0,32, 0,33 y 0,31 en diferentes puntos de sus paredes laterales, y de 0,32, 0,34, 0,32 y 0,33 en diferentes puntos de la pared del fondo. El espesor de las paredes laterales fué de $9,2 \pm 0,1$ mm, y el espesor de la pared del fondo fué de 15 $9,0 \pm 0,1$ mm.

La pared esponjada del fondo parecía tener una densidad ligeramente mayor, como resultado del peso de la masa de polvo que descansaba sobre ella a medida que se formaba el molde.

EJEMPLO 2

20 A. Se montó un molde, de la forma y dimensiones indicadas en el Ejemplo 1, sobre un árbol, de forma que pudiera girar alrededor de un eje central. En el molde se cargó, hasta que estuvo lleno en sus tres cuartos, una mezcla de polietileno de baja densidad en 25 polvo (densidad, 0,918; índice de fluidez, 2), y 2% en peso de un agente de hinchamiento en polvo (Porofor T.R.), que tiene una temperatura de descomposición de 115°C . Después se aplicó una tapa, aislada por una ca-



pa de amianto, para cerrar la parte superior del molde, y el conjunto se situó en una estufa a temperatura de 300°C, y se sometió en ella a rotación, a velocidad de 1 rpm durante 14 min. Después se sacó el molde de la estufa, y se retiró el polvo no sinterizado.

Después del enfriamiento, se pudo sacar fácilmente del molde un recipiente que tenía una estructura de pared sinterizada esponjada. Los espesores de la pared lateral y pared del fondo de este producto estuvieron todos comprendidos entre 8,2 y 8,4 mm. La densidad de la estructura de pared esponjada fué de $0,31 \pm 0,02$.

B. Las mismas operaciones descritas en el Ejemplo 2 A se realizaron usando una mezcla de polietileno de baja densidad, que tenía un índice de fluidez igual a 7, con 2% de un agente de hinchamiento que tenía una temperatura de descomposición de 155°C. También en este caso se obtuvo un recipiente moldeado de excelente calidad, que tenía una estructura robusta de pared esponjada, de espesor sustancialmente uniforme, pero de densidad relativamente pequeña y poco peso.

C. Las operaciones descritas en el Ejemplo 2 A se repitieron usando un molde cilíndrico que tenía una altura de 65 cm y un diámetro de 38 cm, en vez de un molde de forma cúbica. De nuevo, se obtuvo un recipiente de excelente calidad, compuesto por una capa esponjada robusta de polietileno, que tenía espesor sustancialmente uniforme y pequeña densidad.

EJEMPLO 3

Se realizaron las operaciones descritas en el

319152



Ejemplo 2 A, prolongando el calentamiento en la estufa, con el fin de aumentar el espesor de la estructura de pared esponjada constituida en el molde. Se duplicó el período de calentamiento, durando 28 min en vez de 14 min. De todas formas se obtuvo un recipiente de gran calidad, que tenía espesores de 12,5 a 12,7 mm en sus paredes laterales, y de 12,4 a 12,6 en la pared del fondo. No hubo evidencia de que hubiera habido aplastamiento en el molde.

El espesor de pared así obtenido fué considerablemente mayor que el que es factible según las técnicas conocidas de moldeo por sinterización. El espesor no aumentó en proporción directa al aumento del período de calentamiento, debido a la relativamente pequeña conductividad térmica del material termoplástico esponjado sobre la superficie de moldeo calentada.

La densidad del material esponjado ascendió a $0,29 \pm 0,03$.

EJEMPLO 4

A. Se realizaron operaciones como las descritas en el Ejemplo 2 A, usando una mezcla de polietileno de alta densidad de polvo (densidad, 0,94; índice de fluidez, 6), con 2% de un agente de hinchamiento en polvo, que tenía una temperatura de descomposición de 155°C. De nuevo, se obtuvo un recipiente de buena calidad. Su estructura de pared esponjada tenía una densidad de $0,42 \pm 0,03$.

B. Se realizaron las mismas operaciones usando una mezcla de otro polietileno de alta densidad en

319152



polvo (densidad, 0,950; índice de fluidez, 3) con 2% del mismo agente de hinchamiento. De nuevo, se obtuvo un recipiente de buena calidad, cuya estructura de pared esponjada tenía una densidad de $0,46 \pm 0,04$.

5 C. Se realizaron las mismas operaciones descritas en el Ejemplo 4 A, estando el agente de hinchamiento presente en la mezcla en concentración del 3% en vez del 2%. Se obtuvo de nuevo un recipiente de buena calidad. Su estructura de pared esponjada tenía una densidad de
10 $0,32 \pm 0,04$.

EJEMPLO 5

Se repitieron las operaciones descritas en el Ejemplo 1, usando una mezcla de nylon 11 en polvo (Rilsan) con 2% de un agente de hinchamiento en polvo (Porofor ADC) que tenía una temperatura de descomposición de aproximada-
15 mente 210 a 215°C. Se obtuvo un recipiente que tenía una estructura de pared esponjada de excelente calidad, siendo la densidad de esta estructura igual a 0,8.

EJEMPLO 6

Un molde de chapa metálica, cuya forma era la configuración de un recipiente, se llenó hasta el borde
20 de polietileno de alta densidad en polvo (densidad, 0,941; índice de fluidez, 6). Después se calentó exteriormente el molde en una estufa a 320°C, durante 2 min, para formar una capa de revestimiento fundida, del polietileno de alta densidad, sobre su superficie interior.

25 Después se sacó el polvo no fundido, y se volvió a llenar el molde hasta el borde, esta vez con una mezcla

319 152

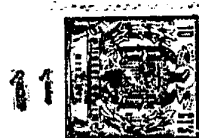


de polietileno de baja densidad en polvo (densidad, 0,918; índice de fluidez, 2), con 2% de un agente de hinchamiento que tenía una temperatura de descomposición de 115°C. El molde nuevamente se calentó ahora en la misma estufa, durante 6 min, tras lo cual volvió a vaciarse del polvo no fundido, y se llenó después con una tercera carga, compuesta por otro polietileno de baja densidad (densidad, 0,918; índice de fluidez, 7).

Después de un tercer período de calentamiento de 2 min en la estufa, se sacó el molde de la estufa, se vació del polvo no fundido, y se volvió a llevar a la estufa para otro período de calentamiento de 2 min, para alisar la superficie interior de la estructura de pared de plástico fundido allí formada. Después se enfrió el molde al aire, y se sacó el producto.

De esta forma se obtuvo un recipiente que tenía capas de revestimiento denso, de aproximadamente 1 mm de espesor, sobre los lados interior y exterior, y que tenía entre los revestimientos una capa esponjada de aproximadamente 6 mm de espesor. Cada uno de los revestimientos estaba inseparablemente unido a la capa esponjada. Tanto el interior como el exterior del recipiente presentaban superficies lisas, que no daban impresión de la presencia de una capa esponjada, o de porosidad en la estructura de la pared.

Se realizaron esencialmente las mismas operaciones, con resultados análogos, usando otras combinaciones de polietilenos para formar productos sinterizados compuestos por capas de revestimiento, que tenían capas esponjadas inseparablemente emparedadas entre ellas. Se unió



una capa de revestimiento exterior de polietileno de baja densidad sinterizado con una capa sinterizada esponjada de polietileno de alta densidad, que a su vez se cubrió con una capa de revestimiento de polietileno de alta densidad sinterizado. Se unió una capa de revestimiento exterior de polietileno de alta densidad con una capa sinterizada esponjada de polietileno de alta densidad, cubierta por una capa de revestimiento interior de polietileno de baja densidad. Estas operaciones, y otras usando todavía otras combinaciones de materiales para las cargas sucesivas del molde, transcurrieron en todos los casos sin dificultades, y en todos los casos se obtuvo un producto esponjado laminar característico, de buena calidad.

EJEMPLO 7

A. Se formó un molde hueco cilíndrico, de 75 cm de longitud y 35 cm de diámetro, con una abertura central de 10 cm de diámetro en un extremo, a través de la cual se podía cargar polvo en el molde. Se cargaron en el molde 2,0 kg de polvo de polietileno de baja densidad (densidad, 0,918; índice de fluidez, 2), y luego se calentó localmente mediante llamas exteriores, en el aparato que se muestra en la figura 2a, durante 3 min, al tiempo que se hacía rodar alrededor de su eje longitudinal y se balanceaba según un eje transversal, en un aparato según la Patente U.S. antes mencionada.

Después, sin interrumpir los movimientos, se introdujo en el molde, a través de su abertura del extremo, otra carga de 2 kg del polvo de polietileno de baja

319152



densidad, mezclados con 2% de un agente de hinchamiento en polvo, que tenía una temperatura de descomposición de 115°C, y se continuó el calentamiento durante otro período de 14 mn.

5 Después se introdujo una tercera carga de 2,0 kg de polvo de polietileno de baja densidad sólo, y se continuó el calentamiento durante otros 5 min. Luego se interrumpió el calentamiento, y se enfrió el molde al aire, mientras continuaba en rotación. Después se sacó del aparato, y se sacó de él el producto moldeado.

10 El producto fué un recipiente cilíndrico que tenía una abertura de 10 cm de anchura en un extremo, obtenido por sinterización de 6,0 kg de polietileno en un período total de calentamiento de 21 min. La estructura de la pared estaba compuesta por capas lisas de revestimiento exterior e interior, cada una de aproximadamente 2 mm de espesor, unidas a una capa esponjada intermedia de aproximadamente 6 mm de espesor. El recipiente tenía excelente aspecto, y excelentes calidades físicas.

20 B. Se efectuaron operaciones similares a las descritas en el Ejemplo 7 A, y se obtuvieron productos de esencialmente la misma naturaleza, usando el método de moldeo de doble rotación.

25 Cuando se usa tal método, corrientemente se ha de parar y abrir el molde después de la sinterización de cada carga de polvo de moldeo, para introducir en el molde la carga siguiente; como alternativa, las cargas de polvo de moldeo que han de constituir la capa esponjada y la capa de revestimiento interior del producto se pueden almacenar en el molde, en puntos lejanos de su superficie

30



calentada, hasta que se forme la capa de revestimiento exterior, y se puede liberar cada una de ellas después de un intervalo adecuado, de manera que se distribuyan y fundan sobre la superficie de moldeo después de haberse fundido sobre ella la carga precedente.

5

EJEMPLO 8

Se dispone de un molde de chapa metálica, de forma de hexaedro, con dimensiones interiores de 100x100x100 cm, y que tenía una abertura central de 50 cm de diámetro en un extremo, para la producción de recipientes moldeados de polietileno, capaces de contener al menos 900 litros de ácido u otro líquido corrosivo.

10

El espesor de pared necesario para producir tales recipientes de polietileno sólo, con la resistencia necesaria para evitar su deformación en servicio, haría prohibitivo el coste de los recipientes. Sin embargo, hasta ahora no ha sido práctico usar marcos de hierro o similares, relativamente baratos, para hacer tales recipientes, debido a la necesidad de proporcionar en los marcos un revestimiento de protección, y unirlos después a la estructura de la pared moldeada de los recipientes, o bien incorporarlos dentro de aquellas estructuras de pared. Esto último no ha sido práctica, debido a la tendencia del producto a experimentar cuarteamiento, debido a la gran diferencia (aproximadamente de 10 veces) de los coeficientes de expansión térmica de, por ejemplo, el hierro y el polietileno.

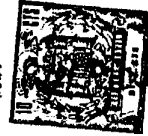
15

20

25

Se hizo con fleje de acero moldeado, de 4 mm de espesor y 25 mm de anchura, un marco reticulado que

319 152



5 tenía unas dimensiones exteriores menores que las dimensiones interiores del molde, en 5 mm. Este marco se fijó en el molde, con sus elementos uniformemente separados de la superficie interior del molde. Después se montó el molde en unos anillos de soporte, se situó en un aparato de moldeo "por balanceo y rotación", se cargaron 15 kg de polietileno de alta densidad en polvo (densidad, 0,950; índice de fluidez, 3) y se calentó por llamas exteriores, al tiempo que se sometía a balanceo y rotación en el aparato.

10 Después de 4,5 min de calentamiento, se introdujeron en el molde 13 kg de una mezcla de polvo de polietileno de baja densidad (densidad, 0,918; índice de fluidez, 2), con 2% de un agente de hinchamiento en polvo, que tenía una temperatura de descomposición de 115°C, y se continuaron el calentamiento y movimiento durante 20 min.

15 Luego se cargaron en el molde 10 kg de dicho polvo de polietileno de alta densidad, y se continuó el calentamiento y movimiento durante otro período de 15 min. Luego se detuvo el calentamiento, y el molde, en rotación continua, se enfrió mediante una corriente de aire soplada contra él.

20 Después del enfriamiento, se sacó el molde del aparato de moldeo, y se sacó del molde un recipiente de polietileno moldeado, de gran tamaño, que tenía extraordinarias calidades de resistencia y duración. El marco estaba incorporado dentro de, y firmemente unido a una capa esponjada de polietileno de aproximadamente 8 mm de espesor, que a su vez estaba unida por sus lados in-

30



terior y exterior a capas de revestimiento de aproximada-
mente 2 y 3 mm de espesor, respectivamente. Las capas
de revestimiento presentaban superficies exteriores lisas,
y apenas hacían perceptible a la vista la presencia del
5 marco. Aunque el marco estaba fuertemente unido a la
capa esponjada en cuyo interior estaba incorporado, no
hubo evidencia de tensiones que pudieran causar cuarteaa-
miento u otros defectos en la estructura de pared moldeaa-
da.

10 En los dibujos adjuntos se presentan ilustracio-
nes esquemáticas de operaciones de moldeo que se realizan,
y de ciertos productos moldeados obtenidos según la pre-
sente invención.

En los dibujos:

15 La figura 1a es una vista esquemática de una
operación de moldeo según el Ejemplo 1.

La figura 1b es una vista esquemática en sección
transversal de un recipiente moldeado de material termo-
plástico esponjado, producido por tal operación.

20 La figura 2a es una vista esquemática de opera-
ciones de moldeo según el Ejemplo 7.

La figura 2b es una vista esquemática en sección
transversal de un producto moldeado laminar, tal como se
obtiene por tales operaciones.

25 La figura 3 es una vista esquemática en sección
transversal de un recipiente moldeado reforzado, produci-
do según el Ejemplo 8.

30 Y la figura 4 es una vista esquemática aumentada
de una parte de dicho recipiente, indicada con el círculo
en la figura 3.

319152



11 MAR

5 En la figura 1a, 3 es el horno en el que el molde 1, lleno de una mezcla en polvo de polietileno y agente de hinchamiento, 2, se calienta a la temperatura deseada. La operación de sacarlo del horno se puede hacer tirando de 5 hacia arriba, que también arrastra a la tapa 4.

En la figura 1b se muestra un recipiente moldeado de un material termoplástico esponjado 2.

10 En la figura 2a se muestra una vista esquemática de un aparato de balanceo y rotación, usado en el Ejemplo 7. El molde 1 descansa sobre unos rodillos 12 rotatorios, dispuestos en un marco de balanceo 14 con el mecanismo 13 de accionamiento. El calentamiento se hace con llamas de gas 9, que se pueden situar por encima o debajo del molde en rotación. Las paredes laterales se pueden calentar con llamas de gas 15. Si no se calientan las paredes laterales, se forma en el molde un tubo circular; en caso contrario, un recipiente cerrado con una abertura 10 a través de la cual se pueden introducir en el molde la carga o las cargas. El marco de balanceo 14 descansa sobre un soporte 11. Los quemadores de gas siguen el movimiento de balanceo, pero no el de rotación.

25 En la figura 2b se muestra en sección transversal un recipiente compuesto por una capa sinterizada esponjada de polietileno 2, cubierta en ambos lados por una capa densa de polietileno, 6 y 7.

30 En la figura 3 se muestra un marco 16 de refuerzo, dentro de una capa esponjada 2, situada entre un revestimiento interior de polietileno denso, 7, y uno

319152,



exterior, 6.

En la figura 4 se muestra un marco 16 de refuerzo, incorporado dentro de una capa esponjada 2, cubierta en ambos lados por capas densas 6 y 7.

5 Aunque en lo que antecede se han descrito, y en los dibujos adjuntos se han ilustrado, diversos detalles de realizaciones preferidas de la presente invención, se entenderá que la invención se puede practicar en otras formas diversas, y para la producción de recipientes moldeados y de otros artículos que tienen una amplia variedad de formas, sin salir de las contribuciones aquí expuestas y definidas por las reivindicaciones adjuntas.

10 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 3 de Noviembre de 1964, con el número 408.489, se acoge a los beneficios del Art. 15 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

N O T A

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

20 1.- Un procedimiento para producir artículos moldeados de material termoplástico parcial o completamente

319152



5 esponjado de acuerdo con el procedimiento de sinterización, caracterizado porque al menos durante parte del proceso de moldeo se introduce en el molde una mezcla íntima de un material termoplástico finamente dividido y un agente de hinchamiento finamente dividido, molde que se calienta desde el exterior hasta una temperatura tal que dicha mezcla íntima se agrupará o reunirá para formar una mezcla esponjada unida por fusión dentro de dicho molde.

10 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la capa esponjada se forma por sinterización sobre una densa capa termoplástica preformada producida en y cubriendo el interior del molde.

15 3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-2, caracterizado porque sobre la capa esponjada preformada se forma por sinterización una capa o recubrimiento de material termoplástico denso.

20 4.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque se forma la capa esponjada a partir de un polialqueno y un agente de hinchamiento.

25 5.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque el material termoplástico está en el margen de 841-149 micras y se mezcla con 0,25-10%, preferiblemente 1-4% en peso de un agente de hinchamiento.

30 6.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque se utiliza un agente de hinchamiento, que, tomado separadamente, produce el gas de hinchamiento a una temperatura que está 10-20°C por

319152

11



debajo del punto de reblandecimiento del termoplástico.

5 7.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-6, caracterizado porque en el mismo molde se sinteriza sobre una densa capa de polialqueno una capa esponjada de polialqueno y sobre dicha capa esponjada se sinteriza una capa de polímero, preferiblemente polímero de ácido 11-aminoundecanoico.

10 8.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-7, caracterizado porque la capa esponjada se sinteriza sobre un armazón de refuerzo situado dentro del molde.

15 9.- Un procedimiento para producir artículos moldeados de material termoplástico parcial o completamente esponjado.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 11 MAY. 1900

P.A.

Alcorta de Elizabeta
Fm. Poder.

MES. 11/00

ESCALA VARIABLE

Alberto de Echeburua
 Prop. Int. No. 100.000

Fig: 3

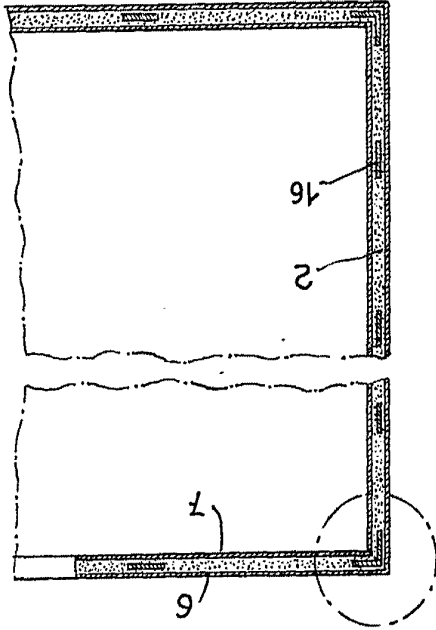


Fig: 4

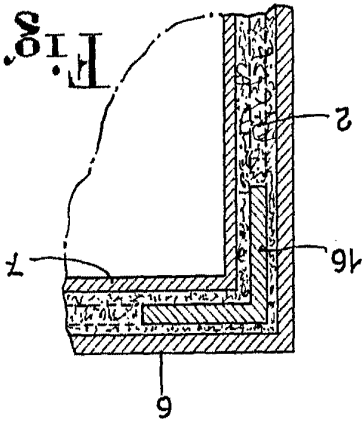


Fig: 2a

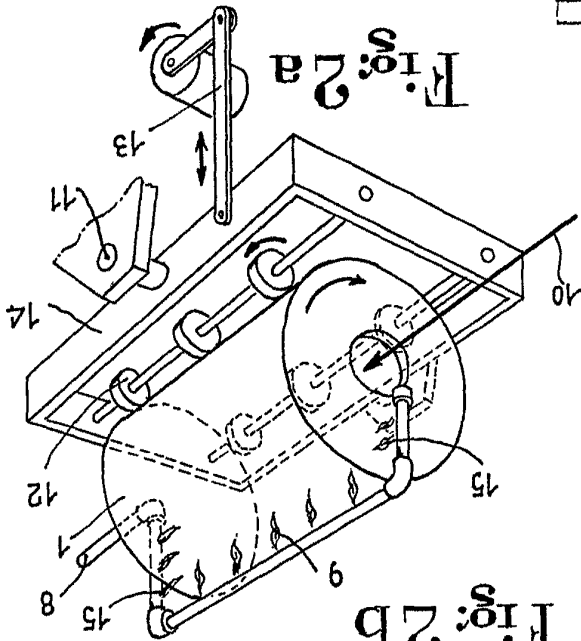


Fig: 2b

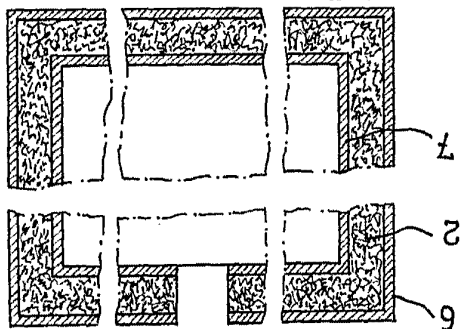


Fig: 1b

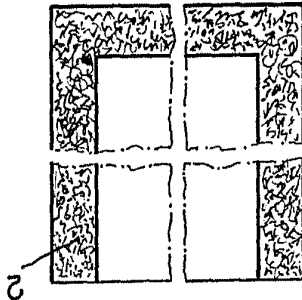
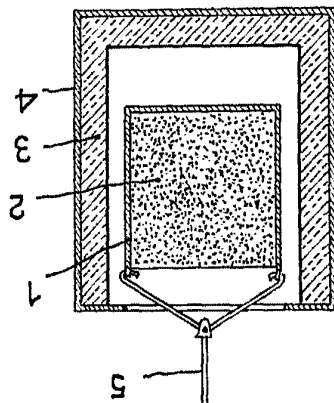


Fig: 1a



HOJA UNICA

310152

I/I

REPRODUCIDA EN SU ENTIDAD ORIGINAL