



P-31.389

V-5934-0

324095

4 ABR. 1966

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 11 de marzo de 1.966, con el núm. 324.095

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de UNION CARBIDE CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 270 Park Avenue, Nueva York, N.Y.,  
por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA ORIENTAR BIAXIALMENTE UN  
TUBO DE MATERIAL TERMOPLASTICO".

---

Este invento se refiere a tubo orientado biaxialmente de material termoplástico producido mediante las técnicas de orientación tubular, y más especialmente a la orientación biaxial de películas de polietileno tubular de baja densidad.

5

El procedimiento de orientar biaxialmente películas a partir de una diversidad de materiales termoplás-



5 ticos es bien conocido, como lo son las ventajas de las películas orientadas biaxialmente así producidas. Las películas orientadas biaxialmente de polipropileno, polietileno de alta densidad, poliestireno y poli (cloruro de vinilideno) han obtenido considerable aceptación comercial.

10 El polietileno de baja densidad tiene ventajas bien conocidas, por ejemplo, tenacidad a baja temperatura, resistencia y coste relativamente bajo. La conveniencia de usar tal película en el envasado, en particular en aplicaciones a baja temperatura y en aplicaciones de encogimiento cuando se requieren elevados porcentajes de encogimiento acompañados de una fuerza de encogimiento grande, juntamente con sus otras ventajas conocidas, hacen recomendable el polietileno de baja densidad para la producción de película orientada biaxialmente.

15 No obstante, el polietileno de baja densidad orientado biaxialmente tubular no se ha producido hasta el presente satisfactoriamente desde un punto de vista comercial. Los tubos de polietileno de baja densidad han sido orientados biaxialmente por el método de la técnica anterior de hacer pasar el tubo, conteniendo una "burbuja aislada", a través de un calentador radiante de una sola pila y expandir radialmente el tubo en el punto de estirado. Sin embargo, las relaciones de expansión eran incontrolables debido a que no se controlaban la temperatura de estirado, o temperatura de expansión, y solamente se producía película delgada de espesor inferior a 0,025 mm., como por ejemplo de 0,012 mm. Para el envasado de ciertos alimentos, tal como pavos por ejemplo, se requiere que la

20

25

30 película orientada tenga un espesor de aproximadamente

324095

4 A



0,037 mm. o mayor, para conseguir mayores resistencia, du-  
rabilidad mecánica y resistencia a la perforación. Además,  
se requiere un elevado encogimiento acompañado de una fuer-  
za de encogimiento grande a 90°C para obtener un envasado  
5 que proteja adecuadamente el contenido durante el almace-  
namiento, en particular a bajas temperaturas. Debe hacerse  
notar que el polietileno de baja densidad, cuando es irra-  
diado, puede ser y ha sido orientado biaxialmente, pero és  
ta no es una solución totalmente satisfactoria pues el ma-  
10 terial irradiado es relativamente caro, y la película final  
es más difícil de soldar por calor. Un medio para diferen-  
ciar el polietileno irradiado de aquél que no ha sido irra-  
diado es la prueba de solubilidad en xileno. La expresión  
"solubilidad en xileno" se refiere a la solubilidad en xi-  
15 leno en ebullición a una temperatura entre 137°C y 140°C.  
Esta prueba se usa aquí para determinar la extensión máxi-  
ma de reticulación en la película recién extruída, y, por  
consiguiente, la capacidad de fusión y de soldadura por ca-  
lor. Puesto que la irradiación del material termoplástico  
20 aumenta la extensión de la reticulación, la prueba de la  
solubilidad en xileno sirve como indicación de la ausencia  
de irradiación apreciable.

El objeto de este invento es proporcionar un mé-  
todo que haga posible orientar biaxialmente tubo de resi-  
25 nas de polietileno de baja densidad, especialmente en pelí-  
culas gruesas. Las películas orientadas biaxialmente del -  
presente invento son de mayor espesor, con un control de -  
calibre relativamente uniforme y de propiedades mejoradas,  
tales como la claridad, el brillo, el encogimiento, la fuer-  
30 za de encogimiento y la resistencia a la tracción.



Los objetos del invento se logran mediante mejoras en lo que a veces se ha designado como el método de "doble burbuja" para orientar biaxialmente películas de termoplástico, en el cual se forma primeramente un tubo primario por extrusión de masa fundida desde una hilera, se infla mediante la admisión de aire, se enfría, se aplasta y luego se vuelve a inflar para formar en él una burbuja aislada, y el tubo vuelto a inflar se hace avanzar a través de una zona de calentamiento para aumentar la temperatura de la película hasta su temperatura de estirado. En una zona de estirado o expansión se expande el tubo radialmente, tanto en la dirección transversal como en la dirección de la máquina, a una temperatura tal que se produce la orientación en ambas direcciones, viniendo acompañada la expansión del tubo por una disminución brusca de espesor en el punto de estirado.

Se ha comprobado ahora que los objetos antes mencionados pueden lograrse mediante un control estricto y cuidadoso de la temperatura de la película a medida que esta avanza a través de la zona de calentamiento. El término zona de calentamiento se usa para definir la región que incluye tanto la zona de calentamiento preliminar del tubo primario hasta la temperatura de estirado, como también la zona de estirado o expansión.

En consecuencia, el presente invento proporciona un procedimiento para orientar biaxialmente un tubo de material termoplástico haciendo pasar un tubo inflado a través de una zona de calentamiento y estirando biaxialmente el tubo inflado calentado, que comprende poner en contacto el tubo en la zona de calentamiento con una corriente de fluido refrigerante a una temperatura inferior a la del

324095



tubo y mantener la temperatura del fluido refrigerante en dicha zona de calentamiento a una temperatura inferior a la del tubo, introduciendo fluido refrigerante adicional en la zona de calentamiento.

5 El presente invento proporciona además un aparato para orientar biaxialmente un tubo de material termoplástico, que comprende un dispositivo calentador radiante alargado que tiene un paso alargado para el tubo inflado que se extiende a su través a lo largo de eje geométrico longitudinal del dispositivo calentador, estando abierto el paso por ambos extremos del mismo y teniendo un área de sección transversal mayor que el área de la sección transversal del tubo inflado, formando el extremo de entrada del paso una lumbrera de entrada para una corriente de fluido refrigerante y para el tubo, y un conducto dispuesto en el dispositivo calentador por encima del extremo de entrada del paso y provisto de un orificio que comunica con dicho paso para introducción de fluido refrigerante adicional en el paso.

10  
15  
20 La temperatura del fluido refrigerante en la zona de estirado es al menos  $5,5^{\circ}\text{C}$  inferior a la del tubo en el punto de estirado.

25 De preferencia el fluido refrigerante es aire, y se sopla una corriente de aire a gran velocidad en una dirección ascendente en general, hacia la parte extendida radialmente del tubo, atrayendo dicho aire a gran velocidad en la zona de calentamiento, por aspiración, una pluralidad de corrientes de aire adicionales a la zona de calentamiento en posiciones espaciadas hacia arriba de la posición en la cual dicho fluido refrigerante entra en la zona

30



na de calentamiento. Cada una de las corrientes adiconales de aire es en tal cantidad y a una temperatura tal que hace que la temperatura de dicho fluido refrigerante sea sustancialmente disminuída en dichas posiciones espaciadas.

5 A continuación se describirá más detalladamente el presente invento con referencia a los dibujos que se acompañan, en los que:

La Fig. 1 es una ilustración esquemática de un aparato adecuado para la puesta en práctica del invento; mostrando, además de otros elementos, un extruidor;

10

La Fig. 2 es una vista detallada ampliada parcialmente en sección, del extruidor de la Fig. 1.

La Fig. 3 es una ilustración esquemática de una modificación de aparato adecuada para orientar tubo de acuerdo con el invento; y

15

La Fig. 4 es una vista fragmentada, detallada y ampliada, parcialmente en sección, de un anillo de aire.

El tubo primario puede hacerse por cualquiera de las técnicas conocidas para la extrusión de película de plástico tubular. Por ejemplo, como se ve en las Figs. 1 y 2, el polímero es alimentado a un extruidor donde es calentado a una temperatura apropiada, por ejemplo de 50°C a 70°C por encima del punto de fusión del polímero, para producir la fusión del mismo. El extruidor puede estar provisto de una cámara encamisada 10 a través de la cual circula un medio de calentamiento. La rotación del tornillo 8 obliga a pasar al polímero fundido a través de una hilera 12, la cual está provista de un orificio central 14 que, a su vez, está conectada a un suministro de aire 16. El tu

20

25

30

324095



bo resultante 20 es inflado o expandido introduciendo aire en el interior del mismo en cantidad suficiente para conseguir el diámetro deseado. El tubo inflado 20 es atraído hacia arriba e interiormente a través de un anillo refrigerante 22 por un par de rodillos aplastadores giratorios 24, los cuales sirven además para aplastar el tubo y retener el aire en la porción de tubo comprendida entre los rodillos aplastadores y la hilera. El aire de refrigeración es suministrado al anillo refrigerante 22 y pasa desde él a través de perforaciones a la superficie exterior del tubo 20. La corriente de aire de refrigeración constituye una zona de enfriamiento que sirve para enfriar o solidificar el tubo plástico en expansión a la temperatura deseada. La película puede ser recogida en carrete y luego orientada por separado, o bien puede orientarse en línea como se ha ilustrado en la Fig. 1.

Para orientar en línea, el tubo primario aplastado pasa luego sobre rodillos de guía adecuados 26 a rodillos aplastadores accionados 28, luego es vuelto a inflar para formar una burbuja secundaria la cual es aspirada verticalmente hacia arriba a través de calentadores cilíndricos radiantes, con lo que la película es nuevamente calentada hasta una temperatura a la cual la película se convierte en estirable y se orienta al ser estirada, pero inferior a la temperatura a la cual la película simplemente se adelgaza al ser estirada, sin orientación apreciable.

El tubo es enfriado durante su recorrido hacia arriba a través del sistema calentador, mediante aire que es atraído a la zona de calentador debido a un efecto de chimenea y debido a un efecto de aspiración originado por



el aire soplado a través de un anillo de aire 50, como se describe más detalladamente en lo que sigue.

El tubo establece luego contacto con una serie de rodillos convergentes 32 y es aplanado mediante rodillos aplastadores accionados 34. La velocidad periférica de los rodillos aplastadores 34 es mayor que la de los rodillos aplastadores 28 a fin de recoger la holgura formada durante el estiramiento biaxial, o de comunicar un estiramiento adicional en la dirección de la máquina. Así, la orientación deseada de la película se produce durante su paso a través del aparato entre los rodillos aplastadores 28 y 34 (dirección de la máquina) así como transversalmente a ésta (dirección transversal). Después de pasar a través de los rodillos aplastadores 34, el tubo es hecho pasar sobre rodillos de guía adecuados 36 y es arrollado en un carrete de arrollamiento cuya tensión es controlada. Si se desea lámina, el tubo puede ser hendido después de pasar a través de los rodillos aplastadores 34.

El control de temperatura del invento puede proveerse, por ejemplo, como se ha ilustrado con detalle en la Fig. 3, mediante un sistema 30 de calentador radiante cilíndrico que comprende una pluralidad de calentadores radiantes cilíndricos 42, 44, 46 y 48 espaciados entre sí y que tienen un paso central longitudinal para el tubo. Cada uno de tales calentadores incluye una serie de elementos 65 de resistencia eléctrica espaciados por igual en torno a la circunferencia del calentador, y por tanto alrededor del paso central que hay en éste y controlado mediante un control de tipo de transformador conocido (no representado). La superficie de pared interna de cada calen-

324095



5           tador radiante está preferiblemente provista de un enrejillado 63 detrás del cual están colocados los elementos de calentamiento 65. El diámetro del paso central es suficientemente grande para permitir que el tubo en su estado de distendido radialmente pase a su través con holgura.

10           Como anteriormente se ha indicado, un elemento esencial del invento es la provisión de una corriente de refrigerante a gran velocidad, tal como de aire, el cual es introducido adyacente a la columna en movimiento hacia arriba de tubo, a fin de hacer que el refrigerante incida sobre el tubo que está siendo calentado y también en las proximidades de la zona de estirado. Como se ha ilustrado en la Fig. 3, esa corriente de aire puede ser introducida entre los calentadores 44, 46 por medio de un anillo de

15           aire 50, provisto de un compresor o soplador 51. Así, al avanzar el tubo 20 hacia los rodillos aplastadores 34, es circundado por una corriente de aire que se mueve hacia arriba. Esa corriente de aire está compuesta en parte por aire ambiente aspirado hacia dentro alrededor del tubo 20

20           por el movimiento hacia arriba del tubo, por el efecto de chimenea de los calentadores radiantes y en parte por aire inducido por el paso de la corriente de gran velocidad que sale desde el anillo de aire 50. Los calentadores están situados y ajustados de manera que la corriente de aire inicialmente a la temperatura ambiente permanece siem-

25           pre a una temperatura inferior a la del tubo en la zona de estirado, sirviendo así para controlar la temperatura del tubo y para evitar el sobrecalentamiento del tubo en la zona de estirado.

30           El anillo de aire, como se ha ilustrado en la Fig. 4, tiene un orificio ranurado 55. El ángulo que el



plano del orificio ranurado forma con el eje geométrico del tubo que se mueve hacia arriba 20 y el sistema calentador 30, no es crítico en tanto que la gran velocidad de la corriente de aire esté dirigida en una dirección ascendente en general.

El aire ambiente, debido al paso del tubo y debido al efecto de chimenea, es introducido bajo el calentador 48, como se ha indicado mediante las flechas 60, entre los calentadores 46 y 48, como se ha indicado mediante las flechas 62, entre los calentadores 44 y 46 como se ha indicado mediante las flechas 64, y entre los calentadores 42 y 44 como se ha indicado mediante las flechas 66.

El volumen de aire entregado por el soplador o compresor 51 no es preciso que sea grande en comparación con los flujos antes mencionados de aire ambiente. El flujo de aire introducido por la corriente de aire de gran velocidad indicada mediante las flechas 68, en combinación con los otros flujos de aire, produce el efecto refrigerante deseado.

El tubo 20 es así enfriado por el flujo ascendente de aire durante su ascensión a través del sistema calentador 30.

Se prefiere enfriar rápidamente en tubo expandido después de terminada la expansión, para producir película que tenga un máximo de encogimiento al evitarse el recogido.

Puede proveerse un anillo de aire 53, como se ha ilustrado en la Fig. 3, a fin de enfriar rápidamente el tubo y estabilizar el soplo de aire y la burbuja, si así se desea. Un sistema de escape 54, además de servir

324095



para retirar el aire calentado, puede contribuir también algo al flujo hacia arriba de aire a través del sistema calentador 30, debido a su efecto de vacío.

5 En el caso de que el porcentaje de encogimiento de la película a una temperatura particular sea superior al valor deseado, la película puede ser recogida en cualquier manera de las bien conocidas en la técnica.

10 Si se desea recocer, el tubo puede ser inflado de nuevo para formar una burbuja 70, quedando así el tubo sometido a tensión. El tubo se calienta por medio de un calentador radiante 72, el cual calienta el tubo hasta la temperatura de recocido mientras el tubo es mantenido en el estado estirado. El grado de tensión transversal puede regularse variando el grado de inflado de la burbuja 70, mientras que la tensión en la dirección de la máquina se regula controlando las velocidades relativas de los pares de rodillos aplastadores 74 y 76.

15 En las unidades de calentamiento espaciadas representados, se comunica un efecto refrigerante mayor a la corriente de fluido por el flujo de entrada de aire a través de la separación entre los calentadores superiores, que el creado por el flujo de entrada a través de la separación entre los calentadores inferiores.

20 Como se ha ilustrado en los dibujos, la temperatura de la corriente de fluido refrigerante es disminuída en los puntos indicados por el flujo de entrada adicional de aire ambiente entre las unidades de calentamiento espaciadas. Puede usarse otros métodos de disminuir la temperatura del fluido, tal como soplando aire enfriado o ambiente al área deseada, usando un anillo refrigerante en

30



la trayectoria de la corriente de fluido, retirando fluido calentado y sustituyendo con fluido a temperatura inferior.

5 Debe entenderse que lo más conveniente es controlar uniformemente la temperatura alrededor de la circunferencia del tubo. De preferencia los elementos de calentamiento están espaciados uniformemente alrededor de la circunferencia de los calentadores y el paso del tubo alineado para pasar a través del centro de los mismos.

10 Ciertas faltas de uniformidad en el tratamiento, tales como la variación de espesor de la película, el calentamiento desigual de la superficie del tubo o los flujos de aire no uniformes pueden evitarse por rotación con oscilación, sola o en combinación con el sistema calentador, del anillo de aire, o del tubo con respecto al eje geométrico vertical del tubo.

15 La posición exacta del punto de introducción de la corriente de fluido refrigerante puede variar algo y puede ser determinada fácilmente mediante simples ensayos empíricos, dependiendo del tamaño del tubo que está siendo manipulado, del grado de adelgazamiento de la sección de pared que debe obtenerse, de la naturaleza del material que está siendo tratado y de las dimensiones de la zona de calentamiento, para citar algunos factores. Sin embargo, como norma general, puede afirmarse que la corriente de  
20 aire no debe ser introducida tan cerca de la zona de estirado que destruya la estabilidad física del tubo, es decir que haga que éste vibre u oscile. Por otra parte, será evidente que para obtener ventajas de la corriente de aire ésta no debe estar situada tan separada de la zona de  
25 estirado que su velocidad en el momento de incidencia ha-

30

324095



ya disminuído más de lo que se conseguiría como resultado del efecto de chimenea. Se ha comprobado que la posición preferida para la introducción de la corriente de aire de gran velocidad es aproximadamente hacia la mitad de la zona de calentamiento y puede afirmarse que si se emplea ese emplazamiento con calentadores de las dimensiones descritas, y velocidades de aire introducido dentro de la gama considerada, se obtendrán resultados satisfactorios. Debe entenderse que pueden usarse una pluralidad de anillos de aire, caso de ser necesario, para controlar la temperatura del fluido refrigerante.

Aunque se ha descrito el uso de una pluralidad de calentadores cilíndricos, el sistema calentador puede ser, en efecto, un calentador con zonas controladas individualmente y que tiene respiraderos a lo largo de su longitud, a través de los cuales pueden fluir aire u otros refrigerantes. La longitud del sistema calentador y el número de calentadores (o unidades controladas individualmente) empleados, dependerá de las condiciones particulares de funcionamiento y no es estrictamente crítica.

A continuación se ilustrará un juego típico de condiciones de funcionamiento con referencia a un material tal como de resinas de polietileno tubular de baja densidad, con una densidad inferior a 0,94, un índice de fusión no superior a 0,3, y una viscosidad intrínseca de 1,2, para formar películas biorientadas tubulares de 200 mm. a 375 mm. de ancho, de 0,050 mm a 0,075 mm. de espesor, como sigue:

Primeramente se hace un tubo primario sin costura por el procedimiento bien conocido de extrusión de masa



fundida con soplado del tubo, de 50 mm. a 125 mm. de anchura plana y de 0,50 a 2,0 mm de espesor.

Después de aplanado el tubo primario es luego alimentado a través de rodillos aplastadores 26, nuevamente inflado con aire introducido a través de rodillos aplastadores 28 y luego alimentado verticalmente hacia arriba a través de un grupo vertical de calentadores múltiples, convenientemente de al menos cuatro calentadores eléctricos radiantes cilíndricos. Cada calentador tiene un paso de un diámetro interior suficientemente grande para permitir el libre movimiento del tubo y del aire dentro de los calentadores y para evitar el sobrecalentamiento del aire. Convenientemente se emplean calentadores que tienen un paso comprendido entre 200 mm y 500 mm de diámetro y de 250 mm a 500 mm de alto. El calentador superior tiene de preferencia un paso de al menos 375 mm de diámetro. Cada uno de los tres calentadores inferiores 44, 46 y 48 está provisto de nueve calentadores de tubo de cuarzo, cada uno de una capacidad de 1.000 vatios, espaciados por igual en torno a la circunferencia interior del calentador. El espacio entre los dos calentadores inferiores puede ser pequeño o incluso eliminarse en algunos casos, pero los espacios entre los calentadores 42 y 44 y entre los 44 y 46 es preferiblemente de al menos 25 mm y no superior a 125 mm. de manera que el grupo vertical de calentadores es, en general, de una altura del orden de aproximadamente 1,8 metros. La temperatura de cada calentador se controla mediante uno o más transformadores variables, los cuales permiten el ajuste de dicha temperatura.

324095



5 Un anillo de aire, que tiene un diámetro inferior suficientemente grande para permitir el libre paso del tubo y que convenientemente tiene un diámetro interior de 150 mm, puede ser alimentado con aire comprimido. El anillo de aire no debe ser de tamaño tan grande que inter-  
fiera el flujo hacia arriba de aire, representado por las flechas 64.

10 El anillo de aire está situado entre los dos cilindros calentadores superiores y los dos cilindros calen-  
tadores inferiores, y concéntrico con el eje geométrico de la columna cilíndrica de los calentadores, con las aberturas en el anillo de aire dispuestas para suminis-  
trar de 560 a 2.800 litros de aire comprimido por minuto a velocidades calculadas de 3.000 metros a 30.000 metros  
15 por minuto verticalmente hacia arriba, y sustancialmente paralelas al tubo inflado.

Los calentadores se ajustan por medio de trans-  
formadores variables para calentar el tubo primario a su paso a través de la pila de calentadores hasta al menos  
20 la temperatura de estirado, y el aire que fluye simultáneamente circundando al tubo e incidiendo sobre él en la proximidad del punto de estirado hasta una temperatura de aire que es al menos 5.5°C inferior a la temperatura de estirado. La combinación del calor radiante y del efec-  
to refrigerante del aire que circunda al tubo y que inci-  
de sobre él en la proximidad del punto de estirado, indu-  
cido por el paso del tubo, por elefeto de chimenea y por el aire a gran velocidad introducido a mitad de camino en la pila de calentadores, controla la temperatura del tubo  
25 en el punto de estirado. El aire caliente que circunda al  
30



tubo puede ser retirado alrededor del calentador radiante superior por medio de un anillo de aire de escape que opera a una presión absoluta de 125 mm de agua, circundando al tubo 20 de la Fig. 3, con lo que la temperatura superficial de la película es mantenida a la temperatura deseada. Se han provisto una abertura 56 del tipo de iris y una salida 58 para controlar la holgura entre la película y el anillo de aire de escape.

Además, si se desea un encogimiento máximo en el tubo resultante, puede además interponerse un anillo de aire frío comprimido entre la parte superior de la pila de calentamiento y el anillo de aire de escape, para imponer alrededor del tubo una temperatura ambiente adicional para enfriar aún más el tubo biorientado.

La temperatura del fluido refrigerante en la zona de estirado o de expansión es mantenida sustancialmente inferior a la temperatura de la película en el punto de estirado, para obtener un control preciso de la temperatura de la película. Se ha comprobado que se obtiene un tratamiento de orientación satisfactorio cuando el fluido refrigerante en la zona de estirado es mantenido a temperaturas inferiores en  $5,5^{\circ}\text{C}$  a  $33^{\circ}\text{C}$  a la temperatura de la película, se prefiere mantener el fluido refrigerante a temperaturas inferiores en  $16,5^{\circ}\text{C}$  a  $27,5^{\circ}\text{C}$  a la temperatura de la película. A temperaturas del fluido refrigerante inferiores en más de  $5,5^{\circ}\text{C}$  a la temperatura de la película, es extremadamente difícil comunicar orientación y tratar continuamente. Con diferencias de temperaturas mayores de  $33^{\circ}\text{C}$ , el efecto refrigerante parece ser demasiado grande para permitir un control uniforme de la tem

324095

4 A



peratura, y el tubo se rompe fácilmente.

En la producción de película orientada biaxialmente a ser usada como material de envase para envase con encogimiento, es deseable que a temperaturas inferiores a 100°C la película presente un porcentaje de encogimiento suficiente, acompañado de grandes fuerzas de encogimiento, para dar por resultado un evase que se adapte bien.

Se ha comprobado que cuanto menor sea la temperatura del tubo en el momento de estirado o de expansión radial para biorientación, mayores son el porcentaje de encogimiento y la fuerza de encogimiento comunicadas al tubo a una temperatura dada.

Para resinas de polietileno de una densidad inferior a 0,94, se ha comprobado que temperaturas del punto de estirado de 16,5°C a 27,5°C inferiores al punto de fusión cristalina de la resina, dan por resultado buen encogimiento y elevada fuerza de encogimiento a 90°C.

Para comunicar orientación biaxial adecuada, se ha comprobado que la película debe ser estirada radialmente, hasta conseguir una disminución de espesor de al menos 10 veces, y debe tener una resistencia adecuada en el punto de estirado. Se ha comprobado que la resistencia a la tracción mínima a la temperatura de estirado para operar prácticamente es de 16,2 kg/cm<sup>2</sup>.

Para preparar películas de polietileno con un porcentaje de encogimiento de al menos el 10% y una fuerza de encogimiento de al menos 95 gramos por cada 0,025 mm a 90°C, se ha comprobado que es ventajoso que la densidad de la resina no sea superior a 0,925 g/cc.

En la Tabla C al final de la memoria descriptiva,



se han representado las resistencias a la tracción, a las temperaturas de estirado, de diversas películas de polietileno que han sido orientadas biaxialmente por el procedimiento de este invento.

5           Para los expertos en la técnica será evidente que el método del invento puede también usarse satisfactoriamente para producir otras películas plásticas, tales como películas de poliolefinas, de polipropileno, de polietileno de alta densidad, y no queda limitado a la producción  
10 de películas tubulares de polietileno con densidades inferiores a 0,94 g/cc e inferiores a 0,925; puede además usarse para producir películas hechas a partir de copolímeros e interpolímeros de las resinas anteriormente mencionadas.

15           Los siguientes ejemplos ilustran la práctica del invento.

#### EJEMPLO I

          Polietileno de baja densidad fué biorientado de acuerdo con el método y el aparato representados en la Fig. 3. La resina empleada tenía una densidad de 0,9229 g/cc, un  
20 índice de fusión de 1,78, una viscosidad intrínseca de 1,11 y un punto de fusión cristalina de 112°C.

          Se hizo un tubo primario de 0,50 mm de espesor, de 90,4 mm de anchura plana, por el método de extrusión de soplado del tubo representado en las Figs. 1 y 2, en que  
25 la temperatura de la hilera era de 182°C, el diámetro de la hilera de 31,75 mm., el orificio de la hilera de 1,25 mm. La velocidad del rodillo era de 1 metro por minuto. Ese tubo primario fué expandido a un tubo biorientado de

324095



325 mm de anchura plana de un espesor que variaba de 0,043 mm a 0,058 mm. Los rodillos superiores fueron operados a una velocidad periférica de 3,58 metros por minuto, y los rodillos inferiores a 1 metro por minuto, para tener una relación de 3,6 a 1.

El punto de estirado fué mantenido a 150 mm por debajo de la parte superior del calentador superior, y la temperatura del aire en ese punto era de 66°C, mientras que la temperatura de la película era de 98°C.

El aparato usado en la biorientación tenía las siguientes características:

Los calentadores, en orden ascendente, tenían diámetros de paso de 250 mm, 300 mm, 300 mm y 475 mm, y alturas de 412,5 mm para los tres calentadores inferiores y 487,5 mm para el calentador superior. Los dos calentadores inferiores (46 y 48) estaban a 75 mm de separación, los dos calentadores centrales (46 y 44) estaban a 81,3 mm de separación, y los dos calentadores superiores (42 y 44) estaban a 112,5 mm de separación. El calentador más superior (42) estaba provisto de 18 elementos de infrarrojos de tubo de cuarzo, cada uno de una capacidad de 1.000 vatios, espaciados por igual en torno a la circunferencia interior del calentador. Los tres calentadores inferiores (44, 46 y 48) estaban cada uno de ellos provisto de nueve elementos de infrarrojos de tubo de cuarzo, cada uno de 1.000 vatios de capacidad, espaciados por igual en torno a la circunferencia interior de los calentadores. La entrada de corriente a los elementos en cada calentador era controlada por un transformador variable. La superficie interior de todos los calentadores, que de-

finía el paso en ellos, estaba constituida por enrejillado metálico. Los elementos infrarrojos de cuarzo estaban situados inmediatamente detrás del enrejillado.

5 El anillo de aire inferior (50) estaba colocado entre los calentadores centrales y tenía un diámetro interior de 150 mm, un diámetro exterior de 215,9 mm y una altura de 62,5 mm. Se suministró aire al anillo de aire a una presión de 2,6 kg/cm<sup>2</sup>. El aire fué entregado a través del anillo con un caudal de 2.240 litros por minuto a una velocidad calculada de 18.300 metros por minuto a través de un orificio de 0,25 mm. El anillo de aire superior (53) tenía un diámetro interior de 275 mm, un diámetro exterior de 337,5 mm y 30,9 mm de alto. El anillo de aire estaba colocado por encima del calentador (42), de manera que el espacio entre el anillo y el calentador (42) 15 era de 12,5 a 100 mm. Fué suministrado aire al anillo de aire a una presión de 1,4 kg/cm<sup>2</sup>. El aire fué entregado a través de un orificio de 0,38 mm a 1.176 litros por minuto y a una velocidad calculada de 3.480 m/min. La temperatura del aire ambiente era de 23°C. Fué suministrado aire a presión desde un sistema central en que la temperatura del aire era de 21°C. 20

El sistema de escape (54), colocado a 200 mm por encima del anillo superior, fué operado a una presión absoluta de 105,0 mm de agua (presión de vacío). El aire de escape que entraba por el sistema estaba a una temperatura de 50°C. Se había provisto una holgura de 87,5 mm entre la burbuja y los iris, tanto inferior como superior. 25

La película resultante era muy clara y brillante y se estabilizaron fácilmente las condiciones operantes, 30

324095

como, por ejemplo, la posición de la burbuja. No se tropezó con dificultades para proporcionar una operación continua. El encogimiento de la película a 90°C fué del 10% en dirección de la máquina y del 18% en dirección transversal,  
5 con una fuerza de encogimiento de 95 gramos por cada 0,025 mm en dirección de la máquina y 185 gramos por cada 0,025 mm en dirección transversal.

A manera de comparación, usando el mismo tipo de tubo primario que anteriormente, el tubo no puede ser bio-  
10 rientado de acuerdo con el método de la técnica anterior - usando un solo calentador continuo que tenga solamente una abertura inferior y una abertura superior.

#### EJEMPLOS II A VI

Se trató polietileno de baja densidad, con una  
15 densidad de 0,9166 y un índice de fusión de 0,06 y una viscosidad intrínseca de 1,42, un punto de fusión cristalina de 110°C, transformándolo en tubo aplanado con una anchura plana de 68,75 mm y un espesor de 1,16 mm a 1,25 mm, en un aparato como el ilustrado en las Figs. 1 y 2  
20 en las condiciones ilustradas en la Tabla A al final de la Memoria descriptiva.

Los tres calentadores inferiores empleados tenían nueve elementos de calentamiento de cuarzo de 1.000 vatios, mientras que el calentador superior tenía 18 elementos. El calentador superior tenía un paso de un diámetro interior de 487,5 mm, mientras que el paso en los  
25 tres calentadores inferiores tenía 362,5 mm de diámetro. Cada uno de los tres calentadores inferiores tenía 412,5



mm de alto, mientras que el calentador superior tenía 500 mm de alto.

5 El espacio entre el calentador más superior y el inmediato siguiente era de 125 mm, el espaciado inmediato inferior era de 87,5 mm y el espaciado entre los dos calentadores más inferiores era de 87,5 mm.

10 El anillo de aire superior tenía un diámetro interior de 375 mm y el anillo de aire inferior tenía un diámetro interior de 150 mm. El anillo de aire superior estaba provisto de una cámara de refrigeración de agua y el sistema de escape fué operado con una presión de vacío de 150 mm de agua.

15 El punto de estirado fué mantenido a una distancia de 250 mm por debajo de la parte superior del calentador más superior. En este ejemplo no se empleó anillo de aire superior.

Los rodillos inferiores operaron a una velocidad de 1,05 m/min, en comparación con 4,76 m/min para los rodillos superiores, dando una relación de 4,53 a 1.

20 Las condiciones de funcionamiento adicionales se exponen en la Tabla I



TABLA 1

Ejemplo	II	III	IV	V	VI
Anillo de Aire Inferior	1,26	1,26	1,26	1,26	1,26
Presión (Kg/cm <sup>2</sup> )	1,26	1,26	1,26	1,26	1,26
Flujo de Aire (l/min) #	3.500	3.500	3.360	3.304	3.136
Anchura plana (mm)	340,0	347,5	343,75	347,5	342,5
Calibre mm.	0,050	0,055	0,053	0,055	0,060
	0,043	0,048	0,045	0,048	0,048
Tubo Orientado	66	67,8	65	67	68,3
Temperaturas a que se Opera	95	96,1	93	94	97
	66	64	62	67	64
	94	87	90,5	93	89
	24	28,9	27,2	27,8	28,3
	44,4	42,8	45	42,2	46

# Los Flujos de Aire están corregidos para temperaturas ambiente normalizadas

# 324095



Las películas resultantes presentan el siguiente porcentaje de encogimiento y fuerza de encogimiento a 90°C.

TABLA 2

Ejemplo	Fuerza de Encogimiento a 90°C.		Porcentaje de Encogimiento		
	<u>Don Ma</u>	<u>Don Tal</u>	<u>Don Ma</u>	<u>Don Tal</u>	
5	2	120	200	14	23
	3	105	210	13	23
	4	110	200	15	24
	5	100	190	12	23
	6	110	200	14	24

10 Se ve que el grado de orientación, indicado por el porcentaje de encogimiento a 90°C, es sustancialmente independiente de la temperatura de las corrientes de aire a gran velocidad procedentes del anillo de aire inferior. Esto podría atribuirse al hecho de que la cantidad de aire

15 procedente del anillo de aire es pequeña, comparada con - las cantidades totales de flujo de aire, y, por consiguiente, la temperatura de la corriente de aire total no es sustancialmente afectada por la temperatura del aire forzado desde el anillo de aire inferior.

20 Los Ejemplos VII y VIII ilustran el gasto de - aire medido en diversos puntos en el aparato descrito.

EJEMPLO VII

Se siguieron los procedimientos de operación de los anteriores ejemplos II-VI excepto en que se hizo un - tubo primario a partir de una resina de polietileno de -

25



# 324095



en el flujo de aire de gran velocidad calculada en el anillo de aire inferior, fué el siguiente:

TABLA 4

	Cantidad de aire (l/min)	644	1.120	1.820
5	Ajuste del orificio (mm)	0,25	0,25	0,30
	Velocidad calculada (m/min)	5.280	9.180	12.420
	Flujo de aire inducido (l/min)	10.304 a 12.208	17.976 a 21.420	29.120 a 34.580

EJEMPLO VIII

10 Se siguieron los procedimientos del Ejemplo VII, excepto por lo que se indica en lo que sigue.

15 El tubo primario fué hecho a partir de una resina de polietileno de una densidad de 0,9166, un índice de fusión de 0,06, una viscosidad intrínseca de 1,42, y un punto de fusión cristalina de 110°C, y se expandió desde una anchura plana de 775 mm hasta un tubo orientado de una anchura plana de 350 mm. Los rodillos inferiores tenían una velocidad de rotación de 1,35 m/min en comparación con una velocidad de rodillo de 5,7 m/min para los rodillos superiores.

20 La presión de aire en el anillo de aire inferior de 150 mm de diámetro de paso fué de 2,0 kg/cm<sup>2</sup>, mientras que se empleó un anillo de aire superior de un diámetro de paso de 275 mm, como se ha ilustrado en la Fig. 3, y se operó a una presión de 2,25 kg/cm<sup>2</sup>. El anillo de aire inferior entregaba 2.240 l/min de aire a una velocidad de --

25



descarga de 18.420 m/min a través de un orificio de 0,25 mm. El anillo de aire superior entregaba 3.360 l/min de aire, a una velocidad de 10.020 m/min a través de un orificio de 0,375 mm.

5 Al aire procedente del anillo de aire superior, al igual que en el caso del anillo de aire inferior, era forzado hacia arriba con un ángulo de  $45^{\circ}$  con el tubo.

Las separaciones entre calentadores, en orden ascendente, eran de 75,0 mm, 112,5 mm y 137,5 mm. Los flujos de aire fueron los siguientes:

TABLA 5

	<u>Cantidad</u> (l/min)	<u>Velocidad</u> de aire (m/min)
Debajo del calentador inferior	4.200	59,4
15 Entre los dos calentadores inferiores	3.220	19,2
Entre los dos calentadores centrales	7.224	30,0
Entre los dos calentadores superiores	20.076	68,1

20 El encogimiento de la película a  $90^{\circ}\text{C}$  fué del 13% en la dirección de la máquina y del 22% en la dirección transversal. La fuerza de encogimiento a  $90^{\circ}\text{C}$  fué de 115 gramos en la dirección de la máquina y de 80 gramos en la dirección transversal.

25

EJEMPLOS IX A XIV

Se siguieron los procedimientos de operar del -

324095



Ejemplo VIII, excepto por lo que se indica en los que sigue.

5 La resina termoplástica empleada fué polietileno de baja densidad, de una densidad de 0,9193, una viscosidad intrínseca de 1,34, un índice de fusión de 0,5 y un punto de fusión cristalina de 110°C.

El tubo primario tenía una anchura plana de 62,5 mm y un espesor que variaba de 0,725 mm a 0,800 mm.

10 En los Ejemplos IX y X, la velocidad del rodillo inferior era de 0,9 m/min y la velocidad del rodillo superior era de 4,75 m/min, teniéndose una relación de 4,17 a 1.

15 En los Ejemplos XI a XV se aumentó la velocidad del rodillo superior a 4,05 m/min para una relación de 4,5 a 1.

En la Tabla 6 se exponen las condiciones de operación adicionales, mientras que en la Tabla 7 se exponen las propiedades de las películas producidas de acuerdo con los ejemplos.

20 EJEMPLO XV

Se siguieron los procedimientos de operación de los Ejemplos II a VI, excepto por lo que se indica en lo que sigue.

25 El polietileno de baja densidad de los Ejemplos II-VI se mezcló con tierra de diatomeas y dióxido de titanio para producir una mezcla que tenía de porcentajes en peso, 99% de polietileno, 0,5% de tierra de diatomeas y 0,5% de dióxido de titanio.



El tubo primario tenía una anchura plana de 93,75 mm y un espesor que variaba de aproximadamente 0,550 mm a 0,650 mm.

5 El anillo de aire inferior operaba a una presión de 2,0 kg/cm<sup>2</sup> y entregaba 3.752 l/min de aire. No se empleó anillo de aire superior. Las velocidades de los rodillos eran de 1,5 m/min y de 5,5 m/min para los rodillos inferiores y superiores, respectivamente, para una relación de 3,7 a 1.

10 El tubo orientado resultante tenía una anchura plana de 290 mm, un espesor que variaba desde aproximadamente 0,055 hasta 0,065 mm, y presentaba porcentajes de encogimiento a 90°C de 17% en dirección de la máquina y 24% en dirección transversal.

15 A manera de comparación, se interrumpió el flujo de aire a través del anillo de aire inferior y se disminuyó el calor procedente del calentador para compensar la disminución de flujo de aire de refrigeración. Las velocidades de los rodillos fueron de 1,5 m/min y de 6,3  
20 m/min para los rodillos inferiores y superiores, respectivamente, teniéndose una relación de 4,2 a 1.

Las separaciones entre calentadores eran de 75 mm, 92,5 mm y 118,75 mm entre los dos calentadores inferiores, los calentadores centrales, y los dos calentadores superiores, respectivamente. La cámara impelente de escape estaba separada a 350 mm desde la parte superior del calentador superior. Los calentadores eran del tipo  
25 descrito anteriormente.

Las condiciones de operación para el Ejemplo  
30 XV y el control se exponen en la Tabla 8.

324095



La producción de película resultante, de acuerdo con el Ejemplo XV, presentaba a 90°C las siguientes propiedades:

5

	Porcentaje de encogimiento		Fuerza de encogimiento	
	<u>Dón. M<sup>a</sup></u>	<u>Dón. Tal.</u>	<u>Dón.M<sup>a</sup>.</u>	<u>Dón.Tal.</u>
XV	12	20	105	175
Control	6	11	60	95

10

En el control, sin ser añadido aire a través del anillo de aire, la burbuja oscilaba y se rompía continuamente por subir a la escala. La película tenía un deficiente aspecto y era irregular. No existía virtualmente control alguno de espesor ni de diámetro. El diámetro del tubo permanecía siendo de 350-375 mm, incluso

25

aunque la presión dentro de la burbuja estaba disminuída.



TABLA 6

Ejemplo	IX	X	XI #	XII #	XIII	XIV #
Inferior	3,22	1,40	0,70	0	3,22	0,63
Superior	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10
Anchura plena (mm)	293,75	312,5	325,0	340,0	305,0	347,5
Espesor (mm)	Bajo	0,038	0,033	0,028	0,023	0,033
	Alto	0,050	0,043	0,040	0,040	0,035
Punto de Estirado	Aire %C	68,3	67,2	72,8	86,1	70
	Película %C	86,6	97,7	103,3	107,2	89,4
Zona de Expansión	Aire %C	69,4	64,4	66,1	77	70
	Película %C	88	92,2	99,4	103,3	90,5

Presión en Anillo de Aire (Kg/cm<sup>2</sup>)      Tubo Orientado      Temperaturas a que se opera

\* Funcionamiento continuo difícil de mantener.

Sólo se obtuvieron trozos cortos de tubo orientado

TABLA 7

Ejemplo	IX	X	XI	XII	XIII	XIV
Claridad Optica	2,6	3,5	4,4	7,7	2,9	8,0
Brillo (45°)	92,8	68,2	79,4	68,7	89,2	71,7
Transmisión Especular	80	76	74	65	76	60
Adherencia	55,8	36,3	27,0	15,3	42,0	21,2
Deslizamiento	214	172	152	155	194	160
Ensayo de Caída de Bola	37,1	28,3	30,0	31,4	36,7	27,4
Espesor de Muestras Ensayadas mm	Min.	0,035	0,033	0,028	0,033	0,023
	Max.	0,048	0,045	0,045	0,045	0,073
Resistencia a la Tracción (Kg/cm <sup>2</sup> )	Dón. Ma	651	686	518	742	469
	" Tal.	812	714	630	805	616
Alargamiento a la Rotura %	Dón. Ma	278	274	328	252	338
	" Tal.	156	178	276	142	208

32

324095

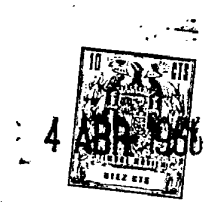




TABLA 7 (Continuación)

Ejemplo	IX	X	XI	XII	XIII	XIV
Encogimiento	90º Dón.Me " Tal.	11 17	8 12	5 7	12 21	5 6
Fuerza de Encogimiento	90º C Dón.Me Dón.Tal.	105 230	75 130	60 85	115 215	25 50
Temperatura ambiente	Dón.Me " Tal.	100 155	75 95	70 75	105 140	65 55
Encogimiento	95º C Dón.Me " Tal.	15 18	11 12	8 7	16 21	7 6
	100º C Dón.Me " Tal.	23 36	20 25	13 20	24 38	10 16
	108º C Dón.Me " Tal.	64 71	59 62	49 59	68 71	49 56
Temperatura del Punto de Estirado (ºC)		86,6	103,3	107,2	89,4	106,1

1  
3  
1

324095



TABLA 8

		XV	Control	
	Anchura plana (mm)	290	371,75	
Tubo orientado	Calibre (mm)			
	(Alto)	0,065	0,045	
	(Bajo)	0,055	0,028	
Flujo de Aire (l/min.)	Debajo del Calentador Inferior	1.044,4	728	
	Entre los dos Calentadores Inferiores	2.676,8	1.668,8	
	Entre los Calentadores Centrales	7.084	1.103,2	
	Entre los dos Calentadores Superiores	20.848	9.660	
	Entre el Escape y el Calentador Superior	7	52.780	
	Fuera del Escape	79.800	77.336	
	Desde el Anillo de Aire	1.668,8	Nada	
Temperaturas a que se Opera en °C	Aire Ambiente	32,8	32,2	
	Tubo primario	35	32,2	
	(Entre los dos Calentadores Inferiores)	Aire °C	46,1	43,3
		Película °C	67,2	46,1
	(Entre los dos Calentadores Centrales)	Aire °C	72,2	54,4
		Película °C	88	57,2
	(Entre los dos Calentadores Superiores)	Aire °C	61,1	61,8
		Película °C	97,2	100,6
	En el punto de Estirado	Aire °C	61,1	61,8
		Película °C	97,2	100,6
Encima del Calentador Superior	Aire °C	55,6	68,3	
	Película °C	94,4	100,0	

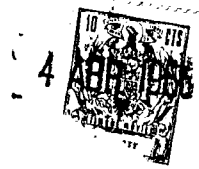


TABLA A

CONDICIONES DE EXTRUSION DE TUBO PRIMARIO

<u>Ejemplo</u>	<u>Temp<sup>a</sup> Hilera °C</u>	<u>Dióm<sup>a</sup> Hilera (mm)</u>	<u>Orificio Hilera (mm)</u>	<u>Velocidad Rodillo (Primario) (m/min)</u>
I	182	31,25	1,25	0,98
II+VI	199	37,5	1,25	1,05
VII	199	37,5	1,25	1,05
VIII	204	37,5	1,25	1,35
IX+XIV	204	37,5	1,25	0,9
XV	204	31,25	1,25	1,5

324095



TABLA B

VELOCIDADES DE LOS RODILLOS DE BIORIENTACION

<u>Ejemplo</u>	<u>Rodillo Superior (m/min)</u>	<u>Rodillo Inferior (m/min)</u>
I	3,52	0,96
II-VI	4,76	1,05
VII	4,87	1,05
VIII	5,66	1,35
IX	3,75	0,9
X-XIV	4,05	0,9
XV	5,5	1,5
XV Control	6,30	1,5

TABLA C

Índice de Fusión	Densidad	Viscosidad Intrínseca	Punto de Fusión Cristalina	Temperatura de Punto de Estirado	Resistencia a la Tracción a la Temperatura de Estirado (Kg/cm <sup>2</sup> )	Tempo Máx del Punto de Estirado °C	Resistencia a la Tracción a la Temperatura Máx del Punto de Estirado (Kg/cm <sup>2</sup> )
0.18	.9148	1.33	105	91,6	31,6	92,7	30,3
.27-.39	.9152	1.26	104	93,3	30,7	98,8	16,4
.23-.39	.9140						
.12	.9228	1.21	110	86,1	56,6	97,2	38,2
.193	.9189	1.26	109	86,6	54,2	95,0	37,0
1.776	.9229	1.11	112	97,8	37,5	97,8	37,5
.08	.9154	1.30	110	95	32,1	100,5	22,2
.06	.9166	1.42	109	91,6	48,1	102,7	18,9
.05	.9193	1.34	110	89,4	60,4	97,8	38,1
.25	.9199	1.16	111	91,1	44,0	92,2	44,8
.19	.9207	1.19	115	94,4	48,1	102,2	27,9

324095

4 APR



324095

4 ABR 1966



A continuación se incluye un glosario de términos empleados en la presente Memoria descriptiva:

5                   Temperatura del Punto de Estirado - Al pasar el tubo a través del calentador, se convierte en estirable y se expande radialmente en un punto bien definido designado aquí como el punto de estirado. La temperatura del tubo en el punto de estirado fué medida colocando un termopar de hierro-constantán en contacto con la superficie exterior del tubo en el punto en que se hizo estirable y se expandió radialmente.

10                   Indice de Fusión - Ensayo D 1238-52T de la ASTM (Sociedad Americana para el Ensayo de Materiales); Normas de la ASTM, 1952, parte 6, página 735. El régimen de flujo es régimen de extrusión en gramos por 10 minutos (a menos que se indique explícitamente de otro modo).

15                   Resistencia a la Tracción - Ensayo D 882-54T-C de la ASTM; Normas de plásticos de la ASTM, octubre de 1955, página 222, Comprobador de Resistencia a la Tracción de Plano Inclinado de Scott. Se usa una muestra de 20                   25 mm de largo por 12,5 mm. La resistencia a la tracción viene dada en kilogramos por centímetro cuadrado basados en el área de la sección transversal original de la muestra.

25                   Temperatura del Aire - La temperatura del aire en los calentadores se midió colocando un termopar de hierro-constantán en el aire en la posición indicada.

30                   Los Puntos de Fusión Cristalina se determinaron observando la pérdida de birrefringencia entre prismas cruzados de Nicols en un microscopio de platina caliente.



La Viscosidad Intrínseca se determinó de acuerdo con D1601-58T de la ASTM, excepto en que se usó una temperatura decalina de 135°C y no se usó corrección de efecto final para el viscosímetro. Los valores dados son en de  
5 cilitros por gramo.

El Encogimiento se obtuvo sumergiendo durante - cinco segundos una longitud marcada de una tira o película de 25 mm de ancho en un baño mantenido a la temperatura indicada. La película se sujetó por un extremo con una pinza  
10 y su otro extremo estaba libre. Los valores son en porcentaje de la muestra original ensayada.

Alargamiento - Ensayo D 882-54T-C de la ASTM; norma de Plásticos de la ASTM, Octubre de 1955, página 222. Se determinó en la misma máquina y con la misma muestra que -  
15 para la resistencia a la tracción. Los valores son en porcentaje de la muestra original ensayada.

Densidad - Se midió en gramos por centímetro cúbico en una columna en pendiente constituida por agua, metanol y acetato sódico a 25°C.

Claridad Optica - Ensayo D 1003-52 de la ASTM; el porcentaje de luz transmitida que, al pasar a través de la muestra, se desvía del haz incidente por dispersión hacia  
20 adelante.

Fuerza de Encogimiento - La fuerza en gramos por cada 0,025 mm por 25 mm de anchura para evitar el encogimiento, medida sujetando una tira de película de 25 mm de ancho entre una mordaza fija y un extensímetro de resistencia eléctrica, y sumergiendo la película en un aceite de silicona a la temperatura indicada durante aproximada-  
25 mente cinco segundos. Se registra el valor máximo de es-  
30

324095



fuerzo que se produce. Se retira la muestra y se deja enfriar al aire durante aproximadamente 1 minuto. Se registra además, el esfuerzo máximo a la temperatura ambiente.

5                    Resistencia a Elevadas Temperaturas: Se prepararon muestras de polietileno de baja densidad por moldeo a compresión de la resina entre láminas de tereftalato de polietileno a 149°C bajo una presión de 280 kg/cm<sup>2</sup> durante 1 minuto en una prensa hidráulica. Las placas se enfriaron luego lentamente hasta la temperatura ambiente y se  
10                    cortaron en tiras de 12,5 mm. El espesor de estas muestras era de aproximadamente 0,50 mm.

                    Se usó un Comprobador de Resistencia a la Tracción Instron equipado con una unidad de acondicionamiento de aire para determinar las curvas de esfuerzos y deformaciones a diversas temperaturas. Se mantuvo la temperatura dentro de una variación de  $\pm 1,1^{\circ}\text{C}$ . La continua circulación de aire dentro del compartimiento de ensayo proporcionaba una distribución de temperatura uniforme y unos deflectores aseguraban el apantallado de la muestra de  
15                    prueba con respecto a los serpentines de calentamiento.  
20

                    Las resistencias a la tracción y los alargamientos se determinaron a partir de curvas de esfuerzos y deformaciones para diversas temperaturas. Cada muestra se mantuvo en la cámara de prueba de 6 a 10 minutos a fin de  
25                    asegurar que las muestras alcanzaban la temperatura prescrita antes de comenzar el ensayo.

                    La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 12 de marzo de 1.965, bajo el número 439.312, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propie-  
30



dad Industrial.

N O T A

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

5 1. - Un procedimiento para orientar biaxialmente un tubo de material termoplástico haciendo pasar un tubo inflado a través de una zona de calentamiento y estirando biaxialmente el tubo inflado y calentado, que comprende 10 poner en contacto el tubo en la zona de calentamiento con una corriente de fluido refrigerante a una temperatura inferior a la del tubo, y mantener la temperatura del fluido refrigerante en dicha zona de calentamiento a una temperatura inferior a la del tubo introduciendo fluido refrigerante adicional en la zona de calentamiento. 15

2. - Un procedimiento según el Punto 1, en que la corriente de fluido refrigerante es una corriente de aire ambiente introducido en la zona de calentamiento por convección y por aspiración desde el fluido refrigerante adicional, el cual es una corriente de gran velocidad de aire soplado en la dirección de paso del tubo a través de la zona de calentamiento. 20

3. - Un procedimiento según los Puntos 1 y 2, en que se introducen una pluralidad de corrientes de aire am 25

324095



biente en la zona de calentamiento en posiciones espaciadas aguas abajo y/o aguas arriba de la posición a la cual la corriente de aire de gran velocidad entra en la zona de calentamiento.

5                   4.- Un procedimiento según los Puntos 1 a 3, en que la corriente de aire de gran velocidad es introducida en la zona de calentamiento aproximadamente hacia la mitad de dicha zona.

10                   5.- Un procedimiento según los Puntos 1 a 4, en que la corriente de aire de gran velocidad es introducida a la temperatura ambiente en la zona de calentamiento.

15                   6.- Un procedimiento según los Puntos 1 a 5, en que la corriente de aire de gran velocidad es introducida en la zona de calentamiento a una velocidad de 3.000 a 30.000 metros por minuto.

7.- Un procedimiento según los Puntos 1 a 6, en que la corriente de aire de gran velocidad es de aire comprimido y se introduce en la zona de calentamiento con un caudal de 560 a 2.800 litros por minuto.

20                   8.- Un procedimiento según los Puntos 1 a 7, en que el fluido refrigerante en la parte de zona de estirado de la zona de calentamiento es mantenido a una temperatura al menos 5,5°C inferior a la temperatura del tubo en el punto de estirado.

25                   9.- Un procedimiento según el Punto 8, en que el fluido refrigerante es mantenido a una temperatura inferior en 5,5°C a 33°C a la temperatura de la película.

30                   10.- Un procedimiento según los Puntos 1 a 9, en que el material termoplástico es polietileno de una densidad inferior a 0,94 gramos por centímetro cúbico.



- 11.- Un procedimiento según los Puntos 1 a 10, en que la temperatura del tubo en el punto de estirado se mantiene en el margen de 8,3°C a 27,8°C inferior al punto de fusión cristalina del material termoplástico.
- 5 12.- Un aparato para orientar biaxialmente un tubo de material termoplástico según cualquiera de los Puntos 1 a 11, que comprende un dispositivo calentador radiante alargado que tiene un paso alargado para el tubo inflado que se extiende a su través a lo largo del eje
- 10 geométrico longitudinal del dispositivo calentador, estando el paso abierto por ambos extremos del mismo y teniendo un área de sección transversal mayor que el área de la sección transversal del tubo inflado, formando el extremo de entrada del paso una lumbrera de entrada para una corriente
- 15 de fluido refrigerante y para el tubo, y un conducto dispuesto en el dispositivo calentador por encima del extremo de entrada del paso y provisto de una abertura de orificio en dicho paso para introducción de fluido refrigerante adicional en el paso.
- 20 13.- Un aparato según el Punto 12, en que el dispositivo calentador radiante alargado está formado de una pluralidad de elementos calentadores cilíndricos dispuestos verticalmente en relación paralela espaciada, teniendo cada uno de dichos elementos calentadores cilíndricos
- 25 una pared exterior y una pared interior espaciada de aquella, definiendo la pared interior un paso cilíndrico para el tubo y definiendo los espacios entre los elementos calentadores pasos para el aire ambiente al paso para tubo alargado.
- 30 14.- Un aparato según el Punto 13, en que una

324095



5 pluralidad de elementos de resistencia eléctrica están dispuestos en el espacio entre las paredes exterior e interior de cada calentador cilíndrico alrededor de la circunferencia de la pared interior, estando provista dicha pared interior de una parte de rejilla para paso de calor a su través.

10 15.- Un aparato según los Puntos 12 a 14, en que el conducto para fluido refrigerante adicional adopta la forma de un anillo de aire de escape dispuesto en el espacio entre dos calentadores cilíndricos y conectado a un compresor de aire, estando provisto dicho anillo de aire de un orificio de ranura en torno a la pared interior del mismo, definiendo dicha pared interior un paso para el tubo.

15 16.- Un aparato según el Punto 15, en que el anillo de aire está dispuesto entre los dos calentadores cilíndricos centrales.

20 17.- Un aparato según los Puntos 15 ó 16, en que hay dispuesto un segundo anillo de aire por encima del calentador cilíndrico superior en relación espaciada con éste.

18.- Un procedimiento para orientar biaxialmente un tubo de material termoplástico.

25 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.

324095



Esta Memoria consta de cuarenta y cinco hojas  
escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

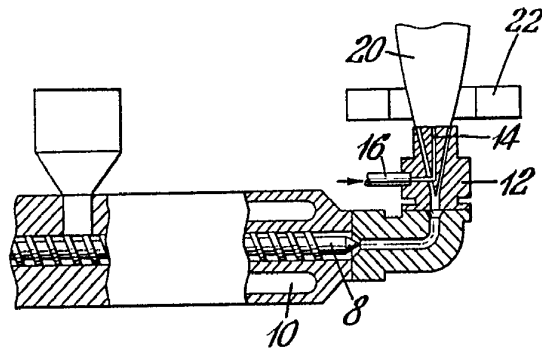
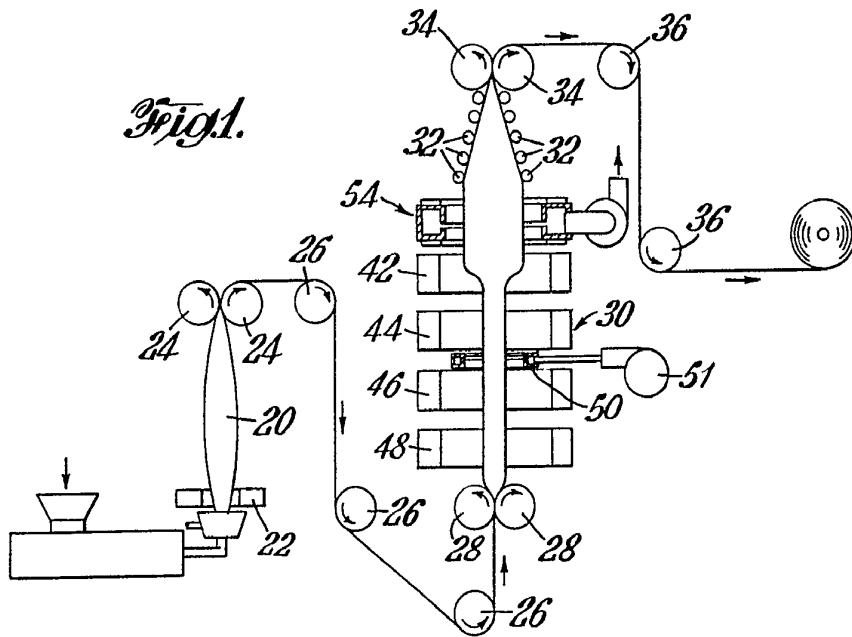
P.A. 4 ABR 1966

Alberto de Elizaburu  
Por Poder

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed name and partially overlapping the postmark.

324095

5



*Fig. 2.*

Alberto de Maestri  
Per Eodem

324095

4

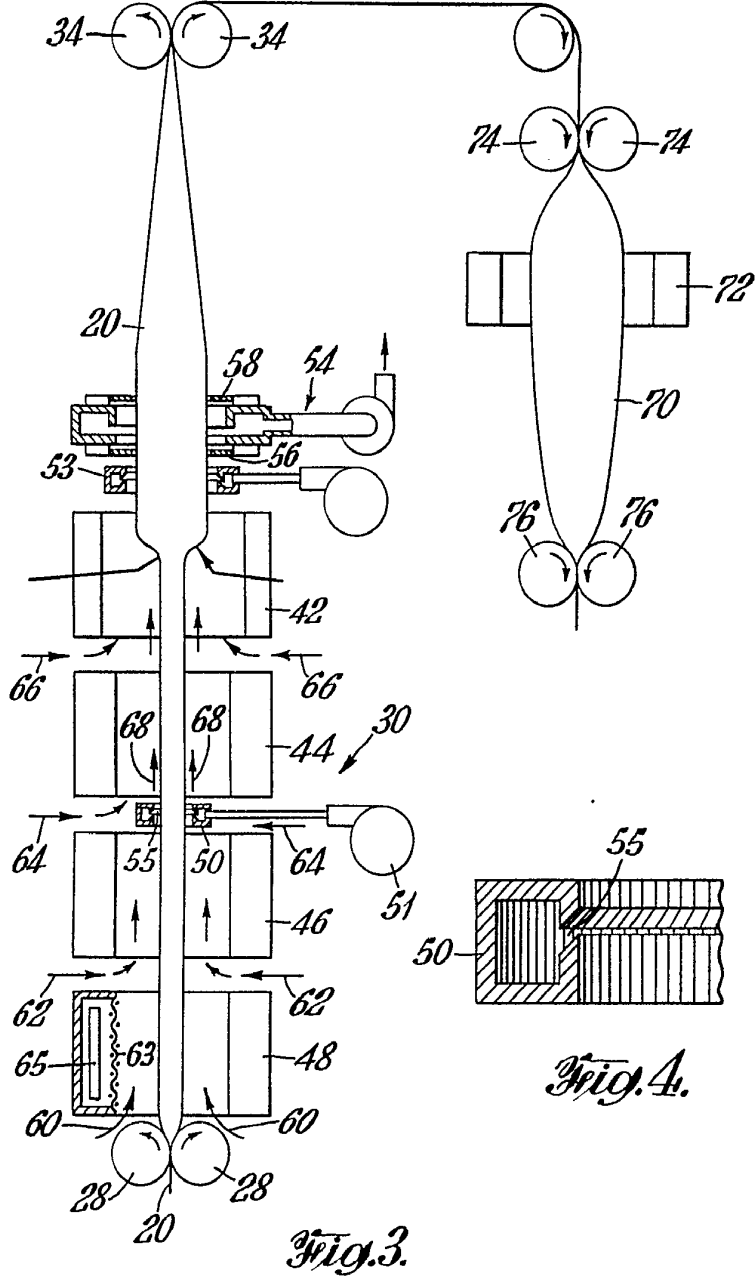


Fig. 4.

Fig. 3.

Alberto de ...  
Per ...