

350776
31

P.- 32.716

P. 1257 Sp

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAASTSCHAPPIJ
N.V., entidad holandesa, establecida en 30, Carel van
Bylandtlaan, La Haya, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PRODUCTOS FILA-
MENTOSOS Y FIBROSOS ESTIRANDO TIRAS O BARRAS DE ESPUMA DE
POLIOLEFINAS PREDOMINANTEMENTE ESTEREO-ESPECIFICAS"

=====

El invento se refiere a la preparación de pro-
ductos filamentosos y fibrosos estirando tiras o cordones
de espuma de poliolefinas predominantemente estereo-espe-
cificas, en particular polipropileno.

5 Un procedimiento para la preparación de fila-
mentos por estirado de poliolefinas espumadas ya es cono-



cido a partir de la memoria de patente británica 927.582. De acuerdo con este procedimiento, sin embargo, no se obtienen resultados satisfactorios cuando se parte de una espuma que tiene una densidad por debajo de 300 g/litro.

5 Con estas bajas densidades no es posible estirar la espuma en las proporciones deseadas ya que tienen lugar repetidamente roturas.

Se ha encontrado ahora que estirando poliolefinas espumadas, predominantemente estereo-especificas que tienen una densidad por debajo de 300 g/litro, se puede obtener un producto filamentosos fuerte y regular si, antes de estirar, la espuma es comprimida hasta un espesor que es como máximo la mitad del espesor original.

15 Las tiras o barras son las formas apropiadas en que la espuma es predominantemente apropiada para ser sometida a tratamiento de acuerdo con el invento. En general, la longitud de estas tiras o barras es al menos de 20 veces el ancho y el espesor. El procedimiento de acuerdo con el invento es aplicado preferiblemente a tiras o 20 barras "continuas" de espuma de polialquenos, obtenidas por extrusión. La designación "barra" es utilizada particularmente para cuerpos espumados de sección transversal redondeada, la mayor parte de las veces circular, obtenidos directamente por extrusión.

25 La espuma de partida es preparada de cualquier manera conocida. Muy apropiados son los procedimientos en los que la espuma es extruída desde un extrusor en el que, como agente de expansión, un líquido volátil, la mayor parte de las veces un hidrocarburo, tal como propano, butano o pentano o un compuesto halogenado, por ejemplo 30



"Freon", es inyectado en la poliolefina. De acuerdo con otros métodos, gases inertes tales como nitrógeno o dióxido de carbono, son utilizados como agentes de expansión. Estos pueden ser también formados en la masa de poliolefina por una reacción química, por ejemplo descomponiendo determinados compuestos nitrogenados orgánicos o haciendo reaccionar bicarbonato de sodio con un ácido sólido, tal como ácido tartárico. Frecuentemente es muy favorable utilizar un agente de expansión químico que desprenda un gas, por ejemplo un compuesto de nitrógeno, junto con un líquido volátil. Sin embargo, es más fácil obtener una espuma que tenga una baja densidad evaporando un líquido volátil, que por medio de un agente de expansión formado por una reacción química.

De acuerdo con el invento, es una espuma de polialqueno de baja densidad (por debajo de 300 g/l en particular que da como resultado un producto atractivo por suficiente estirado, cuyo producto está compuesto de elementos estructurales longitudinalmente orientados, alargados y localmente ramificados que están interconectados en una gran extensión por ramificaciones longitudinalmente orientadas de manera similar. Así, este producto posee una estructura que puede ser descrita como fibrosa. Por otra parte, cuando se estira una espuma de polialqueno que tiene una alta densidad, se obtiene un producto en el que la estructura celular original está todavía presente en la forma alargada. Con productos de igual resistencia, el preparado a partir de la espuma de polialqueno que tiene la menor densidad es muy ventajoso como resultado de su menor peso por unidad de longitud.



La espuma de polialqueno puede expandirse nuevamente después de la compresión y antes del estirado. Necesita solamente ser comprimida durante un periodo limitado de tiempo. El tiempo de compresión implicado en hacer pasar a la espuma entre una serie de rodillos, cuya magnitud es del orden de 0,1 a 10 segundos, es generalmente suficiente. Se supone que la compresión de la espuma de polipropileno de acuerdo con el invento da como resultado una rotura completa o parcial de las paredes celulares. En la mayor parte de los casos la espuma no estará en el estado plástico cuando está siendo comprimida.

Las ventajas del procedimiento de acuerdo con el invento son las mayores cuando se parte de una espuma de polipropileno que tiene una densidad entre 50 y 150 g/l. A causa del mayor efecto, es además más preferido comprimir la espuma hasta un espesor que es como máximo una cuarta parte del espesor original.

Los resultados del procedimiento de acuerdo con el invento pueden ser mejorados en muchos casos aun más manteniendo la espuma de polipropileno durante algún tiempo antes del estirado a una temperatura entre 130°C y el punto de fusión. El punto de fusión está la mayor parte de las veces entre 165 y 170°C. Este caldeo se puede efectuar antes, durante y/o después de la compresión de la espuma. Después que ha sido obtenida por extrusión, la espuma tiene usualmente una temperatura considerablemente por debajo de 130°C y por ello ha de ser calentada con el fin de aumentar la temperatura hasta entre 130 y 170°C. En algunos casos el estirado se efectúa a temperaturas por debajo de 130°C, de manera que en estos casos el material



es dejado enfriar de nuevo después del calentamiento. Con el fin de ejercer una influencia apreciable, el período de tiempo durante el cual el material está a una temperatura entre 130°C y el punto de fusión deberá ser, desde luego, suficientemente largo. Cuanto más alta sea la temperatura, tanto más corto será este período de tiempo. Puede verificarse ya una mejora apreciable cuando el material es calentado durante varios segundos a una temperatura entre 130°C y 170°C. Este período está la mayor parte de las veces entre 1 segundo y 5 minutos. Se supone que la mejora que resulta de este caldeo es debida a la reducción en la orientación de las moléculas en las paredes celulares, cuya orientación puede ser el resultado de una extrusión con relaciones de expansión relativamente altas. Un aparato apropiado para el caldeo a temperaturas entre 130° y el punto de fusión es un tubo o tunel a través del cual la espuma es hecha pasar, y en el que está en contacto con un gas caliente.

Las relaciones de estirado deben ser escogidas dependiendo de la naturaleza, en particular la densidad, de la espuma y del tratamiento previo, es decir del grado de compresión y del caldeo, si lo hay. Estos factores determinan que proporciones de estirado se requieren para convertir la estructura celular en la estructura fibrosa y también que relaciones de estirado dan los resultados más favorables. Estas relaciones de estirado más favorables pueden ser encontradas fácilmente de manera experimental en cada caso. Estos factores determinan también las relaciones máximas de estirado, es decir la relación de estirado por encima de la cual aparecerán roturas o



puntos débiles.

Relaciones de estirado apropiadas están generalmente por encima de 5:1, por ejemplo entre 10:1 y 20:1.

5 La compresión, el caldeo y/o el estirado se pueden efectuar por etapas, si se desea.

Los productos filamentosos y fibrosos que se obtienen de acuerdo con el invento muestran un alto volumen por unidad de peso. Esta propiedad es de gran importancia para la fabricación de tejidos de peso ligero, los
10 cuales, en otras propiedades y en el aspecto, se parecen mucho a los tejidos fabricados a partir de filamentos más pesados. A este respecto se considera también que el invento está realizado en tejidos que están compuestos completa- o parcialmente de los productos fibrosos y filament
15 os obtenidos de acuerdo con el invento. Lo que se dice aquí en relación con tejidos se aplica también a telas no tejidas, es decir estructuras que no son producidas tejiendo, sino interconectando, de una manera distinta que tejiendo, fibras o filamentos sueltos extendidos para form
20 ar una superficie plana, siendo estas fibras o filamentos sueltos completamente o en parte los productos filamentosos y fibrosos que se obtienen de acuerdo con el invento.

Fibras cortadas pueden ser aisladas de los prod
25 uctos filamentosos y fibrosos obtenidos de acuerdo con el invento de una manera apropiada por separación, a saber por operaciones tales como cortado, rotura, desgarramiento o frotamiento. Las fibras cortadas pueden ser tratadas por retorcido para obtener hilos de resistencia muy
30 grande. A causa de su naturaleza fibrosa y basta las fi-



bras cortadas de acuerdo con el invento obtenidas de esta manera son más apropiadas para la fabricación de hilos que las fibras cortadas conocidas que son fibras artificiales con superficie lisa y que necesitan un retorcido muy fuerte.

Ejemplo I

Para obtener la espuma se utilizó un extrusor que tenía un diámetro interior de envolvente de cilindro $D = 60 \text{ mm}$ y una longitud (desde la entrada de alimentación para el polímero hasta el orificio de extrusión) de $32 D$. Esta longitud estaba dividida en una zona de transporte ($14 \frac{1}{2} D$), una zona de compresión ($1 D$) cuya sección transversal disponible para el polímero disminuía gradualmente en la dirección del orificio de extrusión hasta $\frac{1}{3}$ de la sección transversal disponible en la zona de transporte, una zona de bombeo o "zona dosificadora" ($5 D$) de diámetro constante, una zona estrechada o "ampolla" ($1 \frac{1}{2} D$) y una zona de mezcla ($10 D$) para mezclar el polímero con un agente de expansión. En la zona de transporte, en la zona de compresión y en la zona de bombeo el eje rotatorio tenía la forma de un tornillo sin fin. En la zona de mezcla este eje estaba provisto con un cierto número de anillos que tenían ranuras helicoidales. El orificio de extrusión tenía un diámetro de 2 mm .

El polímero era polipropileno isotáctico con un índice de fusión de 2-4. Se introdujo 0,5% en peso (basado sobre el polímero) de azodicarbonamida en la entrada de alimentación simultáneamente con el polipropileno. En el comienzo de la zona de mezcla se inyectó en la



masa 5% en peso (basado sobre el polímero) de n-pentano.

Parcialmente como resultado de la fricción, la temperatura al final de la zona dosificadora era de 220°C. Seguidamente en el extrusor la temperatura disminuía gradualmente. La mezcla que salía del orificio de extrusión tenía una temperatura de 164°C. Se obtuvo una barra espumada que tenía un diámetro de 5 mm y un peso por litro de 240 g, con un rendimiento de 7 kg/hora.

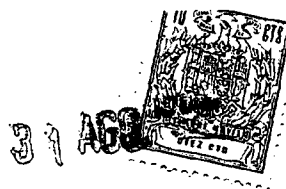
La barra fue aplanada entre una serie de rodillos accionados, no caldeados. La distancia entre los rodillos era de 1 mm.

La barra aplanada fue hecha pasar a través de un horno de 1,5 m de longitud en el que la temperatura de la barra fue aumentada a 130°C por aire caliente. La temperatura del aire ascendía a 150°C. Al comienzo del horno la barra fue desenrollada desde un carrete y fue hecha pasar sobre rodillos de guía situados inmediatamente antes del horno, cuyos rodillos tenían una velocidad de 5 m/min. Al final del horno la barra fue extraída o sacada por una serie de rodillos con una velocidad de 30 m/minuto. Consiguientemente la relación de estirado era de 6:1.

Durante este estirado la estructura espumada pasó a ser una estructura fibrosa. La sección transversal contenía aproximadamente 100 fibras de un promedio de 10 denier (10 g/9000 m). La sección transversal media de las fibras elementales era de 40 micras.

Si se omitió el aplanado, la rotura apareció invariablemente con relaciones de estirado por encima de 3:1.

Cuando una barra espumada que tenía un peso



de 350 g por litro fue estirada, se obtuvo una barra con estructura celular estirada (no una estructura fibrosa) y un peso de 450 g por l (que muestra la alta compacidad) en un horno tal como se describe anteriormente con una relación de estirado de 9:1 (velocidad antes de la entrada en el horno 5 m/min., velocidad después de dejar el horno 45 m/min.).

Ejemplo II

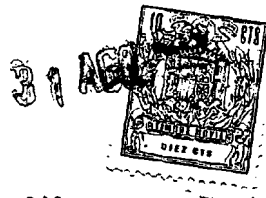
10 Se repitió el ensayo descrito en el Ejemplo I, pero con las siguientes modificaciones: Se utilizó solo 0,25% de azodicarbonamida. El agente de expansión líquido era n-butano. La temperatura más alta en el extrusor era de 225°C.

15 La barra espumada tenía un peso por litro de 105 gramos y el rendimiento era de 5 kg/hora. El diámetro celular variaba entre 0,1 y 0,5 mm. Algunas de las células estaban cerradas, otras tenían aberturas en las paredes.

20 Esta espuma necesitó solamente ser comprimida desde un espesor de 5 mm hasta 2,3 mm para resultar fácilmente estirable.

La siguiente tabla establece las relaciones de estirado que se pueden alcanzar con algunas temperaturas del aire en el horno (condiciones distintas que en el Ejemplo I).

Temperatura del aire en el horno, °C	Relación de estirado
140	6:1
150	8:1
30 160	11:1



Se obtuvo un producto fibroso que se correspondía con el del Ejemplo I en su estructura y propiedades.

5 Si la espuma fue comprimida hasta 70% del espesor original en lugar de hasta 46% del espesor original, apareció invariablemente rotura con una relación de estirado por encima de 3:1 a diversas temperaturas de estirado.

10 Ejemplo III

Una barra espumada de polipropileno que tenía un diámetro de 10 mm y un peso por litro de 45 g fue aplana-
nada hasta 20% del espesor original. La espuma fue estira-
da en relaciones entre 9:1 y 14:1 a las temperaturas del
15 aire en el horno (véase Ejemplo I) de 140 a 155°C, como
resultado de lo cual se formaron invariablemente productos
fibrosos. La velocidad de entrada en el horno era
siempre de 5 m/min.

20 La siguiente tabla resume algunas propiedades modificadas por el estirado. Durante el estirado la temperatura en la barra era de 120°C.

	Peso por litro, g	Denier g/9000 m	Tenacidad g/denier	Alargamiento en la rotura, %	Resistencia de im- pacto por tracción g/cm denier
ANTES DEL ESTIRADO	45	6860	0,45	390	0,26
Después del estirado a una relación de 9:1	200	1045	4,00	20	2,00

El haz de fibras producido a partir de la barra contenía un promedio de 600 fibras de 3 denier en promedio.





La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el 2 de Septiembre de 1.965, bajo el número 65-11455, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

5 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:

10 1.- Un procedimiento para la preparación de productos filamentosos y fibrosos estirando tiras o barras de espuma de poliolefinas predominantemente estereo-específicas, caracterizado porque el material de partida utilizado es una espuma que tiene una densidad por debajo de 300 g/l y porque, antes de estirar, las cintas o barras
15 de dicho material son comprimidas hasta un espesor de como máximo la mitad del espesor original.

20 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material de partida utilizado es una espuma de polipropileno que tiene una densidad entre 50 y 150 g/l.

24 3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque tiras o barras de espuma de polipropileno son comprimidas hasta como máximo 1/4 del espesor original.



4.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3 caracterizado porque el estirado se efectúa en una relación por encima de 5:1.

5.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4 caracterizado porque la compresión de la espuma se efectúa entre rodillos.

6.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5 caracterizado porque la compresión se efectúa bajo condiciones tales que la espuma no está en el estado plástico.

7.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizado porque, después de la extrusión, la espuma de polipropileno es calentada a temperaturas entre 130°C y el punto de fusión, llevándose a cabo el estirado subsiguientemente a temperaturas entre 80 y 130°C.

8.- Un procedimiento para la preparación de productos filamentosos y fibrosos estirando tiras o barras de espuma de poliolefinas predominantemente estereoespecíficas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

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

Madrid,

P. A.

Alberto de Ezazu
Por Poder