

5 JUL. 1956



PATENTE DE INTRODUCCION

Ref: 164.

363356

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I.P.C.

CLASE B 29

SUBCLASE F

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento continuo para la extrusión de tubos de policloruro de vinilideno".

=====

Solicitante

GRACE, S.A., sociedad española, residente en Barcelona, Provenza, 260, España.

=====

Esta invención se relaciona con un método continuo para la producción de tubos y películas plásticos y particularmente con un método mediante el cual pueden producirse tuberías y películas totalmente

5. orientadas a partir de polímeros de cloruro de vinil



ideno normalmente cristalinos. Esta solicitud es una continuación en parte de mi solicitud nº 493.229, depositada el 2 de julio de 1943, ahora abandonada, que a su vez era una continuación en parte de mi anterior solicitud nº 394.081, depositada el 19 de mayo de 1941, actualmente abandonada.

5. Muchos plásticos y polímeros son amorfos al examinarse macroscópicamente, microscópicamente o por métodos de rayos X. Aunque tales plásticos y polímeros amorfos pueden fabricarse para producir artículos útiles, no es ordinariamente posible trabajarlos en frío para incrementar su resistencia en ningún grado notable. Esto ofrece un contraste con ciertos polímeros, tales como el polímero de cloruro de vinilideno solo o muchos de sus copolímeros, en los que predomina el cloruro de vinilideno, a los que aquí se hace referencia por "polímeros de cloruro de vinilideno normalmente cristalinos", que son submicroscópicamente cristalinos como se muestra por esquemas de difracción de rayos X y que pueden sobreenfriarse sin sustancial cristalización y trabajarse en frío a temperaturas ambientes ordinarias para incrementar su solidez. Cuando, por ejemplo, el polímero de cloruro de vinilideno, o uno de sus copolímeros o composiciones plásticas que sea normalmente cristalino a los rayos X, se calienta aproximadamente a su temperatura de fusión y luego se enfría rápidamente, se obtiene un sólido blando y flexible pero temporalmente no cristalino, diciéndose que está sobreenfriado. En tal condición, tiene una solidez relativamente pequeña, pero puede deformarse plásticamente o trabajarse en frío a temperatura ambiente o próxima a ella e incrementarse mucho su solidez por cualquiera de

10.

15.

20.

25.

30.



- varias operaciones de trabajado en frío, tales como las descritas por Wiley en la patente estadounidense nº 2.183.602. Cuando el material superenfriado, por ejemplo en forma de filamento o película, es trabajado en frío mediante simple estirado unidireccional, el artículo estirado es de nuevo cristalino y tiene una solidez muy elevada en la dirección del estirado. El examen por rayos X muestra que tiene una orientación preferente en la misma dirección.
- 5.
10. Tales artículos unidireccionalmente orientados son sin embargo relativamente débiles en una dirección transversal a la de su orientación y, en el caso de películas que han sido estiradas sólo en una dirección, están sujetas a agrietamiento o fibrilación cuando se hallan bajo tensión transversal a la dirección de orientación. En los casos en que es posible trabajar en frío el material sobreenfriado mediante estirado multidireccional, por ejemplo estirando en direcciones normales entre sí, se obtiene un estirado más uniforme en todas las direcciones. El examen por rayos X de artículos que han sido estirados multidireccionalmente muestra que tienen una estructura cristalina totalmente orientada. Tal estirado multidireccional es sin embargo ordinariamente difícil de efectuar en muchos artículos configurados. Aunque es práctica común formar películas de polímeros no cristalinos cortando tubos longitudinalmente, ha sido posible hasta ahora trabajar en frío tubos producidos de un polímero normalmente cristalino en una dirección sólo, es decir longitudinalmente, y por consiguiente las películas obtenidas por corte de tales tubos han sido invariablemente débiles en una dirección.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



En consecuencia, es un objeto de la presente invención proporcionar un método mediante el cual pueden producirse tubos delgados de espesor igual al de una película, de polímero de cloruro de vinilideno normalmente cristalino, dotados de una elevada solidez tanto longitudinal como transversalmente. Otro objeto es el de proporcionar un método continuo mediante el cual pueden producirse tubos multidireccionalmente estirados a partir de un polímero de cloruro de vinilideno normalmente cristalino. Otros objetos relacionados resultarán evidentes al avanzar la descripción de la invención.

En la práctica de ésta, se extrusiona continuamente un tubo de polímero de cloruro de vinilideno normalmente cristalino y fundido, desde una cabeza de troquel, y se retira del orificio de éste a través de un baño de enfriamiento, donde es sobreenfriado. El diámetro del tubo sobreenfriado y el espesor de sus paredes pueden controlarse manteniendo una altura o potencial hidráulico predeterminado y sustancialmente constante de líquido dentro del tubo durante su enfriamiento y regulando el ritmo de retirada del tubo del orificio del troquel. El tubo sobreenfriado es pasado entre dos pares separados de rodillos prendedores, cada uno de cuyos pares hace avanzar al tubo y aprieta a sus paredes firmemente entre sí. Se mantiene un gas en la sección del tubo entre los dos pares de rodillos prendedores, en una cantidad suficiente para distender la sección en una porción de su longitud al objeto de formar una burbuja alargada y estirar así en frío al tubo sobreenfriado radial y longitudinalmente, pero con fuerza insuficiente para hacerlo estallar. De esta manera, se estira en frío la



pared del tubo en una dirección paralela al eje longitudinal del mismo y simultáneamente en una dirección normal a aquélla. El segundo de los dos pares citados de rodillos se mueve a una velocidad periférica suficientemente mayor

5. que la del primer par para absorber la mayor parte de la distensión en la sección de tubo comprendida entre los dos pares de rodillos y, si se desea, pueden moverse incluso a una velocidad superior, suficiente para incrementar el grado de estirado longitudinal en frío del tubo, respecto al
10. causado por el gas mantenido dentro del mismo. El tubo aplanado y estirado en frío puede enrollarse en un carrete para su ulterior utilización o bien puede cortarse longitudinalmente o pueden recortarse los bordes aplanados del mismo para formar una película.

15. El tubo multidireccionalmente estirado y producido por el método de la invención se caracteriza por varios aspectos ventajosos en comparación con tubos producidos de polímeros de cloruro de vinilideno normalmente cristalino por métodos anteriormente conocidos. Así, debido a la orientación de las cristalitas del polímero en más de una dirección,
20. el tubo es fuerte no sólo a lo largo del eje longitudinal, sino también transversalmente al mismo y, como resultado de ello, presenta una resistencia al estallido superior respecto a lo que ha sido posible obtener hasta ahora. Cuando el tubo es cortado, se obtiene una película de espesor
25. sustancialmente uniforme que presenta una elevada solidez en todas las direcciones, en lugar de en una dirección solamente.

30. Seguidamente se hará referencia al dibujo adjunto, en el que, a efectos de claridad, se muestran determinados



aspectos a escala algo exagerada.

En el citado dibujo:

La figura 1 es un alzado, en sección parcial, de un aparato para poner en práctica la invención.

5. La figura 2 es un alzado similar de una modificación del aparato ilustrado en la figura 1.

La figura 3 es una vista en planta del aparato de la figura 1; y

10. La figura 4 es un alzado de otra modificación del aparato en funcionamiento.

Con referencia ahora a la figura 1, se extrusiona un polímero de cloruro de vinilideno fundido y normalmente cristalino a través de un orificio de troquel anular 12 de una cabeza de troquel 11 para formar un tubo plástico blando 13. La cabeza de troquel se sitúa de manera que se extrusione al yubo descendentemente en un baño de enfriamiento 14 mantenido a una temperatura del orden en que el tubo extrusionado es rápidamente refrigerado y sobre enfriado sin cristalización sustancial. La distancia entre el orificio del troquel y la superficie del líquido refrigerante se mantiene reducida, ordinariamente por debajo de unas 152,4 milímetros aproximadamente, y preferiblemente entre 12,7 y 44,4 milímetros, para evitar una distorsión indeseable del tubo recién extruido, blando y sustancialmente fundido y

15.

20. asimismo para reducir al mínimo la cristalización del polímero antes de que entre en el baño de enfriamiento. Aunque la temperatura de extrusión y la del baño refrigerante dependen de la naturaleza del polímero objeto de extrusión, ésta se efectúa preferiblemente a una temperatura comprendida entre 120 y 190^oC aproximadamente y el baño de enfria

25.

30.



miento, que puede ser de agua u otro líquido inerte al polímero, se mantiene ordinariamente a una temperatura de 0 a 40°C aproximadamente, y preferiblemente de 0 a 20°C. Deberán evitarse las temperaturas de extrusión a las que se produzca una descomposición del polímero.

5. El tubo extruido se retira del orificio del troquel descendentemente a través del baño de enfriamiento mediante un par de rodillos prendedores accionados 15 sumergidos en el líquido refrigerante. Ordinariamente, los dos rodillos 15 serán accionados, por medio de los engranajes 10 de la figura 3, para evitar deslizamiento en el tubo superenfriado. Si se desea, pueden disponerse unas guías 25 para el tubo, tales como un par de barras estacionarias estrechamente espaciadas, entre el orificio del troquel y los rodillos 15. La velocidad periférica de los rodillos 15 puede regularse para controlar el ritmo de retirada del tubo del orificio 12. La velocidad de retirada deberá ser por lo menos tan grande, y preferiblemente un 10 % mayor por lo menos, que la velocidad del polímero a través del orificio de troquel 12, para evitar un pandeo indebido del plástico semifluido a su salida del orificio de troquel. Son evidentes otras formas de conducción del tubo a través del baño de enfriamiento, ilustrándose en la figura 2 una de tales maneras, en la que el tubo extrusionado 13 es pasado descendentemente a través del baño y de una serie de rodillos espaciados 29, accionados mediante una cadena 28.

25. Al pasarse el tubo a través del baño de enfriamiento, se suministra un líquido 19, inerte al polímero y adecuadamente un aceite mineral u otro lubricante que impida la adherencia conjunta de las paredes del tubo cuando se



- presiona éste hasta aplanarlo, a través de un conducto 17 situado en la cabeza del troquel, cuyo líquido pasa al tubo recién formado y es mantenido en él a una altura sustancialmente constante con relación al nivel del fluido refrigerante 14. El peso específico del líquido lubricante 19 será preferiblemente próximo al del agua u otro líquido presente en el baño de enfriamiento 14. Cuando es algo menor que la del líquido refrigerante, el tubo es parcialmente aplastado, como se ilustra en la figura 1, por la presión exterior ejercida sobre él a su paso descendente a través del baño, dependiendo el grado de tal aplastamiento de la altura de líquido mantenida en el interior del tubo. Cuando la gravedad específica del líquido situado en el interior del tubo es algo mayor que la del líquido refrigerante, el tubo tiende a permanecer distendido, como se muestra en la figura 2, hasta que es aplastado por el primero de los rodillos de avance. El líquido refrigerante puede mantenerse a un nivel constante mediante una abertura de rebosamiento 18 para nivel constante situada en la pared del recipiente 23 de dicho líquido o mediante otro dispositivo conveniente. Los rodillos prendedores 15 de la figura 1 ó la serie de rodillos 29 de la figura 2 sirven para evitar el arrastre de unas cantidades no ínfimas de líquido lubricante 19 fuera de la zona de refrigeración por el tubo en desplazamiento.

El diámetro y espesor de pared del tubo sobreenfriado dependen de las dimensiones del orificio del troquel, de la altura de líquido mantenida dentro del tubo y de la velocidad con que sea retirado éste del orificio. Cuando, con un orificio determinado, la altura de líquido 19 dentro del



- tubo se mantiene relativamente grande, el tubo blando y flexible de plástico semifluido se dilata radialmente a su salida del orificio del troquel, a un tubo de mayor tamaño, con una correspondiente reducción en el espesor de su pared.
5. Cuando, por otra parte, la altura del líquido es relativamente pequeña, es decir cuando el nivel del líquido dentro del tubo se mantiene a una altura igual o próxima a la del líquido refrigerante, el tubo extruido y blando puede tender a contraerse algo radialmente y a disminuir de diámetro con relación al del orificio del troquel. El espesor de pared y, en cierta medida, el diámetro del tubo, pueden controlarse fácilmente también regulando la velocidad con que el tubo es retirado del orificio del troquel mediante los rodillos prendedores 15 de la figura 1 ó mediante los rodillos accionados 29 de la figura 2. Cuanto mayor sea la rapidez con que se retira el tubo, más delgada será su pared y mayor será la tendencia a la disminución de su diámetro. Ajustando el ritmo de retirada del tubo del orificio del troquel y la altura del líquido 19 dentro del tubo, pueden controlarse fácil y simultáneamente el diámetro y el espesor de pared del tubo sobreenfriado. Se comprende, naturalmente, que es ordinariamente ventajoso emplear un orificio de troquel que extrusione un tubo de un diámetro que se aproxime al deseado y de una pared algo más gruesa que la pretendida, ajustando luego la velocidad periférica de los rodillos prendedores 15 ó de la serie de rodillos 29 y la altura del líquido 19 para dar el diámetro y espesor de pared deseados. Aunque el espesor de pared del tubo puede reducirse grandemente y de manera sustancial a cualquier grado deseado incrementando la velocidad periférica de los ro
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- dillos 15, el procedimiento funciona mejor cuando se evitan grandes cambios de diámetro en el tubo extrusionado blando y flexible, por ejemplo cuando la altura de líquido dentro del tubo no excede de 31,7 milímetros de presión hidráulica, aproximadamente. La altura o potencial hidráulico del líquido es ordinariamente de valor positivo, aunque en algunos casos puede ser ventajoso emplear una altura que tenga un pequeño valor negativo, es decir mantener el nivel del líquido 19 dentro del tubo ligeramente por debajo del correspondiente al baño refrigerante 14.

- El funcionamiento del aparato de la figura 4 es similar a los de las figuras 1 a 3, con la excepción de que el tubo superenfriado sale verticalmente del baño 14 y es dilatado entre el rodillo de guía 29 y los rodillos prendedores 20, después de pasar los rodillos prendedores 15, de la manera que se describirá a propósito de otras formas del aparato. En esta modificación, la zona de estirado A-A, a describir más adelante, está inmediatamente por encima de la superficie del baño 14.

- Debe señalarse que es frecuentemente deseable superenfriar el tubo extrusionado tan rápidamente como sea posible para evitar una sustancial cristalización en el mismo antes del estirado en frío y subsiguientemente efectuar este estirado en frío en el tubo superenfriado a una temperatura algo superior a la del baño refrigerante, de manera que la operación de estirado en frío pueda avanzar más fácilmente. En tales casos, la temperatura del baño 14 puede mantenerse, por ejemplo, entre 0 y 20°C y calentarse luego el tubo sobreenfriado de cualquier manera conveniente, por ejemplo conduciéndolo a través de una zona templada.



- dora separada, mantenida a una superior temperatura, de 20 a 50 °C, antes del estirado en frío. Tal zona templadora se ilustra en la figura 2, en la que el tubo sobreenfriado 31 es pasado por los rodillos prendedores 16 sobre rodillos de guía 32 a través de un baño templador 30.
5. El tubo sobreenfriado y aplanado se pasa a través de las líneas de contacto de dos pares de rodillos prendedores 16 y 20 (en la figura 4, son los rodillos 15 y 20). Los rodillos 16 y 20 pueden ser accionados de cualquier
10. manera conveniente, por ejemplo mediante una rueda accionadora 21 y cadenas 22, estacionándose los dos pares a cierta distancia entre sí, por lo menos 5 veces superior al diámetro del tubo sobreenfriado (en la figura 2, esta distancia se ilustra como de unas 25 veces mayor que el diámetro del tubo sobreenfriado). Puede disponerse una transmisión 36 a velocidad variable para permitir la realización de ajustes en las velocidades periféricas relativas de los rodillos 16 y 20. Cada par de rodillos prende firmemente al tubo que pasa a través de él y produce un cierre sustancialmente hermético a los gases. Se introduce una cantidad de aire o de otro gas inerte al polímero en la sección del tubo comprendida entre los rodillos prendedores 16 y 20, en una cantidad suficiente para estirar en frío la pared del tubo y distender así a éste, con la formación en el
15. mismo de una burbuja de un diámetro superior al del tubo sobreenfriado. La cantidad de gas es tal que la introducción de cantidades adicionales del mismo tiene por resultado un alargamiento de la burbuja sin aumentar sustancialmente su diámetro.
20. En términos generales, el estirado en frío de un
25. En términos generales, el estirado en frío de un
30. En términos generales, el estirado en frío de un

5 JUL. 1969

- polímero de cloruro de vinilideno normalmente cristalino, por ejemplo en forma de lámina o filamento, puede efectuarse hasta cierto punto, cuyo punto es sustancialmente función del particular polímero o composición del mismo implicados, con sólo un gradual incremento en la fuerza respecto a la necesaria para iniciar el estirado en frío. Un estirado adicional del polímero requiere un gran y rápido incremento de la fuerza aplicada, teniendo pronto por resultado la rotura de la lámina o filamento. Así, en el presente caso, el tubo, después de salir del primer conjunto de rodillos prendedores 16 y antes de pasar entre el segundo conjunto de tales rodillos 20, es distendido, debido al gas encerrado en el mismo, es decir es estirado en frío tanto radial como longitudinalmente, mientras se desplaza por una zona relativamente corta A-A entre los rodillos 16 y 20 y separada de ellos. Tal estirado en frío longitudinal y radial simultáneo del tubo conduce a una orientación plana de las cristalitas contenidas en la pared del mismo, aumentando así su solidez no sólo longitudinalmente, sino también transversalmente. La situación respecto a los rodillos 16 y 20 de la zona en que tiene lugar el estirado en frío, depende en gran parte de la cantidad de gas encerrada dentro de la sección del tubo comprendida entre los rodillos. Así, cuando la cantidad de gas es relativamente pequeña, la zona de distensión o estirado en frío se extiende cerca del último conjunto de rodillos 20. Cuando la cantidad de gas encerrada se incrementa, la zona del estirado en frío se desplaza cerca del primer conjunto de rodillos 16, permaneciendo sustancialmente constante el diámetro de la porción estirada del tubo, independientemente de la zona



- en que se produzca tal estirado. Cuando, como se indica anteriormente, la cantidad de gas encerrada en la sección del tubo comprendida entre los rodillos 16 y 20 es tal que la adición de una nueva cantidad de gas tiene por resultado el alargamiento de la burbuja sin un sustancial incremento adicional de su diámetro, la zona de estirado en frío se mantiene lo suficientemente lejos de cada uno de los pares de rodillos prendedores 16 y 20 para que el estirado en frío simétrico del tubo no sea obstaculizado por el contacto efectivo de los rodillos con el tubo dentro de la zona de dicho estirado.
- 5.
- 10.

- Aunque puede producirse una pequeña distensión del tubo entre los primeros rodillos 16 y la zona de estirado, la relación entre el diámetro de la porción estirada del tubo y el de la porción sobreenfriada pero sin estirar es sustancialmente constante para cualquier espesor de pared particular del tubo sobreenfriado y para cualquier polímero de cloruro de vinilideno particular normalmente cristalino, siendo así evidente que para cualquier orificio de troquel particular, el diámetro del tubo final estirado en frío depende en gran medida de la altura o potencial hidráulico 19 mantenido en el tubo extruido y caliente antes de ser enfriado, y de la velocidad con que se retire el tubo del orificio de troquel 12. La presión del gas encerrado en el tubo entre los rodillos 16 y 20 es automáticamente determinada por el diámetro y espesor de pared del tubo sobreenfriado y por las propiedades del polímero particular implicado, pero ordinariamente es del orden de unos gramos a varios kilos por centímetro cuadrado. La operación de estirado en frío se efectúa por lo general a una temperatura
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



de 10 a 50°C y preferiblemente de 20 a 40°C, entendiéndose que, aunque puede producirse una considerable elevación de temperatura en la pared del tubo durante el estirado, estas temperaturas se refieren a la del tubo a su entrada en la zona de estirado en frío.

5. Los rodillos 15 de la figura 1, ó la serie de rodillos 29 de la figura 2, y los rodillos 16 son accionados sustancialmente a la misma velocidad periférica, aunque si se desea, los rodillos 16 pueden accionarse a una velocidad periférica ligeramente mayor que la de los rodillos 15 ó 29 para asegurar que no haya distensión en el tubo sobreenfriado. Si se desea, los rodillos 15 ó 20 pueden accionarse desde los rodillos 16 mediante una cadena 26. Para absorber la distensión en el tubo, debida al estirado longitudinal que tiene lugar entre los rodillos prendedores 16 y 20, y si desea, para incrementar algo el grado de estirado en frío longitudinal del tubo, el último par de rodillos 20 es movido a una velocidad periférica mayor, ordinariamente de 2 a 4 veces mayor que la del primer par de rodillos prendedores 16, dependiendo del grado de adicional estirado en frío longitudinal deseado.

10. Como se indica anteriormente, el grado de estirado longitudinal puede controlarse algo mediante un adecuado ajuste de la velocidad periférica del último par de rodillos prendedores 20 con relación a la del primer par 16. Generalmente, una longitud determinada del tubo sobreenfriado será estirada de 2 a 3,25 veces su longitud durante la operación de estirado en frío y ocasionalmente hasta 4 veces su longitud, dependiendo del polímero particular implicado y de otros factores. La pared del tubo es ordinariamente es



- tirada en dirección transversal al eje longitudinal de aquél, de 3 a 5 veces su dimensión original, medida en el tubo sobreenfriado. Esto puede expresarse diferentemente diciendo que, por regla general, una sección de la pared del tubo sobreenfriado de $6,45 \text{ mm}^2$ presentará, después de pasar a través de la zona de estirado en frío A-A, la forma de un rectángulo de 50,8 a 82,5 milímetros o más en la dirección longitudinal del tubo y de 76,2 a 127 milímetros en dirección transversal a ella. Después de que el tubo ha pasado la zona de estirado en frío, se produce muy poco estirado de su pared en cualquier dirección. Aunque se produce un gran incremento en la resistencia a la tracción de la pared del tubo debido a la orientación causada por el estirado en frío, la resistencia a la tracción de la película multidireccionalmente estirada es por lo general menor en la dirección longitudinal que en la dirección transversal a ella. Esto es consecuencia del mayor estirado en la dirección transversal. Aunque la resistencia a la tracción de la pared del tubo estirado en frío depende, entre otros factores, del polímero o copolímero particular implicado, se preparan fácilmente películas cortando tubos después de su estirado por el método aquí descrito, que tienen una resistencia a la tracción en dirección paralela al eje longitudinal del tubo de 421,8 a 492,2 kilos/cm² y de 562,5 a 703,1 kilos/cm² en la dirección transversal.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

El tubo aplanado y multidireccionalmente estirado, obtenido por el procedimiento puede usarse o tratarse de cualquier manera deseada. Así, puede pasarse sobre una serie de rodillos alisadores 26 de la figura 2 y recogerse en un tambor 27 para su almacenamiento, o bien puede cortarse

- 30.



- se en segmentos y sellarse un extremo de cada segmento para formar una bolsa. Como variante, el tubo puede ser cortado longitudinalmente, mediante una cuchilla 33 de la figura 1, y desplegarse para producir una película caracterizada por su elevada solidez o resistencia tanto en dirección longitudinal como transversal. Esta última operación de corte se ilustra más claramente en la figura 3, en la que el tubo aplanado y totalmente orientado 34, después de salir entre los rodillos 20, es cortado longitudinalmente por la cuchilla 33 y desplegado para producir una película 35. Naturalmente, pueden emplearse múltiples medios cortantes para producir películas continuas múltiples o bien los bordes plegados del tubo aplanado pueden recortarse simplemente, para dejar dos películas planas sustancialmente de igual anchura que el tubo aplanado.
- 5.
- 10.
- 15.

- En la práctica del procedimiento, el baño de enfriamiento se regula a una temperatura predeterminada y se pone en marcha el extrusionador. El tubo extrusionado se pasa entre las guías 25 y a través de los rodillos giratorios 15 de la figura 1 ó a través de la serie de rodillos 29 de la figura 2, pasándose luego, si se desea, sobre los rodillos de guía situados en el baño templador 30 y finalmente a través de los rodillos prendedores 16 y 20. Se introduce una cantidad de lubricante líquido en el tubo a través de la entrada 17 situada en la cabeza del troquel. Seguidamente se introduce aire u otro gas inerte en la sección de tubo comprendida entre los rodillos 16 y 20, siendo una aguja hueca un medio conveniente para efectuar esta operación. Se perfora la pared de la sección sobreenfriada con la aguja y se inyecta gas en el tubo a través de aquélla. Se re-
- 20.
- 25.
- 30.



- tira la aguja cuando se ha inyectado suficiente gas para que la zona A-A de estirado en frío del tubo quede en un punto suficientemente alejado de los rodillos 16 y 20 para eliminar toda posibilidad de deformación del tubo incluido en dicha zona por los rodillos. El orificio dejado en la pared del tubo por la aguja puede cerrarse con el dedo hasta inmediatamente antes de pasar entre los rodillos 20, limitándose así a una pequeña cantidad la pérdida de gas del interior del tubo. Pueden inyectarse otras cantidades de gas inerte en el tubo en cualquier momento por el mismo método y sin detener el proceso. La velocidad de los rodillos 15 ó 29, 16 y 20 y la cantidad de lubricante líquido 19 se regulan luego hasta que el tubo aplanado y estirado en frío que sale del último par de rodillos prendedores 20 tiene el diámetro y espesor de pared deseados. El nivel del lubricante líquido 19 en el tubo 13 puede descenderse, si se desea, insertando un tubo de pequeño diámetro interno a través de la entrada 17 y retirando el líquido por succión. Si se desea, el lubricante líquido puede ser enfriado, por ejemplo puede ser continuamente retirado y sustituido por líquido más frío para enfriar la pared del tubo extruido desde sus superficies interna y externa y acelerar su superenfriamiento.

- En un ejemplo típico del procedimiento de la invención, se extrusionó a una temperatura de 170 a 173 °C un copolímero preparado mediante la polimerización de una mezcla que contenía un 85 % de cloruro de vinilideno y un 15 % de cloruro de vinilo y compuesta con un 7 % de su peso de éter di(alfa-feniletílico) como plastificante, a través de un orificio de troquel circular que tenía un diámetro externo



- de 63,5 milímetros y un diámetro interno de 60,4 milímetros. El tubo, mientras estaba todavía caliente, se condujo a un baño de agua mantenido entre 2 y 7°C a fin de sobreenfriar el copolímero. Se mantuvo dentro del tubo una
5. cantidad de petróleo crudo de elevada ebullición y de peso específico de 0,870 aproximadamente, a 20°C, de manera que su superficie quedase de 12,7 a 25,4 milímetros por encima de la superficie del baño de agua fría. Se extruyó el copolímero a razón de 33,75 kilos por hora. El tubo sobreenfriado fue pasado entre un primer par de rodillos prendedores
10. que giraban a una velocidad periférica de 2,7 a 3 metros por minuto y luego entre un segundo par de rodillos prendedores que giraban a una velocidad periférica de 6,9 a 7,8 metros por minuto. Se introdujo aire comprimido por medio
15. de una aguja hueca en la sección del tubo comprendida entre el primer y segundo conjuntos de rodillos prendedores, hasta que se distendió una porción de la sección con la formación de una burbuja de un diámetro superior al del tubo sobreenfriado y la introducción de aire adicional tuvo sólo
20. por resultado el alargamiento de la burbuja distendida y no un incremento adicional sustancial de su diámetro. Se observó que la presión del aire dentro del tubo era de 0,07 a 0,10 kg/cm². El tubo aplanado y multidireccionalmente estirado que salió entre el segundo par de rodillos prendedores
25. fué pasado bajo considerable tensión sobre una serie de rodillos alisadores y finalmente se enrolló en un tambor para su almacenamiento. El tubo sobreenfriado, después de pasar a través del primer conjunto de rodillos prendedores, tenía un diámetro de 60 milímetros y un espesor de pared de 0,625
30. milímetros aproximadamente. Después del estirado en frío,



- el tubo tenía un diámetro de unos 304,8 milímetros y un espesor de pared comprendido entre 0,050 y 0,0625 milímetros. Se cortó longitudinalmente una sección del tubo estirado en frío, se desplegó y se alisó para formar una película que tenía una anchura superior a 939 milímetros.
5. En una operación similar, se extrusionó un copolímero algo más blando, pero todavía cristalino, consistente aproximadamente en un 75 % de cloruro de vinilideno y un 25 % de cloruro de vinilo, plastificado con un 7 % de su peso de éter di(alfa-feniletílico) para formar una composición que tenía un punto de fusión de 143°C aproximadamente, cuya extrusión se efectuó en forma de tubo de 63,5 milímetros a un baño de agua mantenido a 30°C para efectuar el superenfriamiento. El tubo extrusionado fué llenado de petróleo crudo, como anteriormente, y se pasó a través de los rodillos prendedores 15 del aparato de la figura 4 y luego alrededor del rodillo de guía 29, retirándose verticalmente del baño y pasándose a través de los segundos rodillos prendedores 20. Se infló el tubo como anteriormente y la zona de estirado en frío A-A se situó inmediatamente por encima de la superficie del baño refrigerante. Los rodillos 20 se accionaron a un ritmo unas 3,5 veces superior al de los rodillos 15, produciendo un estirado longitudinal igual a 2,5 y se observó que la distensión radial del tubo era aproximadamente 4 veces el radio del tubo extruido original. El tubo totalmente estirado era altamente cristalino y presentaba la solidez característica de los copolímeros de cloruro de vinilideno cristalinos y orientados, mostrando valores de 492,2 kilos por centímetro cuadrado aproximadamente en dirección longitudinal y unas 597,6 kilos por centímetro cua-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



drado en dirección transversal.

- N O T A -

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar, que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA EXTRUSION DE TUBOS DE POLICLORURO DE VINILIDENO"; caracterizándose por lo siguiente:

1^a.- "Procedimiento continuo para la extrusión de tubos de policloruro de vinilideno" caracterizado porque comprende extruir en continuo un tubo de policloruro de vinilideno fundido y normalmente cristalino, a una temperatura comprendida entre 120 y 190°C; retirar el tubo descendientemente desde el orificio de la boquilla a través de un baño de enfriamiento, cuya superficie está a menos de unas 150 milímetros por debajo del orificio y cuya temperatura se mantiene a un valor constante comprendido entre 0 y 40°C aproximadamente, para sobreenfriar el tubo, a una velocidad superior a la de salida del polímero a través de la boquilla, mientras se mantiene una altura predeterminada de un líquido lubricante dentro del tubo para regular el diámetro y espesor de pared del tubo sobreenfriado y para lubricar su superficie interna; aplanar el tubo y su avance a través de las líneas de contacto de un primer y un segundo par de rodillos prendedores, cuyos pares están estacionados a una distancia recíproca por lo menos 5 veces mayor que el diámetro del tubo.

5 JUL. 1969

- metro del tubo sobreenfriado; introducir y mantenimiento de un gas en la sección del tubo entre los citados pares de rodillos, en una cantidad más que suficiente para llenar el tubo a su diámetro sobreenfriado y suficiente para establecer una presión interna positiva y distender el tubo en una porción de la distancia desde los segundos rodillos mencionados hacia los primeros rodillos, a 3-5 veces el diámetro del tubo sobreenfriado, pero insuficiente para distender el tubo a tal diámetro agrandado en toda la distancia entre los citados pares de rodillos, estirándose así en frío el tubo en una zona intermedia comprendida entre los dos conjuntos de rodillos y retirada de ellos, estando limitada la cantidad de gas empleado de manera que la introducción de una adicional cantidad del mismo tiene por resultado el alargamiento de la burbuja agrandada y el desplazamiento de la zona de estirado en frío hacia el primer par de rodillos, sin incremento material del diámetro de la burbuja agrandada; y accionar el segundo par de rodillos prendedores a una velocidad periférica de 2 a 4 veces mayor que la del primer par de rodillos prendedores.
- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque comprende la extrusión continua de un tubo de polímero de cloruro de vinilideno fundido y normalmente cristalino, a una temperatura comprendida entre 120 y 190°C;
25. retirar el tubo descendentemente del orificio del troquel a través de un baño de enfriamiento, cuya superficie está a menos de unas 150 milímetros por debajo del orificio y cuya temperatura se mantiene entre 0 y 20°C aproximadamente, para superenfriar el tubo, a una velocidad superior a
30. la del polímero a través del orificio del troquel, mientras



- se mantiene una altura predeterminada de un líquido lubricante dentro del tubo, regulándose así el diámetro y espesor de pared del mismo y lubricando su superficie interna; el calentamiento del tubo superenfriado a una temperatura comprendida entre 20 y 50°C; el paso del tubo calentado sucesivamente entre un primer y un segundo par de rodillos prendedores accionados, estacionados a cierta distancia entre sí, por lo menos 5 veces mayor que el diámetro del tubo superenfriado; el mantenimiento de un gas en la sección del tubo comprendida entre dicho par de rodillos, en cantidad suficiente para estirar en frío el tubo, en una zona intermedia comprendida entre los dos conjuntos de rodillos y retirada de ellos, con la formación en ella de una burbuja alargada que tiene un diámetro de 3 a 5 veces el del tubo sobreenfriado, siendo tal la cantidad de gas que la introducción de una cantidad adicional del mismo tiene por resultado el alargamiento de la burbuja sin sustancial incremento adicional de su diámetro; y el accionamiento del segundo par de dichos rodillos a una velocidad periférica de 2 a 4 veces mayor que la del primer par de rodillos.
- 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque comprende la extrusión continua de un tubo de polímero de cloruro de vinilideno fundido y normalmente cristalino, a una temperatura comprendida entre 120 y 190°C; la retirada del tubo descendientemente del orificio del troquel a través de un baño de enfriamiento, cuya superficie está de 12,7 a 44,5 milímetros por debajo del orificio y cuya temperatura se mantiene entre 0 y 20°C para sobreenfriar el tubo, a una velocidad superior a la del polímero a través del orificio del troquel, mientras se man-



- tiene una altura predeterminada de un líquido lubricante dentro del tubo para regular el diámetro y espesor de pared del mismo y lubricar su superficie interna; el paso del tubo sobreenfriado a través de un baño calentador mantenido a una temperatura comprendida entre 20 y 50 °C; el paso del tubo calentado sucesivamente entre un primer y un segundo par de rodillos prendedores accionados, estacionados a una distancia determinada entre sí, por lo menos 5 veces mayor que el diámetro del tubo sobreenfriado; el mantenimiento de un gas en la sección de tubo comprendida entre dichos pares de rodillos, en cantidad suficiente para estirar en frío el tubo, en una zona intermedia a los dos conjuntos de rodillos y retirada de ellos, con la formación en la misma de una burbuja alargada que tiene un diámetro de 3 a 5 veces mayor que el del tubo sobreenfriado, siendo tal la cantidad de gas que la introducción de una cantidad adicional del mismo tiene por resultado el alargamiento de la burbuja sin un sustancial incremento adicional de su diámetro; y el accionamiento del segundo par de dichos rodillos a una velocidad periférica de 2 a 4 veces mayor que la del primer par de rodillos.

4^a.- "Procedimiento continuo para la extrusión de tubos de policloruro de vinilideno", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta Memoria consta de 23 hojas escritas a máquina por una sola cara

Madrid 5 JUL. 1969
 GRACE, S.A. A. GOMEZ ACEBO Y MODEY
 Firmado: F. Hernández C. S. S.

FIG. 1

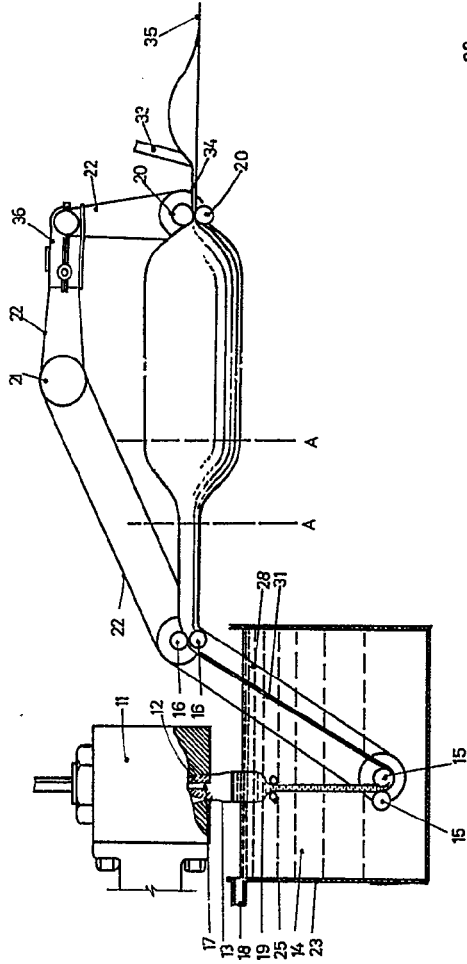
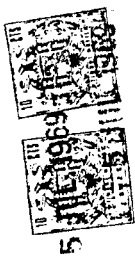
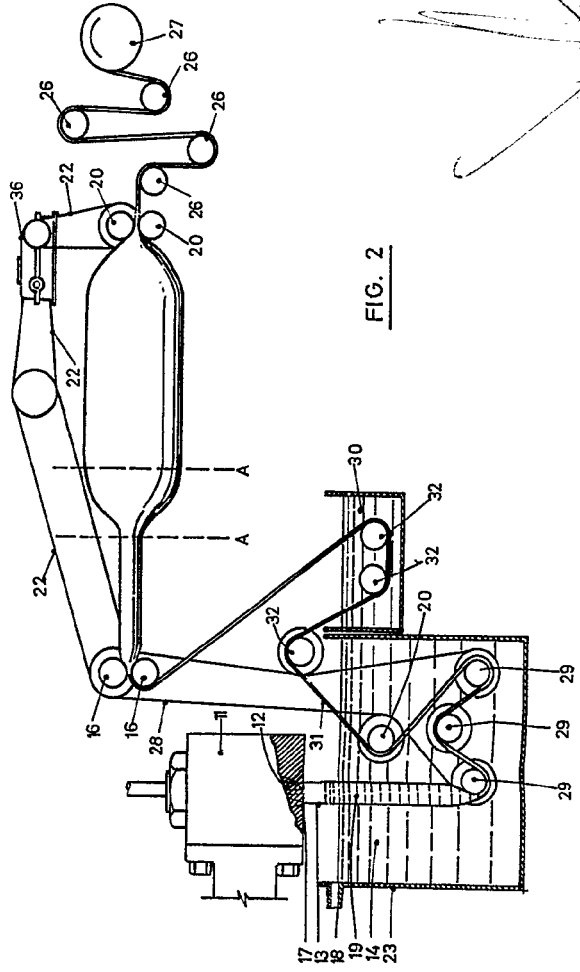
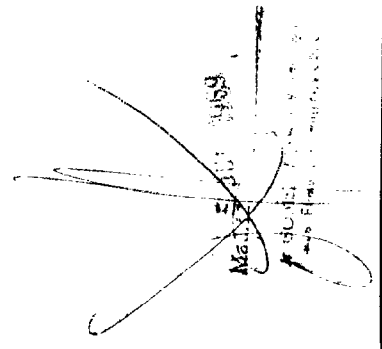


FIG. 2

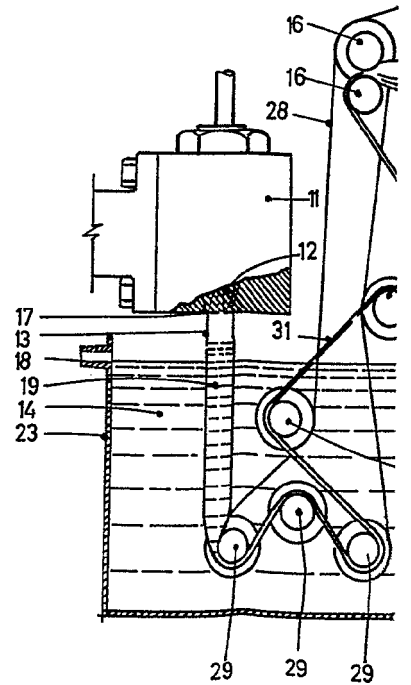
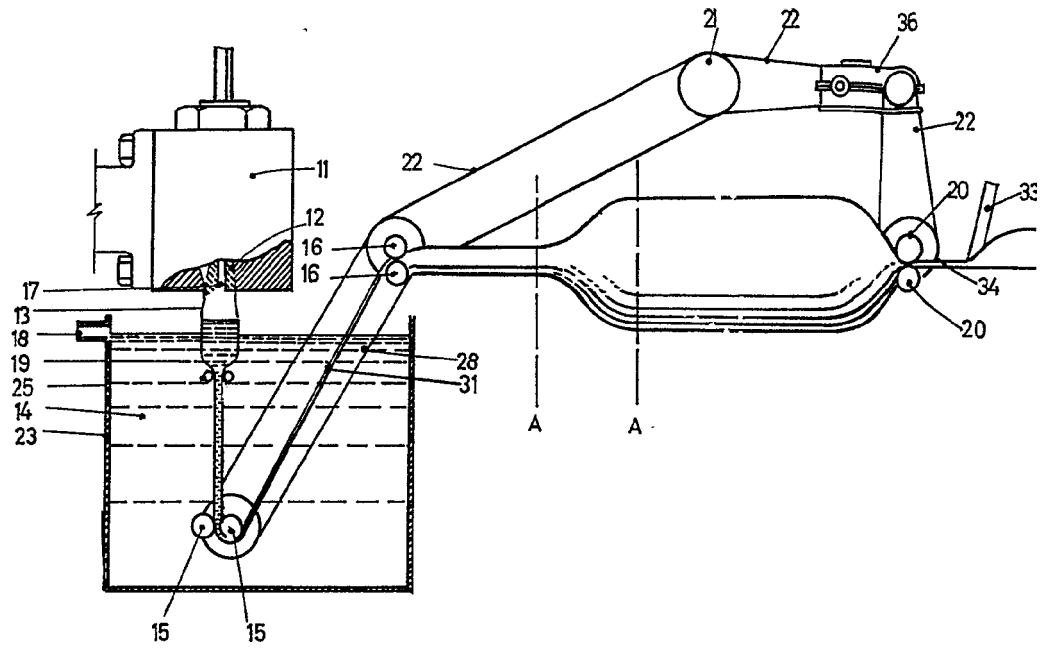


ESCALA VARIABLE



ESCALA VARIABLE.

FIG. 1



ESCALA VARIABLE.

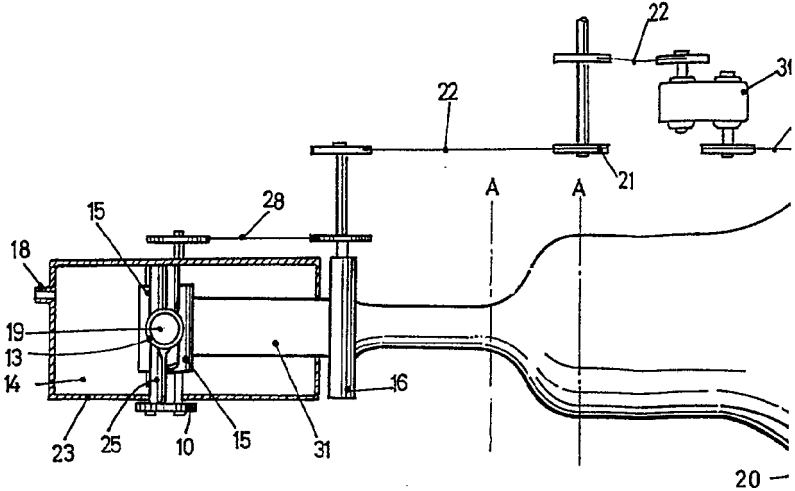


FIG. 3

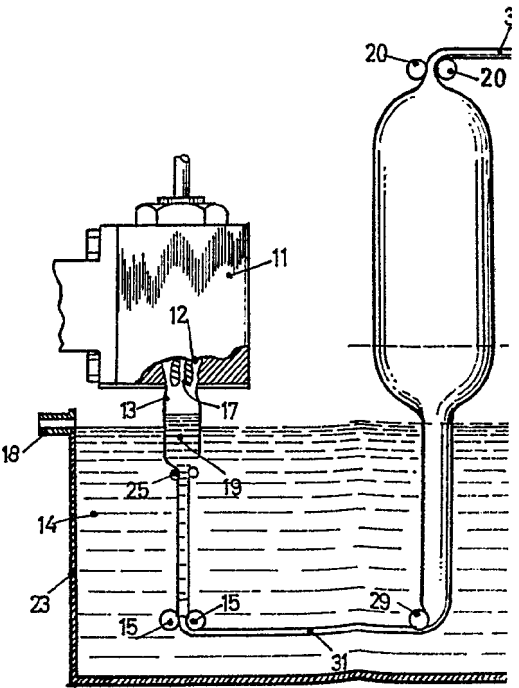


FIG. 4

ESCALA VARIABLE .

ESCALA
VARIABLE

