

379003

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE	608
SUBCLASE	f



PATENTE DE INVENCION

Ref: O.Z. 26 145.

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para pulverizar material termo-
plástico.

=====

Solicitante

BADISCHE ANILIN - & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en: 6700 Ludwigshafen,
Alemania.

=====

La presente invención se refiere a un pro-
cedimiento para pulverizar material termoplástico me-
diante la pulverización de materiales sintéticos
termoplásticos en estado fundido.

5.

Para pulverizar material termoplástico se

379003



tico que va ligada a un empeoramiento de la calidad. Los molinos tienen por lo general una capacidad reducida, siendo por lo tanto, poco adecuados para la producción de grandes cantidades de polvo.

5. Para obtener materiales termoplásticos pulverulentos mediante pulverización se conocen varios procedimientos.

10. Según el procedimiento descrito en la patente británica nº 609.560 se empuja polietileno fundido a través de una tobera y se le desmenuza con ayuda de una corriente de gas. Para obtener productos pulverulentos es necesario agregarle al polietileno sustancias que disminuyan su viscosidad. De esta manera se perjudican, sin embargo, las propiedades mecánicas del polietileno. Además en este procedimiento se obtiene el polietileno pulverulento junto con polietileno filiforme, especialmente cuando al polietileno no se le han agregado sustancias que disminuyan la viscosidad.

15. Por otra parte se conoce, por la solicitud de la patente alemana nº P 14 54 760.5, un procedimiento para la obtención de polvos de material termoplástico en el que se extrusionan materiales sintéticos fundidos a través de aberturas en forma de toberas, en forma de hilos gruesos los cuales se desmenuzan soplando sobre ellos una corriente de gas en dirección aproximadamente perpendicular a la dirección de salida de los hilos. Un inconveniente de este procedimiento es la general propensión a averías del dispositivo de pulverización, ya que los taladros para el producto se atascan con facilidad y se observa una retención del producto en la tobera de gas, por lo que

20. la instalación no se puede parar y poner de nuevo en mar-

25.

30.

379003

24



cha varias veces. Antes de cada nueva puesta en marcha se ha de desmontar la tobera y limpiarla. Además, con ayuda de este procedimiento no se pueden pulverizar productos que contienen materiales sólidos en distribución homogénea.

5. Como demuestran estos ejemplos, los procedimientos de pulverización conocidos no están exentos de inconvenientes. Su consumo específico de energía es, en algunos casos, excesivamente antieconómico, en otros casos, son propensos a averías, y por lo tanto, inadecuados para una producción en masa, o, en otros casos, dan un polvo relativamente basto.

10. Existía, por lo tanto, la necesidad de conseguir desarrollar un procedimiento y un dispositivo con los cuales se lograra, en forma técnicamente sencilla, pulverizar materiales sintéticos termoplásticos para obtenerlos en forma de polvo.

15. Se ha descubierto que este cometido se soluciona si los materiales termoplásticos se extruyen a temperaturas comprendidas entre el punto de fusión y la temperatura máxima permisible bajo la que no se presenta una modificación química del producto, a presiones entre 5 y 300 atmósferas de sobrepresión y una velocidad en la boquilla de 0,2 a 4 m/seg en una corriente o flujo anular cónicamente estrechado con un ángulo de conicidad de 5 a 40° y un ángulo de torsión de 0 a 60° en forma de un tubo flexible con diámetros interiores de 1 a 30 mm y espesores de película de 0,2 a 3 mm y se pulverizan a polvo con el medio auxiliar de pulverización en una proporción cuantitativa de 0,5 a 10 kg por cada kilogramo de masa fundida,
- 20.
- 25.
30. con una presión de 5 a 100 atmósferas de sobrepresión.

379003

24



- una temperatura de 20 a 350°C y una velocidad de 200 a 700 m/seg, dividiendo el medio auxiliar de pulverización en dos corrientes parciales en la proporción de 1:5 a 3:1, dejando actuar una corriente parcial sobre el lado interior del tubo de material fundido, mientras el lado exterior del tubo se conduce aún por una longitud de 2 a 8 mm, después dejando actuar la segunda corriente parcial concéntricamente sobre el lado exterior del tubo de material fundido bajo un ángulo de 15 a 70° con relación al eje del tubo y conduciendo la corriente de gas aún por 1 a 6 mm prácticamente paralela al eje del tubo de material fundido.
- 5.
- 10.

- Entre los materiales sintéticos termoplásticos que se pueden elaborar a polvo, según el procedimiento de la presente invención, se encuentran, por ejemplo, las poliolefinas, las poliamidas, los poliuretanos, los poliésteres y polímeros del estireno, o-metilestireno y α -metilestireno.
- 15.

- Como materiales termoplásticos utilizables en el procedimiento se dan preferencia a las poliolefinas. Sin embargo, también es posible pulverizar mezclas de distintos materiales termoplásticos miscibles entre sí.
- 20.

- Poliolefinas adecuadas son, ante todo, los homopolímeros de las monoolefinas con 2 a 4 átomos de carbono. Los polietilenos que se emplean preferentemente, pueden tener un peso específico comprendido entre 0,915 a 0,960 g/cm³. También son adecuados los copolímeros del etileno con olefinas, tales como propileno y buteno-1, así como los copolímeros del etileno con otros monómeros etilénicamente insaturados, por ejemplo, los monocarbo-
- 25.
- 30.

379003-6-

24



5. xilatos alifáticos saturados de vinilo con 2 a 18 átomos de carbono, los viniléteres, el cloruro de vinilo, los ésteres acrílicos y metacrílicos que se derivan de alcoholes con 1 a 5 átomos de carbono, así como los polímeros de etileno y los acrilatos que contienen adicionalmente radicales acrílicos libres, por ejemplo, los polímeros de etileno-terc.butilacrilato-ácido acrílico. La proporción de los co-monómeros, en el peso total del polímero, puede ascender hasta a un 50% en peso. También se puede emplear el polietileno clorado, así como los copolímeros del isobutileno que contienen hasta un 10% en peso de 1,3-diolefinas, por ejemplo, el butadieno y el isopreno.

15. Las poliamidas adecuadas para el procedimiento se obtienen, por ejemplo, por polimerización de lactamas que contienen 6 o 12 átomos de carbono de anillo o por policondensación de ácidos dicarboxílicos alifáticos, tales como ácido adípico y ácido sebácico, y diaminas alifáticas con 6 a 15 átomos de carbono.

20. Según el presente procedimiento se pueden pulverizar los polímeros con un amplio margen de peso molecular, que se caracterizan por un índice de fusión (según ASTM D 1238-57 T) $MI_{2,16/190^{\circ}C}$ de 0,1 a 100, preferentemente de 0,5 a 25. No es necesaria la adición de reblandecedores o lubricantes para mejorar la fluidez para la pulverización de las masas fundidas, según el procedimiento de la presente invención. A todos los productos mencionados se les pueden agregar, sin embargo, antes de la pulverización, aditivos para lograr determinadas propiedades de los productos o determinadas condiciones previas para
- 25.
- 30.



- la ulterior elaboración, por ejemplo, estabilizadores frente al calor, a la luz y a los rayos ultravioleta, así como agentes ignífugantes, colorantes, materiales de carga, por ejemplo, serrín, arena fina, creta, dióxido de titanio y negro de humo, así como polvos metálicos o virutas y fibras de vidrio. La proporción de los aditivos en las masas fundidas puede ser de hasta un 70% en peso. Los tamaños de partícula permisibles de los aditivos dependen de su forma y de las dimensiones de la tobera para el producto. Si la dimensión de longitud de las partículas es aproximadamente igual a la dimensión transversal entonces, el tamaño máximo permisible de las partículas es de aproximadamente la mitad del ancho de la ranura anular de la boquilla para los productos. Con dimensiones en sentido transversal inferiores a 0,1 mm puede ser la longitud de hasta unos 10 mm. En la pulverización de masas fundidas de material termoplástico que contienen aditivos de partícula fina, se obtienen polvos en los cuales los aditivos están homogéneamente repartidos.
5. El procedimiento de la presente invención se realiza en detalle fundiendo los materiales sintéticos termoplásticos, transportándolos en una corriente de película anular cónicamente estrechada, preferentemente con torsión, hacia la boca de la tobera y extruyéndolos en forma de tubo flexible.
10. Las condiciones de servicio para la masa fundida (velocidades, presiones, temperaturas) se pueden limitar de la manera siguiente: la velocidad de extrusión del producto se encuentra entre 0,2 y 4, preferentemente entre 1 y 2 m/seg, la presión del producto entre 5 y 300, preferentemente entre 60 y 200 atmósferas. La temperatura
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

- 8 379 003 24



de la masa fundida puede encontrarse entre el punto de fusión y la temperatura máxima permisible sin variación química (degradación) del producto. Convenientemente se trabaja cerca del límite superior para lograr viscosidades relativamente bajas.

5.

El ángulo de cono α del flujo del producto según la figura deberá ser de 5 a 40, preferentemente de 15 a 25°, referido al eje de la tobera. El ángulo de torsión para lograr una película de contorno homogéneo puede encontrarse entre 0 y 60°, preferentemente entre 15 y 45°. Las dimensiones del tubo extruído se encuentran entre los siguientes límites: diámetro interior 1 a 30, preferentemente 3 a 15 mm, espesor de la película 0,2 a 3, preferentemente 0,5 a 1,5 mm.

10.

15.

Como medios auxiliares para la pulverización se emplean ante todo aire, gases inertes o vapor de agua. El procedimiento es especialmente económico si como agente auxiliar para la pulverización se emplea aire. Al emplear vapor de agua se ha de secar a continuación el polvo de material termoplástico.

20.

25.

El medio auxiliar empleado para la pulverización se reparte en dos corrientes parciales en la proporción cuantitativa de 1:3 a 3:1, preferentemente de 1:1,5 a 1,5:1. Estas corrientes parciales se conducen de manera que actúen sobre el tubo de material sintético, que sale de la boquilla de la tobera, en su lado interior y exterior y lo pulvericen. De esta manera, se forma una superficie de contacto relativamente grande entre el producto y el medio auxiliar. Como el medio auxiliar ataca a ambos lados del tubo de material, tiene que atravesar solamente la

30.

379003



- mitad del espesor de la película con el fin de lograr una pulverización. Por los componentes periféricos opuestos (torsión) de las dos corrientes de gas se puede aumentar la turbulencia y el gradiente de cizallamiento en la zona de la boquilla. Con la gran superficie de contacto, la pequeña profundidad de penetración, la gran turbulencia y el elevado gradiente de cizallamiento se crean condiciones previas favorables para una pulverización con ahorro de energía.
- 5.
10. La primera corriente de gas parcial, preferentemente la más pequeña, se sopla al interior del tubo de material extruído. El diámetro interior de esta corriente de gas es, por regla general, en 0 a 2, preferentemente en 0,5 a 1 mm inferior al diámetro interior del tubo de material. Antes de que el tubo de material haya abandonado la pared exterior de su tobera ya actúa la corriente de gas interna sobre el tubo de material. Este lugar de ataque se encuentra 2 a 8, preferentemente 3 a 5 mm por detrás del plano de extrusión del tubo de material (posición atrasada del gas interno).
- 15.
20. La corriente de gas externa, preferentemente la corriente parcial mayor, se sopla concéntricamente sobre el lado exterior de la película de material en un ángulo β (según la figura) con relación al eje de la tobera, que es en 10 a 30, preferentemente en 15 a 25° mayor que el ángulo de conicidad del flujo del material. El espesor del anillo de gas externo se encuentra entre 0,3 y 3, preferentemente entre 0,5 y 2 mm. La corriente de gas externa se conduce, después de haber actuado sobre el tubo de material, aún por una longitud de 1 a 6, preferentemente de 2 a 4 mm por la
- 25.
- 30.

379003

- 10 -



- tobera del gas externo (posición adelantada del gas externo). Si ambas corrientes de gas se dotan de torsión, entonces el ángulo entre el vector de velocidad resultante y el eje de la tobera (ángulo de torsión) no se desarrollará convenientemente superior a 30° , preferentemente inferior a 15° . En este caso, los componentes periféricos de la velocidad de las corrientes de gas tienen preferentemente direcciones opuestas. El procedimiento, según la presente invención trabaja también, sin embargo, con corrientes de gas libres de torsión.
- 5.
- 10.

- Las condiciones de servicio para el agente auxiliar de pulverización dependen en gran escala de la capacidad de la tobera (paso de material por unidad de tiempo), así como también de la granulometría deseada. Para el medio auxiliar son suficientes presiones de 4 a 6 atmósferas si la capacidad de la tobera asciende hasta a unos 30 kg/h. Con una capacidad de la tobera de 200 a 300 kg/h se precisan 30 a 50 atmósferas. El consumo específico de gas sube en este caso de 1 a 2, hasta 3 a 4 kg de agente auxiliar por kg de material. Si se desea un polvo muy fino cuya granulometría se ha de encontrar, por ejemplo, en un 95% por debajo de 50μ , entonces, por lo demás bajo las mismas condiciones, se habrá de aumentar la presión del gas hasta 100 a 200 atmósferas, o bien se aumenta el gasto de gas específico hasta 10 a 20 kg de agente auxiliar por kg de material.
- 15.
- 20.
- 25.

- La velocidad media alcanzable para el gas o el vapor en las secciones de la boquilla es, bajo las presiones indicadas en la mayoría de los casos, de 0,8 a 0,95 veces la velocidad del sonido, es decir, según la
- 30.

379003

- 11 -



- temperatura del agente auxiliar aproximadamente de 300 a 400 m/seg. Al emplear gases como agente auxiliar se pueden emplear temperaturas entre 20 y 350°C, preferentemente entre 80 y 120°C. Las elevadas temperaturas del gas de 150 a 350°C solamente son precisas cuando el agente auxiliar ha de suministrar el calor para el calentamiento del dispositivo de pulverización. Convenientemente se preven para ello, sin embargo, calefacciones eléctricas. Al emplear vapor como agente auxiliar para la pulverización con temperaturas de 150 a 200°C se puede prescindir de la calefacción eléctrica de las toberas.

Las ventajas esenciales del procedimiento de la presente invención, en comparación con los procedimientos conocidos son:

- Las necesidades específicas de energía son en un 50% aproximadamente inferiores en la pulverización de masas fundidas de material termoplástico, a las de los procedimientos conocidos con una granulometría cualitativamente igual. Además del empleo de gases inertes como agente auxiliar se puede emplear también aire y vapor. Al emplear aire como agente auxiliar de pulverización se reducen aún más los gastos de servicio. La tendencia a los atascos en la boquilla de salida del material de los dispositivos de pulverización resulta considerablemente disminuída. Por esta razón se pueden pulverizar masas fundidas que contienen aditivos de materias sólidas en hasta un 70% aproximadamente.

- La tendencia general a las averías de los dispositivos de pulverización es disminuída ya que no se presenta ninguna retención de la masa fundida en la tobera de gas. Los dispositivos se pueden detener y volver a poner en

379003

- 12 -

24



marcha repetidas veces sin que cada vez sea necesario desmontar sus elementos y limpiar. Se pueden emplear varios dispositivos de pulverización paralelos en una torre de pulverización, con lo cual resultan posibles mayores capacidades de instalación.

5. Para la realización del procedimiento de la presente invención, es adecuado un dispositivo que, según la ilustración, se compone esencialmente de tres toberas dispuestas concéntricamente, siendo transportado el agente auxiliar de pulverización a través de la tobera de gas interna 1, de 1 a 30 mm de diámetro y la tobera de gas externa 3, con un ancho de intersticio anular de 0,3 a 5 mm bajo un ángulo $\beta = 15$ a 70° con relación al eje de la tobera así como el material sintético fundido en una extrusora a través de la tobera para el material 2, con un ancho de intersticio anular de 0,2 a 3 mm con un ángulo de conicidad α de 5 a 40° , referido al eje de la tobera, y reuniéndose en la zona de la boquilla de la tobera de triple flujo, de manera que la corriente de gas interna actúe a una distancia de $(x) = 2$ a 8 mm delante del borde delantero de la boquilla de la tobera para el material sobre el lado interior del tubo de material extruído, mientras el borde delantero de la boquilla de la tobera de gas externa sobresale en $(y) = 1$ a 6 mm del borde delantero de la boca de la tobera del material. El casquillo de blindaje interior 4, y el casquillo de blindaje exterior 5, evitan que el material sea enfriado en demasía por las corrientes de gas generalmente más frías. La calefacción de tobera interior 6 y la calefacción de tobera exterior 7, sirven para graduar o bien
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- mantener la temperatura de pulverización óptima del material. Esta temperatura es vigilada por los termoelementos 8, dispuestos a la entrada de la tobera y 9 dispuesto un poco por delante de la boquilla de la tobera del material. En 10 se conduce el gas interno a la tobera, en 11 el producto y en 12 el gas externo. La sección de la boquilla (el ancho del intersticio) de la tobera del material se gradúa por el anillo distanciador 3, el ancho del intersticio de la boquilla de la tobera de gas externo por el anillo distanciador 14. La magnitud (x) en la ilustración representa el retraso de la boquilla de la tobera de gas interno, la magnitud (y) el avance de la boquilla de la tobera de gas externo con relación a la tobera del material. Se han dibujado asimismo los ángulos de conicidad α de salida de la corriente del material y β de la corriente de gas externo, referidos al eje de la tobera. Collarines centrados están previstos para lograr un centrado exactamente concéntrico de las secciones de boquilla en la parte cilíndrica de las toberas o bien casquillos. Estos collarines contradores se han dotado de una serie de perforaciones o ranuras para permitir el paso del flujo y que en caso dado pueden mostrar, para lograr una torsión, una inclinación en dirección periférica. Mientras que el diámetro de estos taladros no tiene influencia alguna, existe para la suma de superficies de los taladros, o de las ranuras, sobre un collarín la condición de que deberá ser superior a la superficie del correspondiente intersticio anular de boquilla, preferentemente en el factor 1, 2 a 4. Si también el gas interno se ha de dotar de una torsión, entonces se inserta
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



un cuerpo torsionador en la entrada de gas interno de la tobera (en 10).

- Los campos de aplicación de los polvos de material termoplástico sin y con mezclas o aditivos se extienden en un margen muy amplio. Los materiales termoplásticos pulverulentos se emplean, por ejemplo, en la sinterización por rotación, en el moldeo por inyección, especialmente para piezas pequeñas, además para recubrimientos, por ejemplo, de dorso de tapices, superficies metálicas (pulverización a la llama), etc. Los materiales termoplásticos mezclados con aditivos se emplean para piezas mayores de forma estable, por ejemplo, placas, también especialmente para mejorar las propiedades de resistencia (adición de fibras de vidrio). Los polvos de material termoplástico con elevados contenidos de colorantes son más adecuados para el teñido homogéneo de grandes cantidades de materiales termoplásticos que los colorantes puros. Lo mismo vale para la adición dosificada de estabilizadores y otros aditivos, especialmente para la preparación de los materiales termoplásticos para la fabricación de láminas y películas. Si para el tratamiento ulterior de un material termoplástico se necesita una gran superficie, entonces es conveniente el empleo de polvos pulverizados como etapa intermedia.
25. La granulometría de los polvos se determinó por análisis granulométrico con un tamíz de chorro de aire.

EJEMPLO 1 -

30. Un polietileno del peso específico $0,92 \text{ g/cm}^3$ con un índice de fusión de 18 ($2,16 \text{ kg/190}^\circ\text{C}$) y un punto de fusión de 110°C se transporta a través de una ex-

379003



- trusionadora de tornillo sin-fin y una tubería calentada eléctricamente hacia un dispositivo de pulverización de una capacidad de 30 kg/h. El tubo de material extruído tiene un diámetro de 4 mm y un espesor de 0,3 mm.
5. La corriente interna de gas tiene un diámetro de 3,5 mm, la corriente externa anular de gas un espesor de 0,4 mm. Como agente auxiliar de pulverización se utiliza nitrógeno a 200°C y 8 atmósferas de sobrepresión. La proporción cuantitativa entre el gas externo y el gas interno es de
10. 1,2; la posición atrasada del gas interno (x) y la posición adelantada del gas externo (y) es, en cada caso, de 2 mm, el ángulo de conicidad de la corriente de material $\alpha = 17,5^\circ$, el ángulo de conicidad de la corriente de gas externo $\beta = 37,5^\circ$. La masa fundida se impulsa con 65 atmósferas de sobrepresión y 280°C al dispositivo de pulverización y allí se calienta a 300°C. Con un consumo de gas específico de 1 m³N por kg de material se logra la siguiente granulometría:

80 % < 500 μ ; 60 % < 300 μ ; 8 % < 100 μ

20. EJEMPLO 2 -

- El intersticio de gas externo se aumenta en comparación con el ejemplo 1 a 0,5 mm, de manera que el consumo específico de gas asciende a 1,3 m³N/kg. En este caso se pulveriza con aire a presión. Bajo condiciones por lo demás iguales al ejemplo 1, se obtiene un polvo de polietileno de la siguiente granulometría:
- 25.

90 % < 500 μ ; 65 % < 300 μ ; 10 % < 100 μ

EJEMPLO 3 -

- El intersticio de gas externo se aumenta en comparación con el ejemplo 1 a 0,7 mm, de manera que el
- 30.

379003



consumo específico de gas asciende a $3,3 \text{ m}^3\text{N/kg}$. Bajo condiciones de servicio por lo demás iguales, la granulometría del polvo de polietileno es:

$97,5\% < 500 \mu$; $82\% < 300 \mu$; $14\% < 100 \mu$

5. EJEMPLO 4 -

En el dispositivo pulverizador mencionado en el ejemplo 1 se trabaja con un ángulo de conicidad de la corriente de gas externa $\beta = 60^\circ$, así como con los demás datos según el ejemplo 3. Se obtiene un polvo de polietileno más basto en el que un 32% de las partículas son $> 500 \mu$.

10.

EJEMPLO 5 -

En el dispositivo de pulverización según el ejemplo 1 se aumenta la posición atrasada del gas interno (x) y la posición adelantada de gas externo (y) a 5 mm. Pulverizando el polietileno descrito en el ejemplo 1 se obtiene una granulometría con un 30% $> 500 \mu$.

15.

EJEMPLO 6 -

En comparación con el ejemplo 1 se gradúa una proporción entre gas externo y gas interno de 0,4. Todos los restantes parámetros se mantienen invariados. Se obtiene un polvo de polietileno que contiene un 50% de partículas con un tamaño superior a 500μ .

20.

El mismo resultado se logra si la proporción entre gas externo y gas interno asciende a 2,7.

25.

EJEMPLO 7 -

El dispositivo de pulverización se gradúa como en el ejemplo 1 y el mismo producto se pulveriza ahora con vapor de agua de 14 atmósferas de sobrepresión y un consumo específico de vapor de $2,5 \text{ kg/kg}$. La granulometría

30.



obtenida es la siguiente:

96 % < 500 μ ; 76 % < 300 μ ; 15 % < 100 μ

5. Para lograr la misma granulometría con una tobera de pulverización sin calefacciones eléctricas se necesitan 18 atmósferas de sobrepresión y 3 kg de vapor por kg de producto.

EJEMPLO 8 -

10. Un polietileno con un peso específico de 0,92 g/cm³ con un índice de fusión de 5 se alimenta a la tobera según el ejemplo 1. La presión de impulsión de la masa fundida necesaria es a 290°C, de 120 atmósferas de sobrepresión. Se pulveriza con nitrógeno a 15 atmósferas de sobrepresión y 160°C, el consumo específico de gas asciende a 2 m³N/kg. La granulometría obtenida corresponde a la del ejemplo 2.
- 15.

EJEMPLO 9 -

20. El polietileno mencionado en el ejemplo 8 se alimenta con un 35 a 50% de TiO₂ y distintos colorantes con partículas primarias inferiores a 1 μ como "batch" altamente concentrado al dispositivo de pulverización descrito en el ejemplo 1, con una graduación del intersticio del gas externo de 0,5 mm y se pulveriza bajo las siguientes condiciones: Presión de la masa fundida 120 atmósferas de sobrepresión; temperatura de la masa fundida 310°C, presión del gas 20 atmósferas, temperatura del gas 350°C, consumo específico de gas 1,9 m³N/kg. La granulometría obtenida de un 93% < 500 μ ; un 70% < 300 μ ; un 20% < 100 μ , es independiente de la concentración de los aditivos en la zona indicada.
- 25.

379003¹⁸ -



EJEMPLO 10 -

Una masa fundida con los aditivos como en el ejemplo 9 se pulveriza con un consumo específico de gas de 4,5 m³N/kg, una temperatura del gas de 215°C y una presión de gas de 38 atmósferas de sobrepresión. El mayor consumo de energía da claramente una granulometría más fina que en el ejemplo anterior:

99,5 % < 500 μ ; 96 % < 300 μ ; 50 % < 100 μ

EJEMPLO 11 -

10. Un polietileno con un peso específico de 0,94 g/cm³ con un índice de fusión de 0,9, así como un contenido en negro de humo de un 35% se pulveriza bajo las siguientes condiciones en un dispositivo de pulverización según el ejemplo 1: Temperatura de la masa fundida 260°C; presión de la masa fundida 50 atmósferas de sobrepresión, temperatura del nitrógeno 220°C, presión del nitrógeno 38 atmósferas de sobrepresión. Con un consumo específico de gas de 8 m³N/kg se logra la siguiente granulometría:

99 % < 500 μ ; 93 % < 300 μ ; 55 % < 100 μ

20. EJEMPLO 12 -

Un polietileno de peso específico 0,96 g/cm³ con un índice de fusión de 6,5 se alimenta al dispositivo pulverizador según el ejemplo 1 y se pulveriza bajo las siguientes condiciones de servicio: temperatura de masa fundida 280°C; presión de la masa fundida 130 atmósferas de sobrepresión, presión del gas 25 atmósferas de sobrepresión, temperatura del gas 130°C, consumo específico de gas 4 m³N/kg. El polvo obtenido tiene la siguiente granulometría:

30. 99 % < 500 μ ; 70 % < 300 μ ; 20 % < 100 μ



379003

EJEMPLO 13 -

- Un polietileno de peso específico $0,96 \text{ g/cm}^3$ con un índice de fusión de 5 ($2,16 \text{ kg/190}^\circ\text{C}$) y un punto de fusión de 135°C se impulsa nuevamente a través de la extrusora y una tubería calentada eléctricamente a un dispositivo de pulverización con una capacidad de 30 kg/h . En este caso no se extruye, contrariamente al ejemplo 1, en forma de un tubo liso, sino como tubo con estrías en la dirección del flujo. Estas estrías tienen en el tubo de material, de $0,6 \text{ mm}$ de espesor, una profundidad de $0,4 \text{ mm}$, una anchura de $0,5 \text{ mm}$ y entre sí una distancia de asimismo $0,5 \text{ mm}$. La temperatura de la masa fundida asciende a 275°C , la viscosidad de fusión a $1,8 \cdot 10^4$ Poise. La presión de impulsión de la masa fundida es de 80 atmósferas de sobrepresión. Las dos corrientes de gas (nitrógeno) se impulsan con 10 atmósferas de sobrepresión en una proporción cuantitativa entre gas externo y gas interno de $1,15$ y con una temperatura de 250°C a la tobera. La proporción cuantitativa entre gas y producto asciende a $2 \text{ m}^3\text{N/kg}$. Se obtiene un polvo de la siguiente granulometría:

$85 \% < 500 \mu ; \quad 45 \% < 300 \mu ; \quad 5 \% < 100 \mu$

EJEMPLO 14 -

- Se utiliza un producto y un dispositivo de pulverización iguales a los del ejemplo 13. Siendo las condiciones de servicio también las mismas. La duplicación del consumo específico de gas a $4 \text{ m}^3\text{N/kg}$ a 20 atmósferas de sobrepresión del gas da un afinamiento de la granulometría a los valores siguientes:

$99,5 \% < 500 \mu ; \quad 95 \% < 300 \mu ; \quad 25 \% < 100 \mu$



379003

EJEMPLO 15 -

- Una policaprolactama con un valor K de 68 a 72 y una viscosidad de la masa fundida de 4.000 Poise a 250°C se alimenta a un dispositivo de pulverización, según el
5. ejemplo 1. La masa fundida contiene un aditivo de un 40% de fibras de vidrio (diámetro 10 μ , longitud 1 a 4 mm). El tubo de material en la boquilla tiene un espesor de 0,5 mm. La masa fundida se impulsa con una presión de 50 atmósferas de sobrepresión y 300°C al dispositivo de pulverización, el gas de pulverización con 2 atmósferas de sobrepresión y 140°C. El consumo específico de gas asciende a 0,5 m³N/kg. El polvo obtenido tiene una estructura en forma de agujas con dimensiones transversales entre 0,1 y 0,5 mm así como dimensiones de longitud de 0,5 a 2 mm.
- 10.

15. EJEMPLO 16 -

- El polietileno mencionado en el ejemplo 1 se alimenta a un dispositivo de pulverización de una capacidad de 100 kg/h con 120 atmósferas de sobrepresión y 300°C. El tubo de material extruido fundido tiene un diámetro interior de 5 mm y un espesor de 0,8 mm. La posición atrasada del gas interno (x) y la posición adelantada del gas externo (y) es, en cada caso, de 3 mm, el ángulo de conicidad $\alpha = 17,5^\circ$ y $\beta = 37,5^\circ$. El dispositivo de pulverización no tiene calefacciones eléctricas. La temperatura del gas interno asciende a 300°C, la temperatura del gas externo a 120°C. El intersticio del gas externo tiene un espesor de 1 mm. La presión de gas (en este caso aire) asciende dentro y fuera a 30 atmósferas rels. La proporción cuantitativa entre gas externo y gas interno es
- 20.
- 25.
30. de 1,15, el consumo específico de gas, de 3 m³N/kg. Se



obtiene la siguiente granulometría:

95 % < 500 μ ; 84 % < 300 μ ; 59 % < 200 μ

EJEMPLO 17 -

5. El dispositivo de pulverización es idéntico al del ejemplo 16, asimismo las condiciones de servicio para el gas son las mismas. Un polietileno, de peso específico 0,92 g/cm³, con un índice de fusión de 5, se pulveriza a 300°C de temperatura de la masa fundida y 160 atmósferas de sobrepresión de la masa fundida. El consumo específico en gas es de 3 m³N/kg. La granulometría es la siguiente:

89 % < 500 μ ; 75 % < 400 μ ; 62 % < 300 μ

EJEMPLO 18 -

15. Un polietileno con el peso específico de 0,92 g/cm³ y el índice de fusión 18 se alimenta a un dispositivo de pulverización con una capacidad de 200 kg/h. El tubo de material extruido tiene un diámetro interior de 6 mm y un espesor de 1 mm. La posición atrasada del gas interno (x) y la posición adelantada del gas externo (y) es, en cada caso, de 3,5 mm, los ángulos $\alpha = 17,5^\circ$ y $\beta = 37,5^\circ$. Como en la tobera no se había montado ninguna calefacción eléctrica se trabaja con una temperatura del gas interno de 250°C. El gas externo tiene una temperatura de 80°C. El espesor de la corriente anular del gas externo es de 1,2 mm. La proporción entre el gas externo y el interno es de 1,2, el consumo de gas específico de 4,5 m³N/kg y la presión del gas, de 50 atmósferas de sobrepresión. La granulometría es la siguiente:

93 % < 500 μ ; 71 % < 300 μ ; 23 % < 100 μ



EJEMPLO 19 - **379003**

5. El polietileno, según el ejemplo 18 se pulveriza con un dispositivo de pulverización calentado eléctricamente y con una capacidad de 200 kg/h. Las dimensiones geométricas de la boquilla de la tobera son idénticas a las del ejemplo 18 excepto el intersticio anular del gas externo que se gradúa en este caso a solo 1 mm, con lo que con una presión del gas de 50 atmósferas de sobre presión se obtiene un consumo específico de gas de 3,5 m³N/kg. La temperatura del gas interno y externo es de 80°C. Se logra la misma granulometría que en el ejemplo 18 con un consumo de energía considerablemente inferior.

EJEMPLO 20 -

15. El polietileno, según el ejemplo 18, se alimenta a un dispositivo de pulverización calentado eléctricamente con una capacidad de 300 kg/h. Las dimensiones del tubo de material extruído ascienden a 6,5 mm de diámetro interior y 1,2 mm de espesor. La posición atrasada del gas interno (x) y la posición adelantada del gas externo (y) es en cada caso de 4 mm; el ángulo $\alpha = 17,5^\circ$, el ángulo $\beta = 37,5^\circ$. La presión de gas es de 50 atmósferas, la temperatura del gas interno y externo de 80°C; la proporción de gas interno y externo es de 1,2. Con un consumo específico de gas de 3 m³N/kg se obtiene la siguiente granulometría:

84 % < 500 μ ; 55 % < 300 μ ; 18 % < 100 μ

EJEMPLO 21 -

30. Se trabaja según el ejemplo 20 y se pulveriza un copolímero de etileno-acetato de vinilo de peso específico 0,94 g/cm³ y de índice de fusión 4 con un contenido



de un 14 % de acetato de vinilo. Se obtiene la siguiente granulometría:

85 % < 500 μ ; 57 % < 300 μ ; 15 % < 100 μ

5. Las propiedades del material empleado se mantuvieron invariables después de la pulverización.

EJEMPLO 22 -

10. Se trabaja de nuevo según el ejemplo 20 y se emplea un copolímero de etileno-acrilato de n-butilo de peso específico 0,93 g/cm³ y de índice de fusión 2 con un contenido de un 17 % de acrilato de n-butilo. Se obtiene la siguiente granulometría:

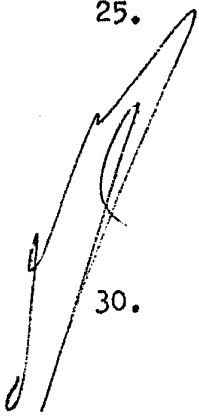
87 % < 500 μ ; 57 % < 300 μ ; 16 % < 100 μ

15. Después de la pulverización no se puede observar ninguna variación en las propiedades del material empleado.

- N O T A -

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 24 de abril 1969 bajo el número P 19 20 777.3

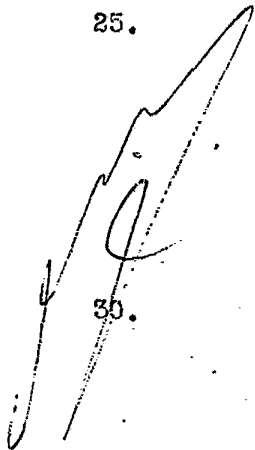
25. acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España:
30. PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA PULVERIZAR MATERIAL TERMO-PLASTICO; caracterizándose por lo siguiente:



379003



- 1.- Procedimiento para pulverizar material termoplástico, por extrusión de materiales sintéticos termoplásticos y desmenuzado del material extrusionado en estado líquido fundido a polvo por medio de un gas o de vapor como agente auxiliar de pulverización, caracterizado porque los materiales termoplásticos se extruyen a temperaturas entre el punto de fusión y la temperatura máxima perrisible bajo la que no se presenta una modificación química del material, a presiones entre 5 y 300 atmósferas relativas y una velocidad en la boquilla de 0,2 a 4 m/seg en una corriente o flujo anular cónicamente estrechado con un ángulo de conicidad de 5 a 40° y un ángulo de torsión de 0 a 60°, en forma de un tubo flexible, con diámetros interiores de 1 a 30 mm y espesores de película de 0,2 a 3 mm y se pulverizan a polvo con el medio auxiliar de pulverización en una proporción cuantitativa de 0,5 a 20 kg por cada kilogramo de masa fundida, con una presión de 5 a 100 atmósferas relativas, una temperatura de 20 a 350°C y una velocidad de 200 a 700 m/seg, dividiendo el medio auxiliar de pulverización en dos corrientes parciales en la proporción de 1:3 a 3:1, dejando actuar una corriente parcial sobre el lado interior del tubo de material fundido, mientras el lado exterior del tubo se conduce aún por una longitud de 2 a 8 mm, después dejando actuar la segunda corriente parcial concéntricamente sobre el lado exterior del tubo de material fundido bajo un ángulo de 15 a 70° con relación al eje del tubo y conduciendo la corriente de gas aún por 1 a 6 mm prácticamente paralela al eje del tubo de mate-
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



379003

- 25 -



- 6 OCT. 1972

rial fundido.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se pulverizan homopolímeros de etileno.

5.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque se pulverizan copolímeros del etileno con otros compuestos etilénicamente insaturados.

4.- Procedimiento para pulverizar material termoplástico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el adjunto dibujo.

10.

Esta Memoria consta de 25 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

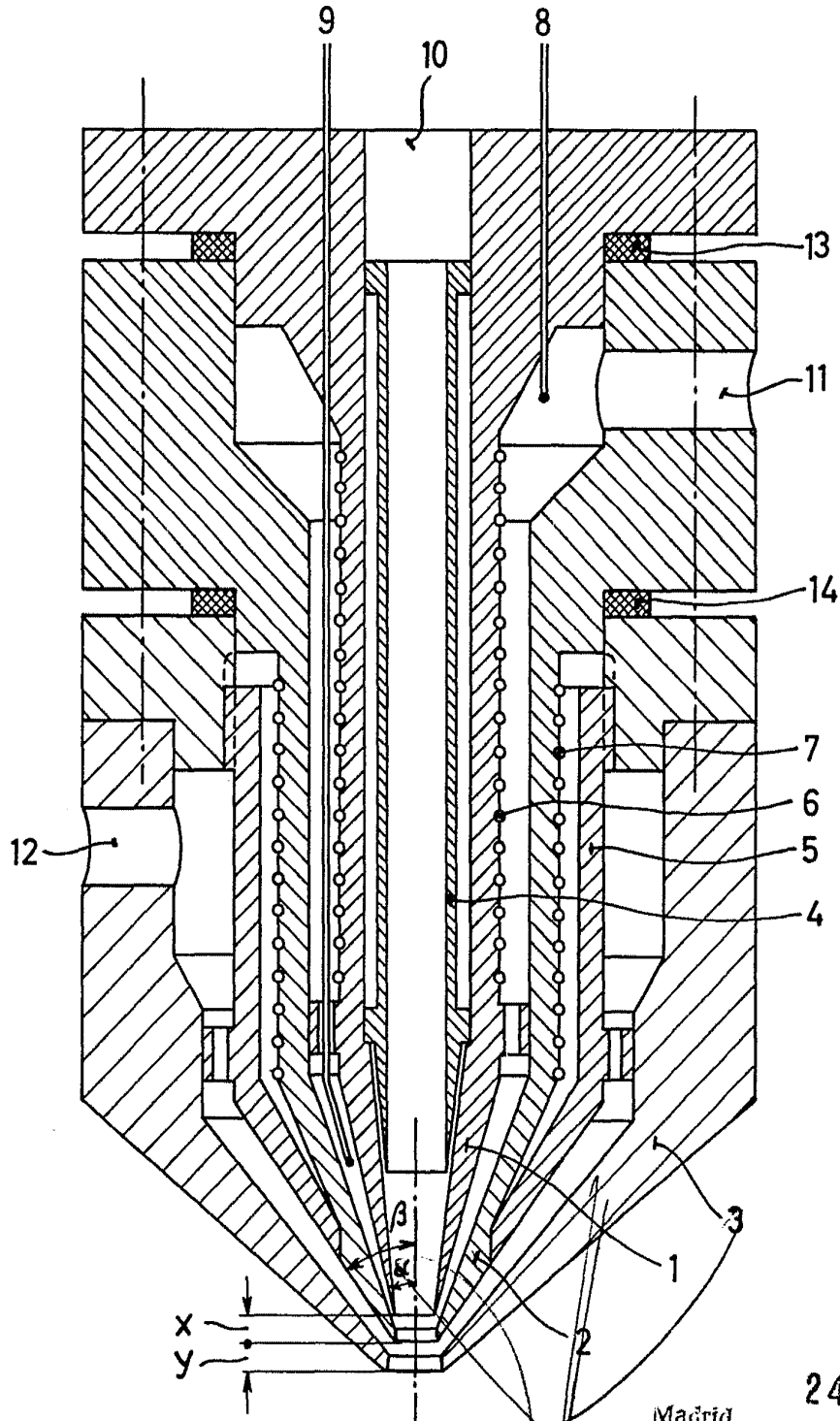
Madrid

- 6 OCT. 1972

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MOVET
c/ El Encanto, La Granja, Madrid

ESCALA VARIABLE



24 ABR 1911

Madrid

GOMEZ BARRIO Y CAJEDI
Ingenieros de Oficio