

384828

MEMORIA DESCRIPTIVA

— PATENTE DE INVENCION.

DURACION: VEINTE AÑOS

| | |
|------------------------|------|
| SECCION TECNICA | |
| CLASIFICACION I. P. C. | |
| CLASE | B 29 |
| SUBCLASE | D |

OBJETO: "PROCEDIMIENTO PARA LA INCORPORACION AL AZAR DE FIBRAS DE VIDRIO EN RESINAS TERMOPLASTICAS".

— PRIORIDAD : País : Estados Unidos de Norte América.

Serial núm: 881.332.

Fecha de depósito: 1 de Diciembre de 1.969.

Solicitante: PHILLIPS PETROLEUM COMPANY.

Residencia: BARTLESVILLE, Oklahoma, U.S.A.

Nacionalidad: norteamericana.

384828



La presente invención se refiere a la mezcla de filamentos, por ejemplo fibras de vidrio, en resinas termoplásticas. En un aspecto, la invención se refiere a la producción de un concentrado de filamentos y de resina termoplástica de gran resistencia.

5

Desde hace años, se usan resinas termoplásticas en varias formas para la producción de artículos moldeados. Para cargar y reforzar dichas resinas, se han empleado filamentos de varias clases. Las resinas termoplásticas reforzadas con fibras de vidrio están muy solicitadas por sus excelentes propiedades físicas. Las resinas termoplásticas reforzadas con fibras de vidrio convenientemente preparadas pueden ser empleadas en la producción de gránulos de moldeo o para la producción de materiales en hojas, tubos, barras y de perfiles diversos.

10

15

Es muy deseable obtener una fuerte unión entre la resina y las fibras y evitar toda innecesaria rotura de las fibras durante su incorporación en la resina. La presente invención crea un procedimiento de composición de resina termoplástica reforzada gracias al cual el concentrado resultante tiene una mayor resistencia y uniformidad debidas a la disposición al azar y a la rotura mínima de las fibras, unidas a la excelente unión entre la resina y la fibra. Las mezclas resultantes producen piezas moldeadas de propiedades físicas correspondientemente buenas.

20

25

Según la presente invención, se incorporan fibras de vidrio u otros materiales filamentosos en una resina termoplástica prefluidificada y que se encuentra en estado de fusión. Las fibras son incorporadas a la resina fundida para su mezcla y elaboración controlada y de manera muy enérgica. Es deseable controlar el tiempo del ciclo de mezcla y elaboración forzadas, para conservar fibras de una longitud deseada. Corrientemente, dicho

30

384828



ciclo puede cumplirse en unos 2 a 10 minutos. Se cree que la mezcla y la muy fuerte unión de las fibras con la resina fundida se realizan en el período de tiempo requerido debido a las grandes fuerzas de corte localizadas y a las altas temperaturas alcanzadas durante el ciclo de mezcla y de elaboración. Se ha comprobado que una mezcladora de elevada fuerza cortante no sólo realiza una intensa elaboración, sino que también proporciona una mezcla en la que las fibras están dispersadas uniformemente en la resina termoplástica y distribuidas al azar, es decir que no están alineadas axialmente, sino que tienen sus ejes dirigidos de manera no uniforme en todo el producto.

Se cree que en las regiones de grandes fuerzas cortantes de la mezcladora se produce una unión de gran fuerza entre la resina termoplástica y la fibra. Las elevadas temperaturas aisladas y la acción frotante de las elevadas fuerzas cortantes provocadas por las enérgicas mezcla y elaboración crean la unión deseada entre las fibras y la resina en estado de fusión.

Si se controla convenientemente el tiempo de mezcla, no se presenta ningún serio problema por rotura de fibras. Durante la dispersión, por elevadas fuerzas, de las fibras, se produce una mejor unión entre la resina termoplástica y las fibras. Aplicando la invención, pueden hacerse productos de una elevada concentración de fibras, productos que pueden ser mezclados con más resina para obtener un producto final en el cual se conserva la buena unión entre las fibras y la resina.

La práctica de la invención comprende las fases de prefluidificación de un material resinoso termoplástico, seguida de la mezcla de las fibras en el material restante por una intensiva elaboración mecánica en una mezcladora prevista para la mezcla de materiales de gran viscosidad, porejemplo una mezcladora del tipo



384828

Benbury.

La mezcladora del tipo Banbury difiere de las máquinas de extrusión de tornillo sin fin que es una máquina de servicio pesado, capaz de masticar goma y concentrados de mezcla en plásticos o goma. La cámara de mezcla de la mezcladora del tipo 65 Banbury tiene forma de ocho, con un rotor de lóbulos en espiral que ocupa cada mitad de la cámara. Los rotores giran con una pequeña diferencia de velocidad, de modo que el material es cortado entre los rotores y entre las paredes de la cámara. En tales 70 condiciones, el trabajo principal de mezcla es trabajo de corte. Las fuerzas de corte realizan la mezcla estirando los componentes en capas cada vez más delgadas. La máquina de extrusión de tornillo sin fin, por otra parte, es un dispositivo de mezcla relativamente ineficaz debido a la desigualdad de la distribución de las 75 fuerzas cortantes en el cilindro del tornillo sin fin. La máquina de extrusión básica consiste en un tornillo contenido en un cilindro y funciona produciendo una masa fundida plastificada, térmicamente homogénea, y creando la fuerza motriz que hace pasar el material por la matriz y que mantiene velocidades uniformes de paso 80 del material por la matriz misma.

Según la presente invención, la fibra es alimentada a una mezcladora capaz de producir una intensiva elaboración mecánica. En una mezcladora del tipo Banbury de elevadas fuerzas de corte, pueden obtenerse concentrados de fibras en resina de hasta 85 el 60 por ciento en peso de fibras. El uso de mezcladoras de aproximadamente 3,3 a 10 hp. min/kg. de compuesto se traduce en una intensiva elaboración mecánica. Según las longitudes deseadas de las fibras de la mezcladora elaborada, son satisfactorios periodos de 2 a 10 minutos.

90 Las resinas termoplásticas típicas que pueden ser uti-



lizadas comprenden las poliolefinas, por ejemplo el polietileno, el polipropileno y los copolímeros resinosos de los mismos. La invención es puesta en práctica fácilmente empleando resinas termoplásticas de todos los tipos y goma tanto natural como sintética. El polietileno, que hasta aquí era una resina difícil de re-
95 forzar con fibras, debido a su débil unión con las fibras, es concentrado fácilmente con fibras por mezcla con elevadas fuerzas cortantes.

Como agente de refuerzo, cuando las resinas termoplásticas tienen temperaturas de fusión inferiores a la del filamento, pueden usarse una variedad de filamentos. La longitud de las fibras mezcladas, después de la mezcla, es una de las consideraciones de propiedades físicas más importantes. Para muchas aplicaciones, son deseables fibras de vidrio dispersas y ligadas de una
100 longitud de cuando menos 1,6 mm. para que la mezcla resultante ofrezca satisfactorios perfiles físicos. Otras consideraciones físicas son el grado de dispersión y la falta de orientación de las fibras dentro de la resina termoplástica. Otra consideración física más tiene que ser la de la naturaleza y de la resistencia
105 de la unión entre las fibras y la resina termoplástica.

Normalmente, las regiones de mezcla de altas fuerzas de corte no serían consideradas beneficiosas para los perfiles físicos resultantes de resina termoplástica reforzada con fibras. La especialidad ha evitado las regiones de las elevadas fuerzas de
115 corte debido a la creencia de que se producirían problemas de rotura de la longitud de las fibras. Se creía que las fuerzas aplicadas al material de refuerzo durante la elaboración de la resina de alta viscosidad se traducían en mezclas no satisfactorias de bajos perfiles físicos de resistencia.

Además, según la presente invención, se introducen en
120

38 4828



un material termoplástico fundido fibras de vidrio de una longitud de 1,6 a 13 mm. como por ejemplo polietileno elaborado y mezclado en una mezcladora Banbury. El periodo del tiempo de mezcla y de elaboración de las fibras de vidrio en el polietileno es controlado entre 2 y 10 minutos, dejando una fibra de vidrio resultante de una longitud de cuando menos 1,6 a 6,4 mm. La presente invención emplea un aparato previsto para elevadas fuerzas de corte para mezclar polietileno con fibras de vidrio sin reducir la resistencia de la mezcla resultante.

En un aspecto, el procedimiento de la presente invención produce un concentrado de fibras de vidrio en polietileno que permite emplear en operaciones generales de moldeo menores volúmenes de la mezcla con menos gasto. El concentrado de fibra de vidrio y de polietileno así resultante puede ser conformado en pequeños cubos en máquinas convencionales, o enfriado y granulado para operaciones de moldeo directo. La masa de fusión descargada según la presente invención puede ser alimentada directamente en una máquina de extrusión de tornillo de masa de fusión caliente, para ser conformada en cubos o cortada en pequeñas tiras y enfriada por aire antes de ser elaborada en un aparato granulador. La alimentación de materiales en gránulos reforzados, en lugar de alimentaciones en polvo, a una máquina de extrusión, ofrece las ventajas de la producción de una menor cantidad de polvo, menores obstrucciones y menos aire ocluido, susceptible de originar burbujas en el producto extruido, así como las ventajas adicionales de un perfil físico resultante del producto reforzado extruido.

Cuando estos concentrados son mezclados con resinas adicionales, por ejemplo en operaciones de moldeo, los productos resultantes heredan perfiles físicos de gran resistencia gracias a la unión especial entre la fibra y la resina y a la disposición al



384828

azar de las fibras sin romper.

E J E M P L O S

155 A continuación, se presentan en forma de Tabla ejemplos de las propiedades físicas de mezclas de fibra de vidrio y de polietileno.

T A B L A I

| Mezcla | 30% en peso de vidrio en polietileno | 20% en peso de vidrio en polietileno | 10% en peso de vidrio en polietileno |
|---|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| 160 <u>Propiedad</u> | | | |
| Resistencia a la tracción, kg/cm ² | 661 | 625 | 319 |
| Alargamiento, % | 11 | 14 | 21 |
| 165 Módulo flexural, kg/cm ² | 44,100 | 22,000 | 20,100 |
| Resistencia al choque Izod, cm-kg/cm | 16,1 | 6,9 | 7,6 |
| Deformación térmica | 126°C | 119°C | 117°C |
| Dureza Shore D | 76 | 72 | 72 |
| 170 Índice de fusión | 3.5 | 8.0 | 10.8 |

175 La resistencia a la tracción de las barras de prueba ha sido determinada por la Norma D638-67T de la American Society of Testing Materials. La resistencia al impacto de probetas entalladas Izod fue determinada según la Norma ASTM D 256-56. Las probetas de ensayo fueron preparadas según la Norma ASTM D1928-68, Procedimiento C. Los ensayos de alargamiento fueron realizados según ASTM D638-67T. El módulo flexural fue medido según ASTM D790-66. La dureza fué medida según ASTM D1706-67. La deformación térmica fué medida según ASTM D648-56 a 18,6 kg/cm². Los resultados están indicados en la Tabla anterior.

180 La Tabla II siguiente comprende cuatro muestras (1-4) moldeadas a 232° C. de un 30% en peso de fibras de vidrio en polietileno hecho según el procedimiento de la presente invención. La muestra 5 es una mezcla de concentrado de polietileno de un 30% en peso de fibras de vidrio diluída, de un concentrado de fibra de vidrio y polietileno hecho por el procedimiento de la presente

384828



invención. La muestra 6 es una mezcla de polietileno con un 30% en peso de fibra de vidrio hecha introduciendo gránulos macizos de polietileno y fibras de vidrio en la mezcladora sin primero fluidificar el polietileno, es decir no según la presente invención.

T A B L A II

| | <u>Muestra</u> | <u>Resistencia a la tracción</u> kg/cm ² | <u>Alargamiento</u> | <u>Resistencia al choque Izod</u> cm-kg/cm. | <u>Deformación térmica</u> ° C |
|-----|----------------|--|---------------------|--|--------------------------------|
| 195 | 1 | 737 | 7% | 12,3 | 122 |
| | 2 | 748 | 8 | 15 | 122 |
| | 3 | 750 | 7.4 | 15.6 | 121 |
| | 4 | 765 | 8 | 17.7 | 122 |
| 200 | 5 | 625 | 9.8 | 14.6 | 118 |
| | 6 | 244 | 9.8 | 2,9 | 73 |

La Tabla III siguiente es idéntica a la Tabla II excepto por los datos resultantes y porque las muestras fueron moldeadas a 288° C.

205

T A B L A III

| | <u>Muestra</u> | <u>Resistencia a la tracción</u> kg/cm ² | <u>Alargamiento</u> | <u>Resistencia al choque Izod</u> cm-kg/cm | <u>Deformación térmica</u> ° C |
|-----|----------------|--|---------------------|---|--------------------------------|
| | 1 | 705 | 6.4 | 8,5 | 122 |
| 210 | 2 | 721 | 6.8 | 11,5 | 122 |
| | 3 | 763 | 7.4 | 13,7 | 122 |
| | 4 | 770 | 7.0 | 15,4 | 122 |
| | 5 | 625 | 8.6 | 13,1 | 118 |
| | 6 | 245 | 11.2 | 2,9 | 54 |

215

Durante la intensiva elaboración de la mezcla de obtuvieron registros de kilovatios/tiempo. La entrada de energía por kilo de material fué calculada a base de los registraciones que se indican a continuación en la Tabla IV.

T A B L A IV

| | <u>Muestra</u> | <u>Tiempo de elaboración intensiva</u> | <u>% de vidrio en peso</u> | <u>Entrada de energía</u> Cab.-min./kg. |
|-----|----------------|--|----------------------------|--|
| 220 | 1 | 2 minutos | 15 | 8,82 |
| | 2 | 2 " | 30 | 4,96 |
| | 3 | 2 " | 50 | 3,97 |
| 225 | 4 | 2 " | 60 | 3,75 |

384828



230 Otras modificaciones y alteraciones de la presente invención resultarán evidentes para las personas expertas en la materia por la descripción anterior y deberá quedar entendido que la presente invención no tiene que ser limitada indebidamente a dicha descripción.

La entidad solicitante se reserva el derecho de obtención de los oportunos Certificados de Adición complementarios por aquellas mejoras o perfeccionamientos que en lo sucesivo pudiera aconsejar la práctica.

N O T A :
=====

235 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la presente invención, así como la forma en que la misma puede ser llevada a la práctica, se reivindican a título privativo las siguientes particularidades características, sobre las cuales ha de recaer la concesión del privilegio de PATENTE DE INVENCION
240 que se solicita.

1). Procedimiento para la incorporación al azar de fibras en resinas termoplásticas, caracterizado por prefluidificarse la resina termoplástica mediante una intensiva elaboración mecánica; agregarse fibras de una longitud del orden
245 de 1,6 a 13 mm. a la resina fundida, realizándose la incorporación de las fibras a la resina mediante una intensiva elaboración mecánica comprendida entre 3,3 á 10 caballos-minuto/kg. de fibra y de resina termoplástica.

2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por utilizarse en la mezcla fibras de vidrio en tanto que
250

MGE

384828



para la resina termoplástica se utiliza polietileno, polipropileno, goma natural o goma sintética.

255 3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) o 2), caracterizado por el hecho de que el tiempo de intensiva elaboración mecánica está comprendido entre 2 y 10 minutos.

260 4). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la fase de prefluidificación de la resina termoplástica y la intensa elaboración mecánica de dichas fibras y resina son ejecutadas en una mezcladora tipo Banbury.

5). "PROCEDIMIENTO PARA LA INCORPORACION AL AZAR DE FIBRAS DE VIDRIO EN RESINAS TERMOPLASTICAS".

Todo ello según queda expuesto en la presente Memoria, que consta de diez hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

MADRID, 23 de Octubre de 1970.

P. A.

Modesto Pardo
P. P.

mce