

404590



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

P.- 51.286
DCR-B-PKT/JVF S71/36

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de SOLVAY & CIE.

Int. Cl.²: D01D

sociedad anónima belga

establecida en Rue du Prince Albert 33, B-1050 Bruselas,
Bélgica.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE FIBRILLAS DISCONTINUAS"
(Clase Internacional D01d)

3.7.72
MCM

404590



El presente invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas por expansión brusca de una mezcla bifásica líquida de polímero fundido y de disolvente que se encuentra a presión y temperatura elevadas.

Es bien conocido el hecho de producir estructuras o mechas fibriladas continuas por procedimientos análogos.

Así, en la patente de los Estados Unidos 2 372 695 del 15.5.1940 a nombre de CELANESE CORP. OF AMERICA, se describe la producción de una masa vellosa formada por filamentos muy finos conectados entre sí provocando una expansión brusca, a través de un orificio apropiado, de una solución de un derivado de la celulosa que se encuentra a temperatura y presión elevadas.

Según la patente belga 568524 del 11.6.1958 a nombre de E.I. DU PONT DE NEMOURS, se obtienen estructuras continuas constituidas por una multitud de filamentos o secciones fibrilosas que se ensamblan y se separan a intervalos anárquicos para formar un "plexo fibriloso unitario" extruyendo una solución de un polímero sintético que se encuentra a una temperatura superior a la temperatura normal de ebullición del disolvente y bajo la presión autógena o bajo una presión superior, a través de un orificio de forma adecuada, en una zona de presión menos elevada.

Las estructuras fibriladas obtenidas según los



procedimientos descritos más arriba se presentan bajo la forma de mechas continuas. Además, tal como se precisa en la patente belga 568524, dichas estructuras se producen a una velocidad muy elevada (que puede alcanzar hasta 13 700

5 m/min) lo que hace imposible su corte por medios mecánicos.

El empleo posterior de dichas mechas continuas producidas a muy gran velocidad es muy dificultoso. Además, para un gran número de aplicaciones, es indispensable emplear los productos fibrilados bajo forma desmenuzada, es decir,

10 bajo forma de estructuras discontinuas de longitud relativamente corta, por ejemplo del orden de algunos milímetros.

Es por esto por lo que, como lo muestra la patente francesa 1 246 379 del 17.11.1959 a nombre de E.I. du Pont de Nemours, resulta obligatorio reducir la longitud de

15 las mechas fibriladas continuas por un tratamiento en un aparato de trituración que es perjudicial para las cualidades físicas de las estructuras fibriladas e impone una operación suplementaria que precisa inversiones elevadas y un consumo importante de energía.

Se ve por lo tanto que un procedimiento del tipo descrito más arriba pero que conduce a la obtención directa de fibrillas cortas podría en numerosos casos permitir un empleo más económico y más fácil de los productos obtenidos y mejorar su calidad.

20

La Solicitante ha puesto a punto ahora tal proce

25

404590



dimiento.

El presente invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas por expansión brusca de una mezcla bifásica líquida de polímero fundido y de disolvente que se encuentra a temperatura y presión elevadas de manera que se provoca la vaporización instantánea del disolvente y se solidifica el citado polímero, en el que se introduce un fluido de aportación en la citada mezcla bifásica líquida antes de que la expansión sea completa.

Bajo la denominación "fibrillas discontinuas", la Solicitante designa las estructuras fibriladas alargadas constituidas por filamentos muy tenues, de espesor del orden de una micra, conectados entre sí para formar una red tridimensional. Dichas fibrillas, de aspecto de copos, tienen una forma general alargada. Su longitud varía de 1 milímetro a 5 centímetros aproximadamente y su diámetro de 0,01 a 5 milímetros aproximadamente. La superficie específica de dichos productos es superior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$. Dichas fibrillas convienen particularmente para la producción por los procedimientos habituales de textiles no tejidos y de papeles sintéticos.

El procedimiento conforme al invento puede ser realizado empleando para ello un polímero cualquiera apto para ser hilado.

Entre los polímeros que se pueden utilizar, se

404590



pueden citar las poliolefinas tales como el polietileno, el polipropileno, los copolímeros etileno-propileno, el poliisobutileno, etc., las poliamidas, los poliésteres, los poliuretanos, los policarbonatos, los polímeros vinílicos tales como el poli(cloruro de vinilo) eventualmente posclorado, el poli(fluoruro de vinilo), los polímeros acrílicos tales como los homopolímeros y los copolímeros del nitrilo acrílico, etc., siendo esta lista enumerativa y no limitativa.

La Solicitante prefiere sin embargo utilizar polímeros cristalizables cuyo grado de cristalinidad medido por difracción de los rayos X es de al menos un 10 % y, preferentemente, de al menos un 20%, ya que el estirado al que son sometidos dichos polímeros bajo la acción de vapores liberados durante la expansión brusca les confiere una estructura orientada y por lo tanto propiedades mecánicas elevadas.

Entre dichos polímeros, las poliolefinas tales como el polietileno de alta densidad, el polipropileno isotáctico y el poli-4-metilpenteno-1-isotáctico conducen a los mejores resultados.

El disolvente se elige preferentemente en función del polímero empleado así como de los criterios siguientes. El disolvente no debe disolver más de 50 g/litro y, preferentemente, más de 10 g/litro de polímero en las condiciones normales de temperatura y de presión (20°C y 1 atmósfe

404590



5 ra). Además, debe poseer, a la presión normal, una temperatura de ebullición inferior en más de 20°C y, preferentemente en más de 40°C, a la temperatura de fusión o de plasticación del polímero empleado. Por lo demás, debe permitir la formación de una mezcla bifásica líquida en las condiciones operativas precisamente antes de la expansión brusca.

10 Entre los disolventes que se pueden utilizar, se pueden citar los hidrocarburos alifáticos tales como el pentano, el hexano, el heptano, el octano y sus homólogos e isómeros, los hidrocarburos alicíclicos tales como el ciclohexano, los hidrocarburos aromáticos tales como el benceno, el tolueno, etc., los disolventes halogenados tales como los cloro-fluoro-metanos, el cloruro de metileno, el cloruro de etilo, etc., los alcoholes, las cetonas, los ésteres y los éteres.

15 La Solicitante define a continuación lo que se debe entender por la expresión "mezcla bifásica líquida".

20 Cuando se somete una mezcla de disolvente apropiado y de polímero, de concentración apropiada en polímero, a una temperatura y una presión muy elevadas, se constata que la mezcla se presenta bajo la forma de una sola fase líquida homogénea. Si a continuación, manteniéndose constantes todas las demás condiciones, se disminuye progresivamente la presión, se constata que a partir de una
25 cierta presión, que varía según los casos, la solución de

404590

=6 JUL.



5 polímero se enturbia debido al hecho de la aparición de un sistema de dos fases líquidas constituido por una fase líquida continua pobre en polímero en la que se encuentra dispersada, en forma de gotitas, una segunda fase líquida rica en polímero. El valor de la presión a la que aparece este fenómeno se puede determinar experimentalmente.

10 En el procedimiento conforme al invento, conviene por lo tanto elegir la presión de la mezcla sometida a la expansión brusca de tal modo que dicha mezcla se presente bajo la forma de una mezcla bifásica líquida. Lo mismo puede decirse de la concentración en polímero y de la temperatura.

15 En la práctica, se puede preparar una solución de una sola fase líquida a presión superior a aquella a la que hay formación de la mezcla bifásica líquida y después operar una pre-expansión suficiente para provocar la aparición del sistema de dos fases líquidas.

20 La temperatura de la mezcla bifásica líquida sometida a la expansión brusca debe ser tal que el calor almacenado en forma sensible por el disolvente y el polímero fundido sea suficiente para provocar la vaporización completa del disolvente en el curso de la expansión brusca. Dicha temperatura no debe en todo caso sobrepasar un valor máximo ya que en caso contrario la cantidad de calor consumida por
25 la vaporización del disolvente sería insuficiente para pro-

23.6.72

404590

26 JUL



vocar la solidificación del polímero. Por lo demás, debe permitir operar a una presión a la que no haya formación de la mezcla bifásica líquida. Por fin, debe ser inferior a la temperatura crítica del disolvente. En general, la temperatura de la mezcla está comprendida entre 100 y 300°C y, preferentemente, entre 125 y 250°C.

La concentración en polímero en la mezcla empleada se elige también de manera que permita la obtención de una mezcla bifásica líquida. Dicha concentración puede variar de 1 a 500 g por kg de mezcla. Sin embargo, la Solicitante prefiere emplear mezclas que contienen de 10 a 300 g de polímero por kg de mezcla y, preferentemente de 50 a 200 g por kg.

Para cada polímero particular, conviene por lo tanto elegir un disolvente que responda a los criterios de finidos más arriba y a continuación determinar la concentración en polímero, la presión y la temperatura de la mezcla que se somete a la expansión instantánea. Dichos parámetros se eligen por lo tanto no solamente de modo que den una mezcla bifásica líquida sino de modo que además el disolvente se vaporice instantánea y completamente durante la expansión brusca. Estas condiciones son las mismas que las impuestas a las mezclas bifásicas líquidas empleadas según el procedimiento anterior para fabricar mechas fibriladas continuas.



Las mezclas bifásicas líquidas son sometidas a una expansión brusca, es decir, que su presión se lleva a un valor próximo a la presión atmosférica, preferentemente a una presión inferior a 3 kg/cm² absolutos, en un intervalo de tiempo muy breve, preferentemente inferior a 1
5 segundo. Dicha expansión puede ser provocada haciendo pasar la mezcla por cualquier dispositivo susceptible de crear pérdidas de carga elevadas tal como un diafragma, un venturi o una válvula. Se prefiere sin embargo utilizar
10 hileras cuyos orificios cilíndricos tienen un diámetro comprendido entre 0,1 y 3 milímetros y preferentemente entre 0,3 y 1 milímetro y cuya relación longitud/diámetro está comprendida entre 0,1 y 10 y preferentemente entre 0,5 y 2.

15 Es bien evidente que la mezcla bifásica líquida empleada puede contener además otros aditivos usuales de los polímeros tales como estabilizantes con respecto a la acción del calor y de la luz, agentes de refuerzo, materiales de carga, pigmentos, agentes antiestáticos, agentes de
20 nucleación, etc.

El fluido de adición inyectado en la mezcla bifásica líquida antes de que la expansión sea completa puede ser cualquiera: puede ser un gas, un vapor o un líquido.

25 Sin embargo, es evidente que dicho fluido no debe ejercer ninguna acción nefasta sobre la estructura fi-

404590



brilada continua producida por la expansión brusca de la mezcla. En particular, se debe evitar la utilización de un fluido que ejerza a la temperatura ambiente una acción de disolución o de hinchado sobre el polímero empleado.

5 Tal como se ha dicho más arriba, el fluido utilizado puede ser cualquiera. En particular, la Solicitante ha obtenido excelentes resultados cuando dicho fluido era nitrógeno, vapor de agua, agua o un líquido orgánico. La Solicitante ha constatado también que es posible utilizar
10 como fluido el disolvente empleado para realizar la mezcla bifásica líquida.

 Cuando el fluido de adición es agua bajo presión, la Solicitante ha constatado que es ventajoso incorporar a la misma un agente humectante.

15 La presión bajo la que se inyecta el fluido de adición debe ser evidentemente superior a la presión de la mezcla bifásica líquida en el punto de inyección.

 La temperatura del fluido de adición puede ser cualquiera. Dicha temperatura se elige preferentemente de
20 modo tal que la aportación de calorías a la mezcla bifásica líquida no pueda perjudicar a la vaporización instantánea del disolvente y a la solidificación del polímero durante la expansión brusca de la mezcla.

 Dicha temperatura está preferentemente comprendida
25 da entre 20°C y la temperatura de ebullición del fluido a

404590



6 JUL 1975

la presión de trabajo, es decir, a su presión de inyección.

5 Cuando el fluido de adición es un líquido, su temperatura es, preferentemente, superior a su temperatura de ebullición a la presión del recinto de expansión, es decir, a la presión que reina a la salida del orificio de expansión brusca.

10 La relación entre el volumen de fluido de adición y el volumen de mezcla bifásica líquida puede variar entre 0,3 y 10. La Solicitante prefiere sin embargo que dicha relación sea de 0,7 a 5 y, preferentemente, de 1 a 3.

15 El fluido de adición puede ser inyectado en la mezcla bifásica líquida ya sea antes de la expansión brusca, ya sea durante dicha expansión. En el primer caso, el fluido de adición es inyectado en la mezcla bifásica líquida en un punto situado aguas abajo o aguas arriba del orificio de expansión brusca. En el segundo caso, el fluido de adición es inyectado en la mezcla bifásica líquida durante el paso de la misma a través del orificio de expansión.

20 El tiempo de estancia del fluido de adición en el dispositivo de expansión es preferentemente inferior a 2 segundos. Los mejores resultados se alcanzan cuando dicho tiempo de estancia es inferior a $5 \cdot 10^{-1}$ y, preferentemente, a 10^{-1} segundos.

25 Actuando sobre la cantidad de fluido de adición

404590



y sobre sus diversos parámetros, es posible determinar experimentalmente las condiciones para obtener, después de la expansión, fibrillas de la longitud deseada.

5 La Solicitante ha intentado dar una explicación física a los fenómenos que conduce, según el procedimiento conforme al invento, a la formación de estructura fibrilada discontinuas de corta longitud.

10 Tal como se ha expuesto más arriba, la mezcla bifásica líquida antes de la expansión brusca está constituida por gotitas o vesículas de solución de fuerte concentración en polímero en emulsión en una materia constituida por una solución continua de baja concentración en polímero.

15 Según los procedimientos conocidos, durante la expansión brusca de la mezcla bifásica líquida, dichas gotitas o vesículas provocan cada una la formación de una estructura fibrilada seguida de la vaporización brusca de su disolvente y estas diferentes estructuras se sueldan entre sí para dar la estructura continua o mecha fibrilada ya conocida.

20 La Solicitante piensa, por lo tanto, que la inyección de un fluido de adición en dicha mezcla bifásica antes de que la expansión sea completa tiene probablemente como efecto aumentar la distancia que separa las gotitas o vesículas en suspensión en la fase diluida, crear así
25 una cierta heterogeneidad en el seno de la mezcla de dos

23.6.72



fases líquidas y conducir a una expansión subsiguiente de naturaleza intermitente que provoca discontinuidades en la estructura fibrilada producida.

5 Sin embargo, es posible que un estudio más profundo de los fenómenos conduzca posteriormente a otra explicación.

En todo caso, es bien evidente que la explicación anticipada no puede influenciar de ninguna manera el valor del presente invento.

10 Tal como se ha dicho, para realizar el procedimiento conforme al invento, la Solicitante prefiere provocar la expansión brusca de la mezcla bifásica por paso de la misma a través de una hilera.

15 Dicha hilera puede ser del mismo tipo que las utilizadas para el procedimiento descrito en la patente belga 568524 ya citada, con la excepción del hecho de que conviene prever uno o varios canales destinados a la inyección del fluido de adición.

20 Dichos canales pueden desembocar, ya sea aguas arriba del orificio de expansión brusca, ya sea en la pared de dicho orificio según que se desee inyectar el fluido de adición antes o durante la expansión brusca de la mezcla bifásica líquida.

25 Dichos canales pueden estar dispuestos perpendicularmente con respecto al sentido del flujo de la mezcla

404590



bifásica líquida o estar solamente inclinados con respecto a dicha dirección.

5 Por lo demás, dichos canales pueden estar unidos normalmente o tangencialmente a las conducciones de la mezcla bifásica líquida. La Solicitante ha constatado por lo demás que la inyección tangencial permite una agitación más enérgica y conduce generalmente a mejores resultados.

10 El diámetro de las canalizaciones para el fluido de adición en el punto de inyección es del orden de 0,1 a 5 mm.

15 El procedimiento conforme al invento se ilustra por lo demás con los ejemplos de realización práctica que siguen. Queda sin embargo bien entendido que éstos no limitan en absoluto el alcance del presente invento.

Ejemplo 1

20 Se utiliza una hilera tal como la representada en corte y a la escala 1/1 en la fig. 1 de los dibujos anejos.

25 Dicha hilera está provista de una cámara de pre-expansión 1 situada después de un orificio de laminado 2 de un diámetro de 1,5 mm cuya función es la de hacer sufrir a la mezcla de polímero y de disolvente una pérdida de carga suficiente para provocar la formación de un sistema de dos fases líquidas.

23.6.72



Dos canales de inyección 3 del fluido de adición de un diámetro de 1,5 mm desembocan según un ángulo α de 45° en el canal 4 de expansión brusca. Dicho canal tiene una longitud de 16 mm y un diámetro de 2 mm.

5 A través del orificio de laminado 2, se hace pasar una mezcla de ELTEX 54001 (polietileno de alta densidad producido por la Solicitante) y de cloruro de metileno. Dicha mezcla que, en la cámara de pre-expansión 1, se encuentra a una presión de 48 kg/cm² y a una temperatura de 215°C
10 tiene una concentración en polietileno del 10 %. En dicha cámara, la mezcla se encuentra en condiciones que provocan la formación de dos fases líquidas. El caudal de alimentación es de 3 kg de polímero por hora.

15 Por las canalizaciones 3, se inyecta simultáneamente nitrógeno a una presión de 50 kg/cm² y a una temperatura de 20°C con un caudal de 80 m³ normales por hora.

La expansión brusca de la mezcla en el extremo del canal 4 provoca la formación de fibrillas discontinuas cuya longitud es del orden de un milímetro y cuya superficie específica es del orden de 5 a 6 m²/g. La producción de fibrillas es de 3 kg/h.
20

El producto obtenido conviene perfectamente para la producción de textiles no tejidos y de papeles sintéticos.
25

Cuando se reduce progresivamente el caudal de

404590



fluido de adición, se constata que la longitud de las fibrillas aumenta para dar finalmente una estructura fibrilada continua.

5

Ejemplo 2

Se utiliza la hilera representada en las figs. 2 y 3 de los dibujos anejos.

10 La Fig. 2 es un corte en alzado de la hilera y la fig. 3 es un corte en planta según el eje AA' de la fig. 2, estando las dos figuras a la escala 1/1.

15 Con el objeto de que aparezcan mejor los detalles constitutivos, la tobera de inyección 5 del fluido de adición se ha representado fuera de su alojamiento 6 en la hilera. El orificio del canal de inyección tiene un diámetro de 1 mm.

20 La hilera está provista de una cámara de pre-expansión 7 de 5 mm de diámetro en la cual la mezcla de polímero y de disolvente es inyectada tangencialmente por un orificio de pre-expansión 8 de un diámetro de 1,5 mm. El orificio de expansión brusca tiene una longitud y un diámetro de 1 mm.

25 Se hace pasar a través de dicha hilera una mezcla idéntica a la del ejemplo 1 de tal modo que en la cámara de pre-expansión se encuentre en las mismas condicio

404590

=6 JU



nes de presión y de temperatura que en el ejemplo 1. El caudal es de 5 kg/h de polímero.

5 Por la tobera 5, se inyecta de modo continuo y con un caudal de 35 m³ normales por hora nitrógeno bajo una presión de 50 kg/cm² y a una temperatura de 20°C.

10 La expansión brusca de la mezcla en el extremo de la hilera provoca la formación de fibrillas discontinuas cuya longitud varía de 1 a 10 mm y cuya superficie específica es del orden de 7 m²/g.

Ejemplo 3

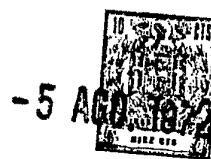
Se utiliza una hilera tal como la representada en alzado y en corte en la fig. 4 de los dibujos anejos.

15 Para una mayor claridad, los diferentes elementos que constituyen la hilera dibujada a la escala 1/1 se han representado en posición separada unos de otros.

20 Tal como aparece en dicha figura, la hilera incluye una cámara de pre-expansión 9 provista de un alojamiento 10 destinado a recibir un deflector 11 que tiene como efecto generar un movimiento turbulento en la mezcla bifásica líquida antes de la inyección del fluido de adición.

25 Dicha cámara está unida tangencialmente a una canalización 12 de 4 mm de diámetro para la inyección del fluido de adición.

404590



Bajo la cámara de pre-expansión se encuentra el orificio de expansión brusca 13, que tiene un diámetro de 2 mm y una longitud de 1 mm. Dicho orificio puede ser reemplazado eventualmente por una válvula de abertura ajustable.

La hilera se prolonga por un canal de aceleración y de desmenuzado 14 de una longitud de 20 cm y de un diámetro de 10 mm.

El deflector 11 puede, o bien comunicar a la mezcla bifásica líquida un movimiento turbulento del mismo sentido que el provocado por la inyección tangencial del fluido de adición, o bien un movimiento turbulento de sentido contrario.

Se hace pasar a través de dicha hilera una mezcla de ELTEX 54001 y de hexano de calidad técnica (grado de polimerización), que se encuentra a una temperatura de 190°C y a una concentración de 180 g de polímero por kg de mezcla. La presión de dicha mezcla se ajusta de tal modo que su presión, en la cámara de pre-expansión, sea de 40 kg/cm², presión a la que dicha mezcla presenta dos fases líquidas.

Por la canalización 12, se inyecta simultáneamente, con un caudal de 240 l/h, agua bajo una presión de 42 kg/cm² y a una temperatura de 190°C.

Operando en estas condiciones, se obtiene, por hora, 25 kg de fibrillas que tienen una longitud de 10 mm y una superficie específica de 15 m²/g.

404590

-5



Ejemplo 4.

Se utiliza una hilera idéntica a la descrita en el Ejemplo 1. A través del orificio de la minado 2 se hace pasar una mezcla de SOLVIC 228
5 (poli(cloruro de vinilo) producido por la firma solicitante por polimerización en suspensión y dicloroetano, siendo estabilizado el poli(cloruro de vinilo) por medio de IRGASTAB 17 MO (un estabilizante a base de estaño producido por CIBA-GEIGY).
10 Esta mezcla que, en la cámara de pre-expansión 1, se encuentra a una presión de 70 kg/cm² y a una temperatura de 165°C, a una concentración de 150 g. de polímero por kg de solución. En esta cámara, la mezcla se encuentra en las condiciones que provocan
15 la formación de dos fases líquidas. El caudal de alimentación es de 30 kg de polímero por hora.

Por la canalización 3, se inyecta simultáneamente nitrógeno a una presión de 70 kg/cm² y a una temperatura de 25°C, con un caudal de 50 m³
20 normales por hora.

La expansión brusca de la mezcla en el extremo del canal 4 provoca la formación de fibrillas discontinuas cuya longitud es de 5 mm. y cuya superficie específica es del orden de 5 a 10 m²/g.
25 La producción de fibrillas es de 30 kg por hora.

404590



Ejemplo 5.

Se utiliza una hilera idéntica a la descrita en el Ejemplo 2. Por el orificio 8, se inyecta una mezcla de SOLVIC 228 estabilizada con
5 IRGASTAB 17 MO y dicloroetano. Esta mezcla que en la cámara de pre-expansión 7, se encuentra a una presión de 70 kg/m^2 y a una temperatura de 170°C , a una concentración de 200 g. de polímero por kg. de solución. El caudal es de 45 kg. de polímero
10 por hora.

Por la tobera 5, se inyecta simultáneamente y en continuo dicloroetano calentado a 170°C y bajo una presión hidráulica de 70 kg/cm^2 , siendo el caudal de 300 litros por hora.

15 La expansión brusca de la mezcla en el extremo de la hilera provoca la formación de fibrillas discontinuas cuya longitud varía de 5 a 15 mm y cuya superficie específica varía de 5 a $10 \text{ m}^2/\text{g}$. La producción de fibrillas es de 45 kg por
20 hora.

Ejemplo 6

Se utiliza una hilera idéntica a la descrita en el Ejemplo 3.

25 Se hace pasar a través de esta hilera una mezcla de poli(fluoruro de vinilideno) y cloruro

404590

-5



de metileno, encontrándose a una temperatura de 180°C y a una concentración de 100 g de resina por Kg de solución. La presión de esta mezcla se regula de tal forma que su presión en la cámara de pre-expansión sea de 35 Kg/cm², presión a la cual esta mezcla presenta dos fases líquidas. El caudal es de 5 Kg de resina por hora.

Por la canalización 12, se inyecta simultáneamente por un caudal de 20 m³ normales por hora, nitrógeno a 20°C bajo una presión de 40 kg/cm².

Trabajando en estas condiciones se obtienen por hora 5 Kg de fibrillas que tienen una longitud inferior o igual a 5 mm. y una superficie específica de 15 m²/g.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Luxemburgo, el 6 de Agosto de 1.971, bajo el Número 63673 se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

21.7.72

404590



5

- REIVINDICACIONES -

10

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

15

1.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas por expansión brusca de una mezcla bifásica líquida de polímero fundido y de disolvente que se encuentran a temperatura y presión elevadas de manera que se provoca la vaporización instantánea del disolvente y se solidifica el citado polímero, caracterizado porque se introduce un fluido de adición en la citada mezcla bifásica líquida antes de que la expansión sea completa.

20

25

2.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 1,

21.7.72

- 22 -

A handwritten signature in dark ink, consisting of several stylized, overlapping loops and lines. The signature is positioned at the bottom left of the page, below the date "21.7.72".

404590



caracterizado porque el fluido de adición se introduce en la mezcla bifásica líquida antes de la expansión brusca de esta última.

5 3.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 1, caracterizado porque el fluido de adición se introduce en la mezcla bifásica líquida durante la expansión brusca de esta última.

10 4.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 1, caracterizado porque el fluido de adición es un gas.

15 5.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 4, caracterizado porque el fluido de adición es nitrógeno.

20 6.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 1, caracterizado porque el fluido de adición es un vapor.

 7.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 6, caracterizado porque el fluido de adición es vapor de agua.

25 8.- Procedimiento para la fabricación de

A handwritten signature in black ink, consisting of several stylized, overlapping loops and lines. The signature is written in a cursive or semi-cursive style and is positioned at the bottom left of the page, below the date '21.7.72'.



404590

fibrillas discontinuas según la reivindicación 1, caracterizado porque el fluido de adición es un líquido.

5 9.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 8, caracterizado porque el fluido de adición es agua bajo presión.

10 10.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 9, caracterizado porque el fluido de adición contiene un agente humectante.

15 11.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 1, caracterizado porque el fluido de adición es idéntico al disolvente utilizado para realizar la mezcla bifásica líquida a expandir bruscamente.

20 12.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura de fluido de adición está comprendida entre 20°C y su temperatura de ebullición a su presión de inyección en la mezcla bifásica líquida.

25 13.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas según la reivindicación 1, caracterizado porque la relación entre el volu-

404590

-5



men de fluido de adición inyectado y el volumen de mezcla bifásica líquida es de 0,3 a 10.

5 14.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, aplicado a la fabricación de fibrillas discontinuas a partir de un polímero elegido en el grupo formado por las poliolefinas, las poliamidas, los poliésteres, los poliuretanos, los policarbonatos, los polímeros vinílicos y acrílicos.

10 15.- Procedimiento para la fabricación de fibrillas discontinuas.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

20

-5 AGO. 1972

Alberto de
Por Poder.

25

21.7.72/RTA.-

SA

25/100

404590

- 5 AGO 1922

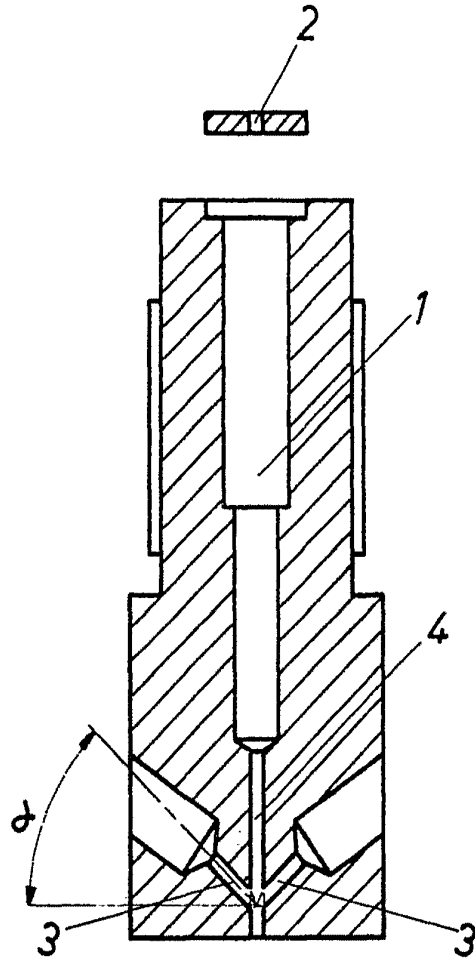


Fig 1

Alberto de Elzaburu
Por Poder

404590

-5 AGO 1907

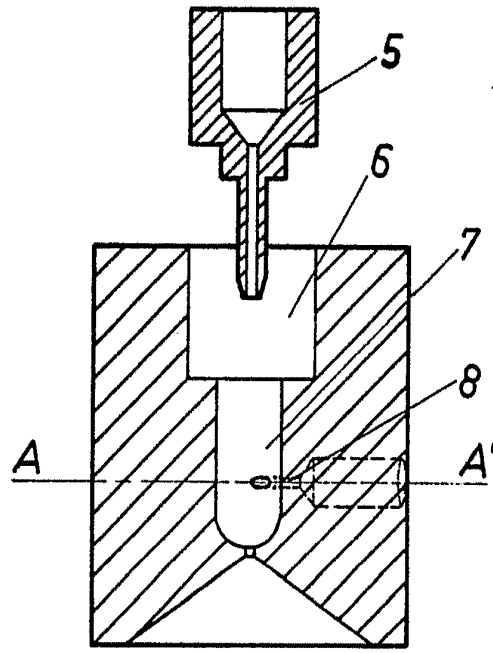


Fig 2

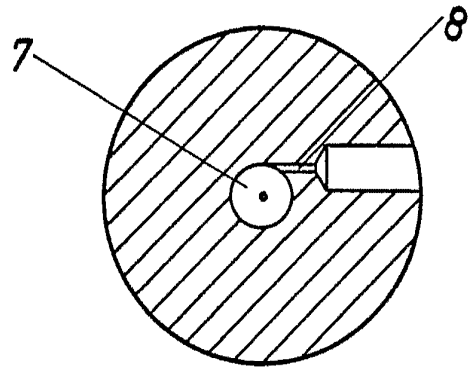


Fig 3

Alberto de Elzaburu
Per. Pater.

357276

404590 -5 AGO 1972

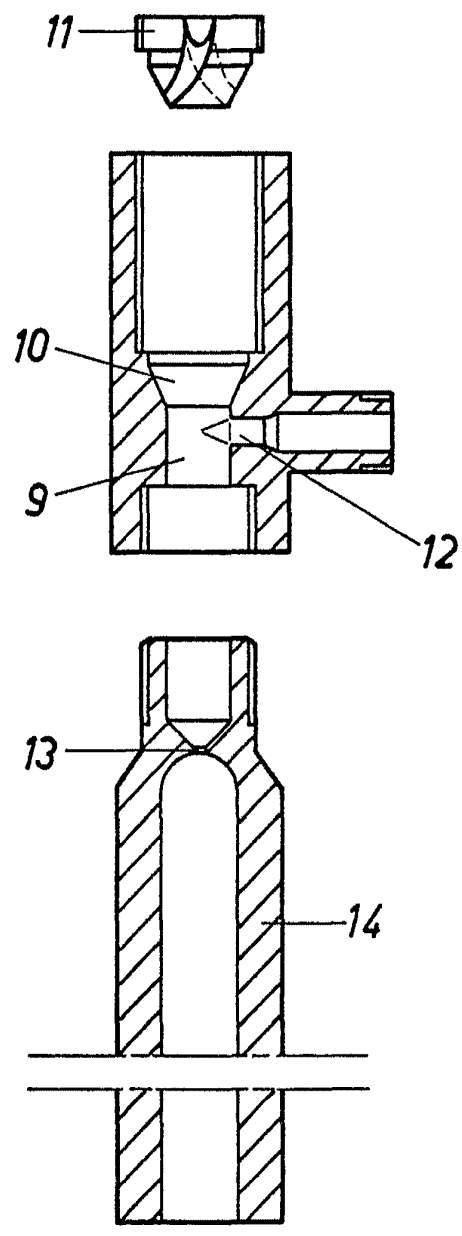


Fig 4

Alberto de Elizaburu
Pat. Bolon.