

440868

P.- 61.159  
C-9693-1-SP

13 OCT. 1975

Int. Cl.: B29F

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de UNION CARBIDE CORPORATION

entidad norteamericana

**CONCEDIDA**

16 FEB. 1977

establecida en 270 Park Avenue, Nueva York, Nueva York  
10017, Estados Unidos de América

por: "PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN EL PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UN CUERPO DE TERMOPLASTICO CELULAR"

7-10-75

- 1 -

El presente invento se refiere a la producción de artículos de termoplástico expandido y, más en particular, a un procedimiento para la producción de tales artículos.

5                   Se conoce desde hace largo tiempo en la técnica del procedimiento de moldeo por extrusión la formación de artículos de termoplástico expandido, que tienen pequeñas celdas distribuidas en los mismos, mediante la introducción en general o inyección de un gas en el material  
10 termoplástico después de haber sido éste puesto en estado de fusión en el extruidor. Un ejemplo de tal procedimiento se ha descrito en la Patente para los EE.UU. Número 2.928.130 de Gray, en el que el gas es inyectado entre etapas en un extruidor de tornillo de dos etapas donde es  
15 solubilizado en la masa fundida de termoplástico y mezclado a fondo en ella antes de la descarga de la masa fundida de termoplástico que contiene el gas solubilizado, desde el extruidor.

Otras variaciones de este procedimiento son  
20 también conocidas en la técnica, en la cual se ha agudizado actualmente la preocupación por los materiales termoplásticos que pueden ser empleados, por el gas de expandir o de soplado que puede ser empleado y por los agentes de nucleación y otros agentes de adición que pueden emplearse además  
25 ventajosamente en la práctica de tal procedimiento para la

producción de cuerpos de termoplástico celular.

Desde el punto de vista del artículo resultante producido por tales procedimientos para la producción de cuerpos de termoplástico celular, es de hacer notar  
5 que el procedimiento puede ser utilizado para producir ya sea un cuerpo continuo de dos dimensiones (de sección transversal constante) del tipo producido en el moldeo de perfil por extrusión de aislamiento de alambre y de cable o bien en la producción de cuerpos de tres dimensiones, sobre una base de no continuidad, tal como en la producción  
10 de una serie de cuerpos en un molde.

En general, la inyección de gas en un procedimiento de moldeo por extrusión puede ser ventajosamente empleada juntamente con otros procedimientos de moldeo, tales como los procedimientos de moldeo en vacío y de moldeo  
15 por inyección. En el caso de este último, la mezcla de material termoplástico fundido y agente de soplado gaseoso es alimentada a una zona de acumulación donde se recoge un volumen medido de mezcla del material termoplástico fundido y el agente de soplado gaseoso antes de la inyección en  
20 un molde. Tal procedimiento figura descrito en la Patente para los EE.UU. Número 3.268.636 de Angell.

Tal como aquí se emplea, ha de entenderse que la denominación "mezcla de material termoplástico fundido y agente de soplado gaseoso" significa ya sea una distribu-  
25

ción aleatoria o ya sea una distribución uniforme del agente de soplado gaseoso dentro de la matriz de termoplástico fundido y que incluye tanto soluciones como mezclas físicas no homogéneas del agente de soplado gaseoso en la matriz de material termoplástico fundido.

Se ha tropezado con dificultades en el uso de los anteriores procedimientos de moldeo por extrusión para la producción de cuerpos de termoplástico celular empleando la inyección de gas de un agente de expandir o de soplado dentro del material termoplástico fundido en un extruidor. Tales dificultades están asociadas con las variaciones en las propiedades físicas de los cuerpos de termoplástico resultantes producidos por el procedimiento, debido a las variaciones de presión dentro del extruidor las cuales, a su vez, originan variaciones en el volumen del agente gaseoso de expandir o de soplado inyectado en el material termoplástico fundido. Tales variaciones de presión pueden ser originadas por cambios en una gran diversidad de variables del procedimiento, que se experimentan en la extrusión y que son bien conocidos para los expertos en la técnica.

En consecuencia, el objeto principal del presente invento es proporcionar un procedimiento mejorado para la producción de cuerpos de termoplástico celular que tienen propiedades físicas sustancialmente uniformes.

Otro objeto del presente invento es proporcionar un procedimiento mejorado para la producción de cuerpos de termoplástico celular en los que se inyectan volúmenes sustancialmente uniformes de gas de expandir o de soplado en el material termoplástico en el extruidor.

Otros objetivos y ventajas se pondrán de manifiesto de la descripción que sigue y de las reivindicaciones que se acompañan.

De acuerdo con el presente invento, se proporciona un procedimiento para la producción de un cuerpo de termoplástico celular, en el que material termoplástico sólido es fundido bajo presión en un extruidor, se inyecta un agente de soplado gaseoso en el material termoplástico fundido bajo presión y dicho material termoplástico fundido y dicho agente de soplado gaseoso se hacen pasar a una zona de presión reducida para efectuar la expansión celular de dicho material termoplástico mediante dicho agente de soplado gaseoso, y en el que dicho agente de soplado gaseoso es dosificado a velocidad sónica en un punto aguas arriba de la inyección de dicho agente de soplado gaseoso en dicho material termoplástico fundido.

Es de hacer notar que la ecuación siguiente expresa la relación para determinar la presión crítica en la garganta de la boquilla de dosificación estrechada empleada de acuerdo con el presente invento:

Ecuación I:

$$P_c = P_1 \left( \frac{2}{k+1} \right)^{\frac{k}{k-1}}$$

- 5            donde  $P_c$  = presión en la garganta de la boquilla  
 $P_1$  = presión aguas arriba (regulada)  
 $k = \frac{C_p}{C_v}$   
donde  $C_p$ ,  $C_v$  = calóres específicos a presión y volu-  
men constantes, respectivamente.

- 10            En consecuencia, en estas condiciones, la do-  
sificación a velocidad constante y alta presión se lleva  
a cabo de tal modo que el flujo de gas (W) en litros por  
hora que pasa a través de la boquilla de dosificación es  
función solamente de la presión aguas arriba ( $P_1$ ) y del  
15            área (a) de la boquilla (orificio), como viene represen-  
tado por la siguiente fórmula:

Ecuación II:     $W$  (litros/hora) =  $f(P_1, a)$

- 20            En consecuencia, puede verse que cuando en la  
conducción de alimentación de entrada de gas de soplado  
al extruidor se dosifica para proporcionar una velocidad  
de agente de soplado de velocidad sónica, el caudal de  
gas permanece indiferente a los cambios de presión en el  
25            lado de aguas abajo del punto de dosificación. Por lo tan-

to, las fluctuaciones de la presión aguas abajo del punto de dosificación y, por consiguiente, dentro del extruidor, no darán por resultado cambio del volumen de gas inyectado en la corriente de termoplástico fundido y se obtendrá uniformidad de la inyección de gas y uniformidad de la porosidad en el producto resultante.

También se ha comprobado, tanto en la extrusión de perfil (extrusión de sección transversal constante) como en la extrusión tridimensional, que se puede obtener una gran diversidad de densidades de cuerpos de termoplástico expandido empleando la misma resina de termoplástico, simplemente variando para ello el volumen de gas inyectado en el material termoplástico en el extruidor. Esto contrasta con la práctica exigida según la técnica anterior, consistente en variar el compuesto de resina de termoplástico cuando se ha de variar el volumen del gas y, por consiguiente, la densidad del producto resultante.

Ha de entenderse, en relación con el presente invento, que la dosificación del gas de expandir o de soplado se lleva a cabo mediante el paso a través de un orificio de estrechamiento efectuado de modo que la velocidad del gas a través de la garganta del orificio está a velocidad sónica.

Se ha comprobado que cuando la dosificación

a velocidad sónica del agente de soplado gaseoso que ha  
 de ser inyectado en el polímero fundido se efectúa de  
 acuerdo con el presente invento, el control de la presión  
 regulada aguas arriba del flujo de gas a través del ori-  
 ficio de dosificación viene regulado por la Ecuación II  
 expresada aquí en lo que antecede. En consecuencia, el  
 caudal del gas (W) viene determinado, para un orificio  
 dado, por la presión regulada aguas arriba ( $P_1$ ). Por lo  
 tanto, la variación de la presión de aguas arriba regula-  
 da en un margen por encima de  $P_1$  da por resultado una varia-  
 ción de la cantidad del gas inyectado en la masa fundida y  
 de la densidad del cuerpo de termoplástico celular resul-  
 tante producido de acuerdo con el invento. En consecuen-  
 cia, la presión  $P_1$  aguas arriba se ajusta de modo que la  
 presión en la garganta del dispositivo de dosificación  
 sea la presión crítica ( $P_c$ ) la cual es al menos igual a la  
 presión en el extruidor. Por lo tanto, la presión de aguas  
 arriba regulada ( $P_1$ ) se ajusta para que sea igual o supe-  
 rior al valor requerido por una trasposición de la ecua-  
 ción I, es decir:

$$P_1 = \frac{P_c}{\left(\frac{2}{k+1}\right)^{\frac{k}{k-1}}}$$

Se ha comprobado que se puede obtener una am-

5 plia gama de densidades de los productos de termoplástico celular resultantes simplemente mediante el ajuste de la presión regulada de aguas arriba de esta manera. Se está en la creencia de que la admisión de este concepto es sumamente significativa, por cuanto permite conseguir la densidad del producto deseada simplemente mediante variación de la presión y sin que se exija para ello la selección, según la técnica anterior, de entre un gran número de compuestos de material termoplástico específicos a fin de conseguir una densidad del producto resultantes.

10 Ha de entenderse, por supuesto, que la denominación "material termoplástico", tal como aquí se emplea, es bien conocida para los expertos en la técnica del moldeo por extrusión e incluye, a modo de ejemplo, resinas tales como el polietileno, el polipropileno, el poliestireno, el poli(cloruro de vinilo) y una gran diversidad de otros materiales resinosos orgánicos sintéticos que se acepta que presentan propiedades termoplásticas, juntamente con mezclas y copolímeros de los mismos los cuales presentan también tales propiedades. Además, las resinas pueden contener, en cantidades relativamente pequeñas, varios modificadores de las propiedades químicas y/o físicas o aditivos tales como los que son bien conocidos en la técnica.

El gas de expandir o de soplado empleado en el procedimiento del invento deberá ser, de preferencia (en especial para aplicaciones para alambres y cables), químicamente inerte con respecto al polímero de base de la composición expansible y de preferencia soluble en el mismo. Preferiblemente, el agente de expansión, además, no deberá descomponerse térmicamente en las condiciones de funcionamiento previstas y deberá por tanto incluir gases inertes, tales como el nitrógeno, el argón, el helio, el neón, el dióxido de carbono y similares.

Se pueden usar otros agentes de expansión. Así, tales agentes de expansión incluirían los agentes de soplado del tipo fluorocarbonado.

Aunque no se requiere el uso de agentes de nucleación en los aspectos más amplios del procedimiento del presente invento, se ha comprobado que es preferible emplear tales agentes de nucleación.

Los agentes de nucleación que pueden usarse en las composiciones del presente invento son materiales que proporcionan centros de nucleación de tamaño de partícula fina en el polímero de base de etileno o de propileno durante la expansión o el soplado del mismo, como se describe en lo que sigue.

El tamaño de partículas de los agentes de nucleación deberá ser del orden de aproximadamente 0,01 a 50

micras. Entre tales materiales se incluirían el polite-  
trafluoretileno, la azodicarbonamida, la p, p'-oxi-(bis  
(benceno sulfonil hidrazida), trihidrazino-sim-triazina,  
y la p-tolueno sulfonil semi-carbacida.

5 Los agentes de nucleación pueden usarse indi-  
vidualmente o en combinación de los mismos.

Los agentes de nucleación deberán ser disper-  
sados tan uniformemente como sea posible en toda la masa  
del polímero de base. Deberán ser además preferiblemente  
10 (para aplicaciones para alambres y cables) químicamente  
inertes e insolubles con respecto al polímero de base y  
a cualesquiera otros componentes de la composición expan-  
sible del presente invento.

En los dibujos:

15 En la Fig. 1 se ha representado, en forma es-  
quemática, un aparato que puede emplearse en la puesta en  
práctica del procedimiento del invento; y

La Fig. 2 es una vista en corte, en despiece  
ordenado, del aparato de dosificación e inyección de gas  
20 ilustrado esquemáticamente en la Fig. 1.

Con referencia concretamente a las realizacio-  
nes de las Figs. 1 y 2, se emplea un extruidor 10 para  
efectuar la fusión del material termoplástico y la inyec-  
ción y el mezclado del gas de expandir o de soplado. El  
25 extruidor 10 comprende medios de alojamiento exterior 12

y un miembro de tornillo interior 14. El gas de expandir o de soplado es introducido en el extruidor 10 a través de medios de lumbrera de entrada 16 que tienen medios valvulares 18 situados aguas arriba de los mismos. El gas de expandir o de soplado está contenido en el depósito 20 a una presión igual o superior a la empleada en todo el resto del sistema, por ejemplo, de  $420 \text{ kg/cm}^2$ . Situados sucesivamente en la conducción de gas entre el depósito de gas 20 y la válvula 18 de autoclave, hay un regulador de alta presión ajustable 22, una válvula de corte 24, un filtro 26 de la conducción de gas y un miembro 28 de alojamiento de orificio. Como se ha ilustrado en la Fig. 1, la válvula 30 de purga está situada fuera de la conducción entre la válvula de corte 24 y el filtro 26 de la conducción. Además, unos manómetros 32 están situados ventajosamente fuera de la conducción, tanto en el lado de aguas arriba como en el de aguas abajo del miembro 28 de alojamiento de orificio.

Como se ha ilustrado en la Fig. 2, el miembro 28 de alojamiento de orificio está constituido por un miembro cilíndrico exterior 34, con miembros 36 de retención situados en los extremos opuestos del mismo para encerrar el conjunto de dosificación del gas. Este conjunto consiste en el miembro 38 de orificio cilíndrico, que tiene un orificio 39 central, retenido entre un par de juntas de

caucho 40 y mantenido en posición contra la cara del miembro 36 de retención de aguas abajo por la acción del miembro de resorte 42 a través de la arandela 44 que actúa contra la cara del miembro 36 de retención de aguas arriba.

#### EJEMPLO 1

En un ejemplo del presente invento, se fabricó cable CATV de 8 mm de diámetro por el procedimiento del presente invento empleando alambre de cobre de 1,626 mm de diámetro exterior como conductor interior y cinta de aluminio de 0,127 mm de grueso como conductor exterior. La capa de dieléctrico fué formada a partir de una composición que contenía el 99,9 por ciento en peso de un copolímero de compuesto de etileno y buteno con una densidad de 0,95 g/cc y un índice de fusión de 0,2 dg/minuto y un 0,1 por ciento en peso de azodicarbonamida.

La composición de dieléctrico fué tratada en un aparato como el descrito en lo que antecede e ilustrado en el dibujo. Se empleó un extruidor de tornillo de una sola etapa de 63,5 mm de diámetro con una relación de longitud a diámetro de 20:1. La zona de alimentación, la zona de transición y la zona de dosificación del extruidor tenían 4/6/10 diámetros de longitud, respectiva-

mente. El cilindro o alojamiento del extruidor fué calentado aproximadamente a 151°C junto al extremo de entrada del extruidor, aproximadamente a 151°C en las proximidades de la lumbrera de gas inerte y aproximadamente a 5 151°C en el extremo de salida del extruidor. El tornillo del extruidor fué hecho funcionar a una velocidad de 30 revoluciones por minuto y la presión en la cabeza del extruidor fué de 70 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. Se usó gas nitrógeno como agente para la expansión o soplado de gas inerte y fué inyectado en el polímero fundido en el extruidor 10 bajo una presión de 35 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, mientras que la presión regulada fué de 161 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. Para dosificar el gas se usó un orificio de dosificación de gas de 0,014 mm de diámetro. El nitrógeno fué alimentado al 15 extruidor con un caudal de aproximadamente 0,187 metros cúbicos por hora, en un punto que estaba a 7,7 diámetros (tornillo) a partir del extremo de salida del extruidor. Este punto estaba situado a una distancia del extremo de salida del extruidor que era de aproximadamente el 37 por 20 ciento de la longitud del extruidor. La composición dieléctrica con base de polímero de etileno estaba fundida por completo para cuando alcanzaba la lumbrera de entrada de nitrógeno.

La composición de dieléctrico fundida, con el 25 gas nitrógeno disperso en la misma, fué luego hecha pasar

5 a través de una cabeza de boquilla de recubrimiento de alambre a una temperatura de unos 151°C y a una presión de aproximadamente 70 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. La composición de dieléctrico fué tratada en el extruidor con un régimen de alimentación de aproximadamente 23,8 kilogramos por hora.

10 El conductor interior no fué precalentado y fué hecho pasar a través de la cabeza de boquilla a un régimen de 13,5 metros por minuto. En la cabeza de boquilla se usaron una boquilla de recubrir con resina de vinilo de 5,537 mm y una punta de guía con un diámetro interior de 1,702 mm. La composición de dieléctrico fué extruida sobre el conductor, y se expandió, fuera de la cabeza de boquilla, para formar una composición celular de una densidad de 0,45 g/cc y una estructura de celdas uniforme, en la cual las celdas tenían un diámetro medio comprendido en el margen de 0,051 a 0,122 mm.

20 Luego fué aplicado el conductor exterior al miembro de núcleo preparado en lo que antecede, para obtener un diámetro exterior del cable de 10,465 mm. El cable no tuvo que ser secado. Se prepararon aproximadamente 90 metros de este núcleo de cable. Los ensayos de laboratorio de muestras de este cable revelaron que tenía un factor de disipación uniforme de 80  $\mu$  a 50 megaciclos por segundo y una constante dieléctrica de 1,5; y una atenuación cal-

25

culada resultante de 0,549 db/30 metros a 50 megaciclos por segundo y de 1,39 db/30 metros a 300 megaciclos por segundo.

5

#### EJEMPLO 2

10

En otro ejemplo fué producido un alambre sencillo para teléfono de 1,499 mm de diámetro, de acuerdo con el procedimiento del presente invento, empleando alambre de cobre de 0,5 mm de diámetro exterior como el conductor interior.

La capa de dieléctrico fué formada a partir de la misma composición que la empleada para el Ejemplo 1.

15

20

25

La composición de dieléctrico fué tratada, como se ha descrito en lo que antecede, en un extruidor de tornillo de dos etapas de 50,8 mm de diámetro, de una relación de longitud a diámetro de 20:1. Cada una de la zona de alimentación, la zona de transición y la zona de dosificación en el extruidor tenían 4/6/10 diámetros de longitud, respectivamente, con la zona de descompresión de la segunda etapa aproximadamente a 7,7 diámetros del extremo del tornillo en la sección de dosificación. El cilindro o alojamiento del extruidor fué calentado aproximadamente a 177°C en las proximidades de la lumbrera de entrada de gas inerte, y aproximadamente a 177°C en el extremo de salida del

extruidor. Se hizo funcionar el tornillo del extruidor a una velocidad de 20 rpm y la presión en la cabeza del extruidor fué de 119 kg/cm<sup>2</sup>. Se usó gas nitrógeno como agente de soplado gaseoso y el mismo fué inyectado en el polímero fundido en el extruidor bajo una presión de 56 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, mientras que la presión regulada era de 119 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. Para dosificar el gas se usó un orificio de dosificación de gas de 0,014 mm de diámetro. El gas nitrógeno fué alimentado al extruidor en un punto que estaba a 7,7 diámetros del tornillo o aproximadamente al 37 por ciento de la longitud desde el extremo de salida del extruidor. La composición de dieléctrico con base de polímero de etileno estaba fundida por completo para cuando llegó a la lumbrera de entrada de nitrógeno.

El dieléctrico fundido, con el nitrógeno dispersado en el mismo, fué luego hecho pasar a través de una cabeza de boquilla de recubrimiento de alambre mantenida a una temperatura de aproximadamente 188°C y a una presión de aproximadamente 119 kg/cm<sup>2</sup>. La composición de dieléctrico fué tratada en el extruidor con un régimen de alimentación de aproximadamente 10,9 kilogramos por hora.

El conductor interior no fué precalentado y fué hecho pasar a través de la cabeza de boquilla a un régimen de 510 metros por minuto. En la cabeza de boquilla

se emplearon una boquilla de recubrir con resina de vinilo de 1,270 mm y una punta de guiado con un diámetro interior de 0,533 mm. La composición de dieléctrico fué extruida sobre el conductor, fué expandida, exteriormente a la cabeza de boquilla, para formar una composición celular de una densidad de 0,55 g/cc y una estructura de celdas uniforme en la cual las celdas tenían un diámetro medio de 0,051 a 0,127 mm. Se prepararon varios centenares de metros de este conductor recubierto. El aislamiento tenía una constante dieléctrica de 1,65.

### EJEMPLO 3

Se puso en práctica otro ejemplo del presente invento empleando un aparato y condiciones de procedimiento en general como se han descrito en el Ejemplo 2, en que el material termoplástico era en un 99,9 por ciento en peso polipropileno con un índice de fusión de 5,0 y una densidad de 0,905 g/cc y que contenía el 0,1 por ciento de azodicarbonamida como agente de nucleación. El alambre sencillo para teléfono que así se produjo tenía las mismas excelentes propiedades físicas obtenidas en el alambre sencillo para teléfono del Ejemplo 2. La presión regulada fué de 87,5 kg/cm<sup>2</sup>, la presión en la lumbrera de inyección de gas fué de 45,5 kg/cm<sup>2</sup> y la densidad resultante fué de aproxi-

madamente 0,45 g/cc.

#### EJEMPLO 4

5                   Se puso en práctica otro ejemplo del procedi-  
miento, empleando parámetros como en el Ejemplo 2, con  
una composición de termoplástico del 99,85 por ciento en  
peso de un homopolímero de etileno de una densidad de  
0,921 g/cc y un índice de fusión de 0,1 dg/minuto, el 0,1  
10 por ciento en peso de azodicarbonamida, y el 0,05 por cien-  
to en peso de 1,3,5-trimetil-2,4,6-tri(3,5-terciario-bu-  
til-4 hidroxibencil)benceno. La presión regulada fué de  
140 kg/cm<sup>2</sup>, la presión en la lumbrera de inyección fué  
de 70 kg/cm<sup>2</sup> y el extruido resultante tenía una densidad  
15 de 0,6 g/cc con una constante dieléctrica de 1,72.

#### EJEMPLO 5

20                   Se puso en práctica otro ejemplo del procedi-  
miento del invento, empleando los parámetros indicados en  
el Ejemplo 2, en que el material termoplástico era una  
mezcla del 93,4 por ciento de polietileno de baja densidad  
(0,1 de índice de fusión, 0,92 g/cc de densidad) el 6,5  
por ciento de copolímero de polietileno de alta densidad  
25 con un índice de fusión de 0,1 y una densidad de 0,955 g/cc

y el 0,18 por ciento en peso de azodicarbonamida. La presión regulada fué de 105 kg/cm<sup>2</sup>, la presión en la lumbrera de inyección fué de 55,3 kg/cm<sup>2</sup> y la densidad del extruido fué de 0,6 g/cc, con una constante dieléctrica de 1,72.

5

#### EJEMPLO 6

Se puso en práctica todavía otro ejemplo del procedimiento del presente invento empleando como material termoplástico un copolímero de etileno con un contenido del 97,4 por ciento de etileno y el 2,5 por ciento de acetato de vinilo y el 0,1 por ciento de azodicarbonamida. Los parámetros empleados fueron los indicados aquí en lo que antecede con respecto al Ejemplo 2, y el alambre sencillo para teléfono producido tenía sustancialmente la misma densidad que la del obtenido en el Ejemplo 2. La presión regulada fué de 126 kg/cm<sup>2</sup>, la presión en la lumbrera de inyección fué de 63 kg/cm<sup>2</sup>, y la densidad del extruido fué de 0,65 g/cc, con una constante dieléctrica de aproximadamente 1,8.

10

15

20

#### EJEMPLO 7

25

Usando un extruidor de una relación de longi

tud a diámetro de 20/1, con una relación de compresión en profundidad de 3 a 1, fué extruido un compuesto consistente en polietileno de baja densidad, de 0,92 de densidad y de 0,1 de índice de fusión, y el 0,1 por ciento de azodicarbonamida, mientras era inyectado gas nitrógeno por el lado del extruidor usando el método de dosificación de gas a velocidad sónica. El compuesto fué extruido a una temperatura de masa fundida de 155°C. La presión en el cilindro en la lumbrera de inyección fué de 91 kg/cm<sup>2</sup>. La presión aguas abajo (la presión regulada) del orificio de dosificación de velocidad sónica de 0,0076 mm de diámetro era de 196 kg/cm<sup>2</sup>. Mientras el tornillo estaba girando a 15 rpm y el compuesto estaba siendo extruido a 160 g/minuto, la presión regulada de 196 kg/cm<sup>2</sup> hacía que fuese alimentado gas al extruidor de modo que se extruía un extruido de varilla uniforme continua de 7,112 mm de una densidad de 0,65 g/cc. El extruido estaba compuesto de burbujas cuyo tamaño de celda era de 0,305 mm a 0,356 mm de diámetro. El tornillo usado fué un tornillo de mezclar Davis Standard, con cuatro juegos de agujas de mezclar. El tornillo tenía unas secciones de alimentación/transición/dosificador de 4/6/10 diámetros de longitud. El extruidor tenía 5 zonas de temperatura, la Zona 1, la Zona 2, la Zona 3, el cuello y la cabeza; las mismas estaban ajustadas a 143°C, 143°C, 143°C, 138°C y 138°C. El perfil de presión

5 en las tres tomas de presión usadas era de  $91 \text{ kg/cm}^2$ ,  $63 \text{ kg/cm}^2$  y  $105 \text{ kg/cm}^2$  en la cabeza justamente antes de la placa rompedora situada en el extremo del extruidor. Las tomas de presión estaban situadas a 711,2 mm, 279,4 mm y 12,7 mm a partir de la placa rompedora.

10 Al ser aumentada la presión regulada a  $231 \text{ kg/cm}^2$ , la presión en el cilindro del extruidor siguió siendo la misma, de  $91 \text{ kg/cm}^2$ . La densidad del extruido uniforme continuo cambió a  $0,5 \text{ g/cc}$ , mientras que los demás parámetros de temperatura, presión y rpm siguieron siendo los mismos. El tamaño de celdas del extruido fué de  $0,203 \text{ mm}$  a  $0,356 \text{ mm}$  de diámetro. El diámetro exterior de la varilla era de  $6,604 \text{ mm}$ . El ejemplo hace resaltar el hecho de que, aún usando un sólo compuesto, se pueden extruir continua y uniformemente extruidos de forma de perfil en diversas densidades uniformes usando la dosificación a velocidad sónica, simplemente cambiando para ello la presión regulada.

15

20

#### EJEMPLO 8

El equipo fué el mismo que el del Ejemplo 7. El polímero usado fue un compuesto de un homopolímero de etileno de  $0,92$  de densidad,  $0,1$  de índice de fusión y el  $0,05$  por ciento de azodicarbonamida. La presión en el cilindro en la lum

25

prera de inyección era de  $96,6 \text{ kg/cm}^2$ . La presión regulada fué de  $203 \text{ kg/cm}^2$ , y la densidad del extruido resultante fué de  $0,53 \text{ g/cc}$ , mientras que la temperatura de la masa fundida fué de  $155^\circ\text{C}$ , al estar girando el tornillo a 14 rpm. El tamaño de celdas fué de  $0,152 \text{ mm}$  a  $0,203 \text{ mm}$ . El diámetro exterior de la varilla fué de  $6,451 \text{ mm}$ .

Al ser aumentada la presión regulada a  $269,5 \text{ kg/cm}^2$ , el extruido resultante fué de  $0,49 \text{ g/cc}$ . El tamaño de celdas fué de  $0,152 \text{ mm}$  a  $0,304 \text{ mm}$  y el diámetro exterior de la varilla fué de  $7,086 \text{ mm}$ . La presión en la lumbrera de inyección fué de  $94,5 \text{ kg/cm}^2$ .

Al ser reducida la presión regulada a  $182 \text{ kg/cm}^2$ , el extruido resultante fué de  $0,68 \text{ g/cc}$  y el tamaño de celda fué de  $0,203 \text{ mm}$  a  $0,304 \text{ mm}$ . El diámetro exterior de la varilla fué de  $6,197 \text{ mm}$ .

La temperatura, la presión y las rpm fueron esencialmente las mismas que en el Ejemplo 7.

#### EJEMPLO 9

El equipo empleado fué el mismo que en el Ejemplo 7. El compuesto fué un copolímero de etileno-acrilato de etilo con un contenido del 17 por ciento en peso de acrilato de etilo de una densidad  $0,93$  y un índice de fusión de  $4,5$ , con el  $0,1$  por ciento de azodicarbonamida. La

presión en el cilindro en la lumbrera de inyección era de 70 kg/cm<sup>2</sup>. La presión regulada era de 140 kg/cm<sup>2</sup> y el extruido resultante era de 0,70 g/cc, mientras que la temperatura de la masa fundida fué de 160°C. El perfil de las presiones en las tres tomas de presión era de 91 kg/cm<sup>2</sup>, 28 kg/cm<sup>2</sup> y 56 kg/cm<sup>2</sup> en la cabeza justamente antes de la placa rompedora. El tamaño de celda del extruido estaba comprendido entre 0,076 mm y 0,127 mm de diámetro, y el diámetro exterior de la varilla era de 6,451 mm.

Al ser aumentada la presión regulada a 175 kg/cm<sup>2</sup>, el extruido resultante fué de 0,57 g/cc. La presión en la lumbrera de inyección fué de 70 kg/cm<sup>2</sup>. El tamaño de celda del extruido estuvo comprendido entre 0,127 mm y 0,178 mm de diámetro, y el diámetro exterior de la varilla fué de 6,731 mm.

#### EJEMPLO 10

El equipo empleado fué el mismo que en el Ejemplo 7. El compuesto fué un copolímero de etileno y buteno de una densidad de 0,95 g/cc y un índice de fusión de 0,25, con el 0,1 por ciento de azodicarbonamida. La presión en el cilindro, en la lumbrera de inyección, era de 28 kg/cm<sup>2</sup>. La presión regulada era de 63 kg/cm<sup>2</sup> y el extruido resultante era de 0,5 g/cc mientras que la tempe-

ratura de la masa fundida fué de 167°C. El perfil de las presiones en las tres tomas de presión fué de 21 kg/cm<sup>2</sup>, 0 y 70 kg/cm<sup>2</sup>. El tamaño de celda del extruido estuvo comprendido entre 0,102 mm y 0,178 mm, y el diámetro exterior de la varilla fué de 7,823 mm.

La presión regulada fué hecha disminuir a 31,5 kg/cm<sup>2</sup> cuando disminuyó la presión en el cilindro a 14 kg/cm<sup>2</sup>. El extruido resultante fué de 0,65 g/cc. El tamaño de celda del extruido estuvo comprendido entre 0,127 mm y 0,178 mm. y el diámetro exterior de la varilla fué de 7,772 mm.

#### EJEMPLO 11

El equipo empleado fué el mismo que el del Ejemplo 7. El polímero fué una resina de polipropileno de 0,905 g/cc con un índice de fusión de 5,0. La presión en el cilindro en la lumbrera de inyección fué de 14 kg/cm<sup>2</sup>. La presión regulada fué de 49 kg/cm<sup>2</sup>, y el extruido resultante fué de 0,4 g/cc mientras que la temperatura de la masa fundida y las rpm del tornillo fueron, respectivamente, 182°C y 15 rpm. El tamaño de celda del extruido varió desde 0,508 mm hasta una estructura de celdas abiertas. El diámetro exterior de la varilla fué de 10,338 mm. Al ser aumentadas las rpm a 50 rpm, la temperatura de la

masa fundida disminuyó a 180°C, la presión de la lumbrera de inyección a 7 kg/cm<sup>2</sup> y la presión regulada fué ajustada a 21 kg/cm<sup>2</sup>, la densidad del extruido resultante aumentó a 0,67 g/cc y el régimen de salida del extruidor fué de 155 g/minuto. El tamaño de celda del extruido fué de aproximadamente 0,610 mm de promedio, la estructura de celda era cerrada y el diámetro exterior de la varilla era de 9,474 mm. Estas dos esponjas o espumas fueron formadas sin ayuda de nucleador y eran bastas. El tamaño de burbuja de la muestra de 0,4 g/cc varió desde un promedio de 0,508 mm hasta una estructura de celda abierta. El tamaño de burbuja de las muestras de 0,67 g/cc fué de aproximadamente 0,610 mm de promedio y podían verse claramente las burbujas en contraste con una superficie opaca, la cual oculta la estructura interna de las burbujas.

#### EJEMPLO 12

El equipo y la resina empleados fueron los mismos que en el Ejemplo 11 excepto en que se añadió a la resina el 0,1 por ciento de azodicarbonamida como un nucleador de celdas. La presión en el cilindro, en la lumbrera de inyección, fué inferior a 7 kg/cm<sup>2</sup>. La presión regulada fué de 31,5 kg/cm<sup>2</sup>, mientras que la temperatura de la masa fundida y las rpm fueron, respectivamente, 180°C y 25 rpm. Estos ajustes dieron por resultado un extruido de 0,63 g/cc

con una superficie opaca uniforme lisa y una estructura de celdas interna que varió en tamaño de 0,127 mm a 0,203 mm de diámetro. El diámetro exterior de la varilla fué de 11,049 mm.

5 Al ser aumentada la presión regulada a 56 kg/cm<sup>2</sup>, la presión en la lumbrera de inyección permaneció en un valor inferior a 7 kg/cm<sup>2</sup> y la densidad del extruido disminuyó a 0,50 g/cc. El tamaño de celda variaba de un promedio de 0,127 mm a 0,203 mm. El diámetro exterior de  
10 la varilla fué de 9,931 mm.

Los Ejemplos 11 y 12 ponen de manifiesto que se obtiene un producto mejor usando nucleadores para controlar el tamaño de las celdas y obtener una superficie lisa opaca; y además que se puede variar la densidad del  
15 extruido cambiando para ello la presión regulada.

### EJEMPLO 13

El equipo empleado fué el mismo que en el Ejemplo 7, pero el polímero fué una resina de poliestireno de  
20 1,04 g/cc con una resistencia al impacto de 7,61 kgm/m. Esta resina fué extruida sin nucleadores. La presión en la lumbrera de inyección fué de 31,5 kg/cm<sup>2</sup>, la presión regulada fué de 63 kg/cm<sup>2</sup>, la temperatura de la masa fundida  
25 fué de 193°C, las rpm del extruidor fueron 20, el régimen

de salida fué de 284 g/minuto y la densidad del extruido resultante fué de 0,95 g/cc. El tamaño de celda fué de aproximadamente 0,762 mm de promedio y el diámetro exterior de la varilla fué de 7,315 mm. Al ser aumentada la presión regulada a 175 kg/cm<sup>2</sup>, la densidad disminuyó a 0,77 g/cc y el tamaño de celda fué de aproximadamente 1,270 mm de promedio. El diámetro exterior de la varilla fué de 7,620 mm.

#### EJEMPLO 14

El equipo empleado fué el mismo que en el Ejemplo 7, excepto en que el diámetro de la boquilla de perfil de extrusión fue cambiado a 6,350 mm y el polímero usado fué un copolímero de poli(cloruro de vinilo) (PVC) estabilizado por calor de un tipo similar al de un producto químico soplado formulado comercialmente como PVC (sin el agente de soplado). En la formulación, un cierto número de ingredientes podían haber actuado como nucleadores. Estos ingredientes son el carbonato cálcico, el polvo de PVC sin fundir o el modificador de impacto. El compuesto tenía una densidad de 1,3 g/cc en estado sólido, pero al ser extruido bajo las siguientes condiciones la densidad disminuyó a 0,5 g/cc. La presión en la lumbrera de inyección fué de 154,7 kg/cm<sup>2</sup>. La presión regulada fué de 294 kg/cm<sup>2</sup>, mientras que

la temperatura de la masa fundida y las rpm fueron, respectivamente, 182°C y 15 rpm. El régimen de salida del extruidor fué de 270 g/minuto. El tamaño de la celda fué de 0,152 mm a 0,229 mm de diámetro, y el diámetro exterior de la varilla fué de 20,32 mm.

La presente solicitud que corresponde a las presentadas en los Estados Unidos de América, el 12 de Septiembre de 1.974, bajo el nº 505.274 y el 4 de Junio de 1.975, bajo el nº 583.663, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- REIVINDICACIONES -

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Perfeccionamientos introducidos en el procedimiento para la producción de un cuerpo de termoplástico celular, en el que material termoplástico sólido es fun-

5           dido bajo presión en un extruidor, se inyecta un agente  
de soplado gaseoso en el material termoplástico fundido  
bajo presión y se hace que dicho material termoplástico  
fundido y dicho agente de soplado gaseoso pasen a una zo-  
na de presión reducida para efectuar la expansión celular  
de dicho material termoplástico mediante dicho agente de  
soplado gaseoso, cuyos perfeccionamientos comprenden dosi-  
ficar dicho agente de soplado gaseoso a velocidad sónica  
en un punto aguas arriba de la inyección de dicho agente  
10           de soplado en dicho material termoplástico fundido.

15           2ª.- Perfeccionamientos de acuerdo con la rei-  
vindicación 1ª, según los cuales dicho material termoplás-  
tico fundido y dicho agente de soplado son extruidos en  
perfil a través de una boquilla de extrusión para formar  
aislamiento de alambre o de cable.

20           3ª.- Perfeccionamientos de acuerdo con la rei-  
vindicación 1ª, según los cuales dicho material termoplás-  
tico es seleccionado del grupo compuesto por el polietile-  
no, el polipropileno y el poliestireno, y dicho agente de  
soplado gaseoso es nitrógeno gaseoso.

25           4ª.- Perfeccionamientos de acuerdo con la rei-  
vindicación 1ª, según los cuales dicho agente de soplado  
gaseoso es dosificado a través de un dispositivo el cual  
hace que la velocidad del gas sea sónica a través del ori-  
ficio del mismo y se produce por ello inyección de gas en

dicho material termoplástico fundido a un régimen uniforme controlable no afectado por la contrapresión del material.

5 5ª.- Perfeccionamientos de acuerdo con la reivindicación 1ª, según los cuales se varía adicionalmente la presión de la corriente de agente de soplado gaseoso en un punto aguas arriba del punto de dosificación para obtener una variación deseada en la densidad del material termoplástico celular expandido producido.

10 6ª.- Perfeccionamientos de acuerdo con la reivindicación 5ª, según los cuales dicha mezcla de material termoplástico fundido y de agente de soplado gaseoso es extruida en perfil a través de una boquilla de extrusión para formar aislamiento de alambre o de cable.

15 7ª.- Perfeccionamientos de acuerdo con la reivindicación 5ª, según los cuales dicho material termoplástico es seleccionado del grupo compuesto por el polietileno, el polipropileno y el poliestireno, y dicho agente de soplado gaseoso es nitrógeno gaseoso.

20 8ª.- Perfeccionamientos de acuerdo con la reivindicación 5ª, según los cuales dicho agente de soplado gaseoso es dosificado a través de un dispositivo el cual hace que la velocidad del gas sea sónica a través del orificio del mismo y se produce por ello inyección de gas en  
25 dicho material termoplástico fundido a un régimen unifor-

me controlable no afectado por la contrapresión del material.

5 9ª.- Perfeccionamientos introducidos en el procedimiento para la producción de un cuerpo de termoplástico celular.

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.

10 Esta Memoria consta de treinta y dos hojas escritas a máquina por una sola cara.

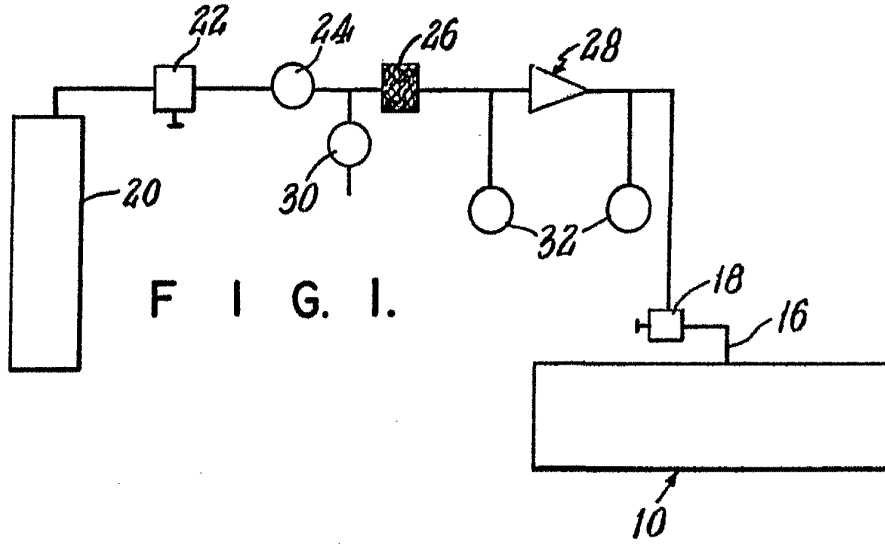
Madrid,

12.FEB.1977

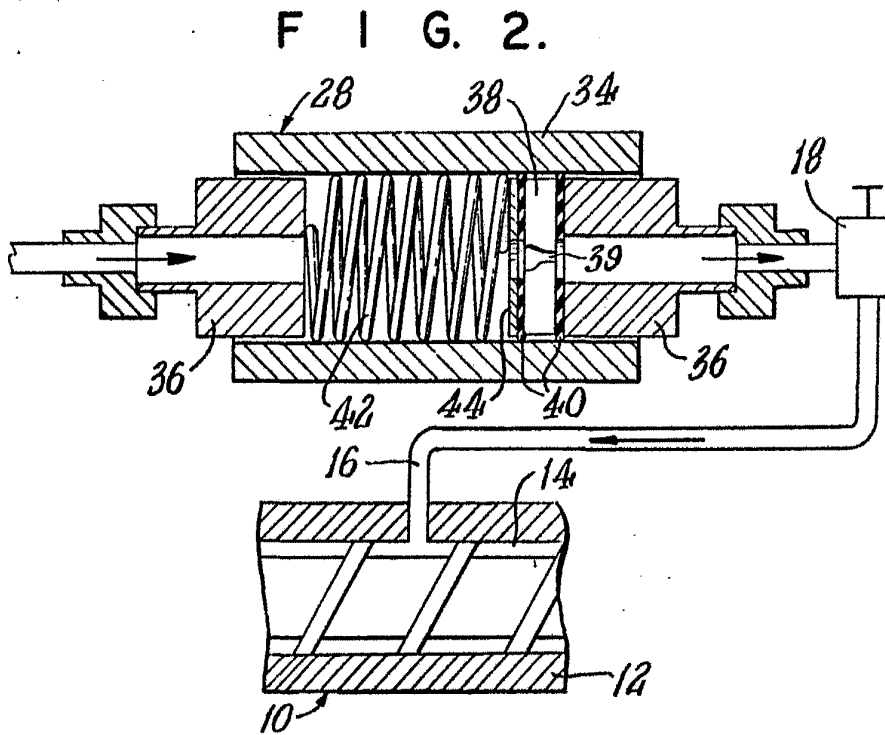
P.A.

Alberto de Elzaburu  
Por Prof.





F I G. 1.



F I G. 2.

*Arde*