

441.291

P.- 61.375

F-8667

15 OCT. 1975

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl. G01J; B29D

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de MOBIL OIL CORPORATION

entidad norteamericana

establecida en 150 East 42nd Street, Nueva York, Nueva
York 10017, Estados Unidos de América

por: "UN METODO PARA DETERMINAR EL TAMAÑO MEDIO DE LAS
CELDAS INDIVIDUALES DE UNA ESTRUCTURA DE ESPONJA
DE RESINA"

6-10-75

- 1 -

La presente invención se refiere a la medida del tamaño de las celdillas de un producto celular (espumado) de plástico, tal como poliestireno celular. Mediante una vigilancia continua de esta característica del material celular, cuya variación tiene un pronunciado efecto sobre las propiedades físicas del material celular, se pueden efectuar ajustes con presteza en el procedimiento de elaboración o en la alimentación de material (por ejemplo, agente de expansión, agente de nucleación) para volver a situar el tamaño de las celdillas dentro de un margen especificado, si aquél se desvía de éste.

5

10

15

20

25

Durante la extrusión de resinas polímeras celulares, el tamaño de las celdillas es el parámetro estructural que puede ser modificado con mayor facilidad y, además, tiene un pronunciado efecto sobre las propiedades del material celular. Estas propiedades incluyen resistencia a la compresión, resistencia a la tracción, alargamiento en la rotura, resistencia al desgarramiento e índices de aislamiento térmico. El tamaño de las celdillas puede variarse mediante la manipulación de los necesarios parámetros del procedimiento de elaboración, agente de nucleación, temperatura de fusión, etc. La determinación del tamaño de las celdillas es, en circunstancias normales, tediosa y lenta. Normalmente, se prepara una delgada sección de material celular, uti-

lizando un dispositivo de corte adecuado, tal como un
microtomo. Seguidamente, se examina la muestra bajo
un microscopio u otro dispositivo adecuado y se efectúa
un intento de caracterizar el tamaño de las celdillas,
5 midiendo el diámetro medio de las celdillas o contando
el número de celdillas contenido en una superficie dada.
Evidentemente, estos métodos no conducen por sí mismos
a una vigilancia continua ni reflejan necesariamente el
tamaño medio de las celdillas de la muestra sometida a
10 investigación, puesto que existe una variación del tama-
ño de las celdillas en la mayor parte de los sistemas de
polímeros celulares y las medidas en un solo punto no
siempre pueden ser traducidas a una medida media. Ade-
más, estas clases de determinaciones del tamaño de las
15 celdillas pueden ser costosas en el caso de una produc-
ción. Mientras se está efectuando la medida del tamaño
de las celdillas, puede fabricarse durante largos pe-
ríodos de tiempo, un material de baja calidad y/o "fuera
de las especificaciones".

20 La solicitante ha ideado ahora un método
y un aparato continuos para la determinación del tamaño
de las celdillas de los materiales celulares polímeros,
a medida que estos son extruídos. Si el tamaño de las
celdillas del material celular vigilado no está dentro
25 de las especificaciones del producto, se pueden efectuar

ajustes automáticos en las condiciones de la línea de extrusión y/o en los materiales de alimentación para extrusión, a fin de llevar el tamaño de las celdillas del material celular dentro de los límites deseados.

5 De acuerdo con la presente invención, se mide el tamaño medio de las celdillas individuales, mediante la determinación de la cantidad de luz que es reflejada difusamente desde la superficie del producto celular extruido. Normalmente, la luz reflejada será
10 medida mediante una célula fotoeléctrica detectora y la señal eléctrica de salida de la célula será relacionada directamente con el tamaño medio de las celdillas mediante un procedimiento calibrado. Con el fin de normalizar las medidas, se utilizará, generalmente, una fuente de iluminación normalizada.
15

La solicitante ha encontrado que el material celular de resina (generalmente, poliestireno celular) que tiene un tamaño de las celdillas relativamente pequeño, por ejemplo del orden de aproximadamente 6 a
20 18 micras de radio del tamaño de las celdillas, aparece con un color relativamente más claro que el material celular que está constituido por celdillas individuales que tienen un tamaño de las celdillas relativamente mayor, por ejemplo de 25 a 250 micras de radio del tamaño de las celdillas. Por consiguiente, se sacó la conclu-
25

sión de que a medida que varía el tamaño de las celdillas individuales en una estructura celular, existe un efecto correspondiente sobre el oscurecimiento del color (es decir, sobre la reflectividad difusa) de la estructura celular: ésta se vuelve de un aspecto más claro o más oscuro. Se sacó la conclusión de que se podría idear un método mediante el cual se pudieran detectar tales cambios en un material celular que avanzara continuamente, mediante un dispositivo de vigilancia, y que podrían adoptarse medidas correctoras si el tamaño de las celdillas del material celular se apartara de los valores deseados.

El material celular, generalmente en forma de una hoja o lámina, se puede preparar por cualquier procedimiento adecuado. Los procedimientos para la producción de resinas plásticas celulares, especialmente poliestireno celular, son bien conocidos en la técnica. En la patente de Estados Unidos número 3.482.006, por ejemplo, se describe un método particularmente deseable. En el procedimiento descrito en esta patente, se utiliza un agente de nucleación que comprende una mezcla de bicarbonato sódico y ácido cítrico, junto con el agente de soplado o expansión, para regular el tamaño de las celdillas del producto.

Aunque el tamaño de las celdillas del mate-

rial celular se puede regular o variar mediante la variación de los parámetros del procedimiento de elaboración, el tamaño de las celdillas se regula, generalmente, mediante la regulación de la concentración de agentes de nucleación en el sistema de extrusión. Sin embargo, durante los procedimientos de extrusión continuos, esta concentración puede variar debido a elementos accidentales del sistema, tales como una alimentación errática en la tolva de alimentación del agente de nucleación, una mezcla incompleta o no uniforme de los agentes de nucleación con la resina.

La reflectividad del producto celular se puede determinar fácilmente mediante un medidor fotoeléctrico. Tales medidores incluyen una fuente de iluminación, platina para la muestra, y una célula fotoeléctrica para detectar la luz reflejada. La muestra se ilumina, generalmente, con un ángulo de 45° con relación a la probeta, y la reflectividad se determina en dirección normal a la superficie de la probeta. La luz reflejada difusamente se puede concentrar sobre el detector, mediante una lente o una pantalla difusora, utilizada para eliminar cualesquiera inexactitudes debidas a la reflectancia especular parcial. Si se utiliza una lente en el detector, ésta estará normalmente en combinación con una envolvente integral, por ejemplo, una

esfera integral.

En el comercio existen cierto número de fotómetros que pueden ser utilizados como colorímetros. Estos fotómetros incluyen cierto número de detectores fotoeléctricos que se utilizan en combinación con filtros coloreados para medir la respuesta espectral de muestras diferentemente coloreadas. Una característica de estos medidores es que uno de los detectores proporciona una medida de la iluminancia (o reflectividad espectral) de la muestra. Esta medida se puede utilizar directamente como una indicación de la reflectividad difusa de la hoja de material celular. Esto se explicará adicionalmente en lo que sigue, haciendo referencia particular a modos específicos de construcción de fotómetros, pero en general todo lo que se necesita es obtener una indicación de la reflectividad de la muestra y, mediante calibrado, puede relacionarse ésta con el tamaño medio de las celdillas individuales. Por lo tanto, se preparan varias muestras de material celular con tamaños de celdilla medios diferentes y conocidos, y se determina la reflectividad de estas muestras. La correlación de estos valores se pueden utilizar entonces, subsiguientemente, para proporcionar una medida continua del tamaño medio de las celdillas, puesto que la reflectividad se puede medir de una manera continua

a medida que es extruido el material celular.

5 De hecho, una vez que se ha determinado la reflectividad para un margen de tamaños de las celdillas deseado y conocido, no es necesaria una ulterior determinación del tamaño de las celdillas, puesto que la reflectividad se puede utilizar directamente para indicar si el producto celular está siendo producido de acuerdo con las normas deseadas. Por lo tanto, las lecturas del fotómetro se pueden tomar directamente y utilizarlas para
10 efectuar ajustes automáticos o manuales en las condiciones del procedimiento de elaboración, cuando esto es necesario para efectuar una variación de las propiedades del producto. Por ejemplo, se puede cambiar la concentración de agente de nucleación, o se puede variar la concentración de agente de expansión o la temperatura de fusión, con el fin de llevar a cabo cualquier
15 cambio que se desee.

20 El detector fotoeléctrico se montará, normalmente, encima del producto extruido, cuando éste sale del extrusor, de tal modo que si se detectan variaciones indeseables en el tamaño de las celdillas, aquéllas puedan ser corregidas tan pronto como sea posible.

25 La reflectividad de un material celular depende, como se ha indicado anteriormente, de su tamaño medio de celdilla y, naturalmente, de su color (puesto

que los colores claros reflejan más luz que los colores oscuros). La medida de reflectividad de una muestra incolora y de una coloreada, se puede considerar con mayor facilidad si se considera primero la cuestión de la medida del color.

5

El color puede ser especificado mediante la asignación de valores numéricos a la cantidad de luz de cada longitud de onda que hay en dicho color. Sin embargo, estos valores numéricos son engorrosos y no fácilmente utilizables. Como consecuencia, se han desarrollado otros sistemas de descripción del color. La Commission International de l'Eclaireage (CIE) ha establecido un sistema de tres estímulos o colores primarios, con los que se puede identificar o emparejar cualquier color del espectro humanamente visible, y cualquiera de tales colores puede ser especificado en términos de estos estímulos. Las muy conocidas curvas de tres estímulos o de estímulos tricromáticos, X, Y y Z, para un observador normal, de la CIE, se pueden utilizar para definir un color en términos de estos estímulos. Cada uno de estos estímulos primarios es un conjunto de proporciones especificadas de luz de ciertas longitudes de onda, y representan el máximo de una familia de curvas. La curva X representa un estímulo esencialmente rojo, la curva Y un estímulo esencialmente verde, y la curva Z un estímulo

10

15

20

25

esencialmente azul.

5 Cualquier color puede ser representado por una curva en cada familia. Las ordenadas de los máximos de la curva en cada familia, son los coeficientes de estímulo tricromático del color. La curva Y fue seleccionada por la CIE de tal manera que la representación gráfica de la proporción versus la longitud de onda, corresponde a la curva de sensibilidad a la luz del ojo humano normal; la ordenada de la curva Y del color, corregida 10 en cuanto a la intensidad de la fuente de iluminación, identifica la intensidad del color. El estímulo tricromático Y es la luminancia o intensidad de la luz (que coincide o empareja), igual a la transmitancia luminosa o a la reflectancia luminosa de la muestra. Debido a 15 esto, el coeficiente Y de la luz reflejada desde una muestra de material celular, se puede tomar como una medida de la reflectividad difusa de la muestra y, por lo tanto, del tamaño medio de sus celdas.

20 El matiz o tono y la saturación del color se pueden calcular fácilmente a partir de sus coeficientes de estímulo tricromático, utilizando el diagrama de cromaticidad descrito por Margenau, Watson y Montgomery, Physics Principles and Applications 673-677 (2ª edición, McGraw-Hill Book Co., Nueva York, 1953).

25 Además del sistema CIE para la descripción

del color, se han desarrollado otros sistemas utilizables, todos ellos relacionados con el sistema CIE, y se han ideado diversos fotómetros para color, que emplean estos otros sistemas y proporcionan lecturas directas en términos de estos otros sistemas. Uno de tales sistemas es el desarrollado por R. S. Hunter, que está basado en un sólido de color, que representa el color de una superficie, con un eje vertical que representa la claridad o luminosidad, la cual varía desde el negro hasta el blanco a través de los diversos grados de gris. El matiz está representado por la dirección a partir del eje, correspondiendo las diversas direcciones al rojo, amarillo, verde, azul, púrpura o colores intermedios; y la saturación está representada por la longitud del radio que se extiende desde el gris o eje de la claridad, hasta la periferia que representa los colores más intensos. A cada coordenada se puede asignar una escala arbitraria de valores. Este sistema de descripción del color se expone en J. Opt. Soc. Am. 48 nº 12 (1958) 985-995. Este artículo describe, también, un medidor de diferencias de colores, que proporciona un resultado directamente en términos del sistema Hunter de coordenadas de color, L, a, b. La base para esta medición fotoeléctrica del color se expone en J. Opt. Soc. Am., 32, 509-538 (1942). Las coordenadas de Hunter L, a, b están relacionadas con el siste-

ma CIE de la manera siguiente:

Paso de CIE a Hunter:

$$L = Y^{1/2}$$

$$a = 175Y - 1/2 (1,02X - Y)$$

$$b = 70Y - 1/2 (Y - 0,847Z)$$

Paso de Hunter a CIE:

$$Y = (0,01 L)^2$$

$$X = 0,9804 \frac{(Y + 0,01aL)}{175}$$

$$Z = 1 - \frac{181(Y - 0,01bL)}{70}$$

Las relaciones entre estos sistemas de colores y sus relaciones con los sistemas de Munsell, Adams y Scofield, se exponen brevemente en la patente de Estados Unidos número 3.003.388. Esta patente describe, también, un medidor fotoeléctrico que puede ser utilizado en la presente invención. Utilizando el producto celular extruido como probeta en el medidor descrito en la patente, se puede obtener una medida de la reflectividad de la muestra. En este caso, la coordenada L (o coordenada de la luminancia) se utiliza como una indicación directa de la reflectividad de la muestra de material celular. Esto se explica adicionalmente a continuación, con refe-

rencia a los dibujos que se acompañan, en los cuales:

La figura 1 es una representación esquemática de la disposición para medir la reflectividad de una muestra de material celular, y

La figura 2 es una correlación de las lecturas de reflectividad con el tamaño medio de las celdillas.

Como se muestra en la figura 1, la muestra de material celular extruido avanza continuamente bajo el fotómetro. La muestra 10 es iluminada con luz procedente de una fuente adecuada 11, con un ángulo de 45° , en el caso de una probeta reflectante (en contraste con una probeta que transmite luz). Una unidad de exposición práctica utiliza una lámpara de cuarzo, con halógeno, de bajo voltaje, calibrada con un voltaje de lámpara de aproximadamente 9,75 voltios, para producir una temperatura de un color conocido. La lámpara, en combinación con lentes (no mostradas) y espejos 13, 14, produce dos haces, de tal modo que inciden sobre la superficie de la probeta desde direcciones opuestas, con ángulos de 45° . La luz que es reflejada difusamente desde la probeta en direcciones perpendicular y casi perpendicular, pasa a través de una placa difusora 15 y es medida mediante

fotocélulas 16, 17 y 18, que dan, respectivamente, las señales Y, X y Z, en virtud de los filtros de luz de estímulo tricromático 19, 20 y 21, colocados entre las células fotoeléctricas y la luz que llega a ellas.

5

Las señales de salida procedentes de las células se pueden someter a tratamiento dentro del medidor, de una manera conocida, para proporcionar una indicación directa de la reflectividad total de la muestra. Si se utilizan las coordenadas de la CIE, se puede utilizar el coeficiente Y (coeficiente de iluminancia) como medida de la reflectividad. Si se utiliza el sistema de Hunter, se usa el valor "L" (luminancia) como una medida directa de reflectividad.

10

Los circuitos que se pueden utilizar para proporcionar una indicación directa de la reflectividad, para un medidor de este tipo, se describen en la patente de Estados Unidos número 3.003.388. El medidor descrito allí proporcionará directamente la coordenada "L". Se puede utilizar, seguidamente, para correlacionarla con el tamaño de las celdillas determinado por otros métodos directos.

15

20

Un medidor adecuado de este tipo es el medidor de diferencias de color D-25 de Hunter.

25

Con el fin de proporcionar los resultados más exactos, se debe utilizar un fondo negro a fin

de evitar reflejos falsos.

5 A partir de esta exposición se verá con claridad que la reflectividad de cualesquiera muestras incoloras o coloreadas, se puede determinar fácilmente y correlacionarla con el tamaño de las celdillas, utilizando un equipo fácilmente asequible. En cada caso, la representación de la luminancia (o reflectividad total) se utiliza como el parámetro medido. Normalmente, la fuente luminosa será una fuente de espectro continuo, por ejemplo una lámpara de filamento, pero se puede utilizar una fuente coloreada o monocromática con un detector de sensibilidad adecuada, pudiendo ser deseable con muestras de material celular coloreadas, el uso de una luz coloreada, para 10 aumentar la reflectancia desde la muestra. En este caso, sería adecuado un detector sencillo para proporcionar una medida de la reflectividad de la muestra. Sin embargo, la disponibilidad de medidores comerciales y su fácil adaptación a la presente finalidad, es una valiosa característica del método. 15 20

Para una exposición adicional de la medición del color y de la importancia de los diferentes sistemas de coordenadas, se hace referencia a las obras Color Science Wyszecki and Styles, John Wiley, 25 N. Y. 1967, y The Measurement of Color Wright, Van

Nostran Nueva York 1969.

5 En el siguiente ejemplo, dado a título de ilustración solamente, se presentan datos de una serie de ensayos, en los que las lecturas del medidor (escala "L") están correlacionadas con el tamaño de las celdillas individuales en una serie de muestras de poliestireno celular. El tamaño de las celdillas varía en dependencia de la concentración de agentes de nucleación empleada : un aumento de la concentración de agentes de nucleación en el sistema de extrusión, da como resultado la producción de un material celular que tiene un tamaño de las celdillas individuales más pequeño, y viceversa. El sistema de nucleación empleado para producir las muestras de material celular individual en los siguientes ejemplos, era una mezcla de ácido cítrico anhidro y bicarbonato sódico, estando presente el bicarbonato en una proporción en peso con relación al ácido, de aproximadamente 1:0,76. La resina de poliestireno empleada se identificó por el fabricante como poliestireno de uso general, Dow-685. El aparato de extrusión empleado para producir las muestras de material celular se describe en la patente de Estados Unidos número 3.482.006.

10

15

20

Ejemplo 1.

25 Se mezclaron gránulos de resina de

poliestireno con una mezcla de agente de nucleación que comprendía bicarbonato sódico y ácido cítrico anhidro. Los agentes de nucleación constituían el 0,58% en peso, basado sobre el peso total de la carga de alimentación de poliestireno. La proporción de ácido a bicarbonato era de 1:0,76. Estos materiales se alimentaron continuamente en la tolva de alimentación de una prensa de extrusión, de tornillo sin fin, de 68 mm de diámetro, que tenía una proporción de longitud a diámetro de 24:1. La prensa de extrusión se hizo funcionar a una velocidad de extrusión de 68 kg/hora, y el tornillo de extrusión estaba refrigerado interiormente con agua a una temperatura de unos 22°C. Por medio de calentadores del cuerpo de la prensa de extrusión, se mantuvo a una temperatura de unos 105°C la porción del cuerpo de la prensa de extrusión que rodeaba la zona de alimentación de la prensa de extrusión. En la zona de fusión, zona de inyección de pentano, y en la zona de mezclado, el cuerpo de la prensa de extrusión se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 205 a 232°C. A través del cuerpo de la prensa de extrusión se inyectó un agente de expansión, constituido por pentano líquido, en la proporción de aproximadamente un 5% en peso de pentano con relación al peso total de resina y de agente de

5

nucleación, que se introdujo en la composición de poliestireno por un punto más allá de la sección de alimentación, en el que el poliestireno estaba en un estado fundido. La masa fundida se hizo pasar, seguidamente, a través de la zona de mezclado de la prensa de extrusión y, finalmente, a través de la sección de refrigeración del sistema de extrusión, antes de ser extruída a través de un orificio de boquilla anular, fijada en el extremo terminal de la prensa de extrusión.

10

15

Seguidamente, se sometieron muestras del material celular producido de acuerdo con el ejemplo precedente, a una medida con el colorímetro descrito anteriormente, para obtener su valor L. A continuación, se midió físicamente, con un aumento (100 x), el tamaño de las celdillas del material celular individuales de las muestras de material celular.

20

El procedimiento del Ejemplo 1 se empleó para producir muestras adicionales en los ejemplos 2 a 13 inclusive, variándose la concentración de agentes de nucleación, como se muestra en la siguiente tabla.

TABLA I

CORRELACION DE LA LECTURA "L" CON EL RADIO MEDIO DE LAS CELDILLAS

Ejemplo	L	Espesor de la hoja (mm)	Densidad, g/cm ³	Radio de las celdillas (micras)	% de agentes de nucleación
1	0,9180	2,56	0,066	78,23	0,58
2	0,9142	2,49	0,070	80,77	0,51
3	0,8936	2,44	0,072	97,03	0,43
4	0,8786	2,23	0,079	115,60	0,34
5	0,8940	2,16	0,079	101,85	0,38
6	0,9297	2,44	0,070	68,33	0,58
7	0,9296	2,79	0,062	71,37	0,58
8	0,9109	2,36	0,071	78,99	0,49
9	0,9119	2,41	0,067	70,61	0,57
10	0,9283	2,46	0,068	65,02	0,65
11	0,9338	2,54	0,066	55,63	0,74
12	0,9411	2,56	0,066	45,21	0,82
13	0,9348	2,54	0,065	47,24	0,89

Los datos obtenidos de los ejemplos precedentes, se representaron gráficamente para obtener una curva patrón, como se muestra en la figura 2. Esta figura correlaciona la lectura L procedente del colorímetro, con el radio de celdilla de las celdillas individuales en las muestras de material celular. Según se varió la cantidad de agente de nucleación, se alteró el tamaño de las celdillas, es decir, al aumentar la concentración de agente de nucleación se obtuvo como resultado una disminución del radio de las celdillas del material celular y viceversa. Empleando la curva patrón mostrada en la figura 2, es ahora posible, habiendo obtenido el valor L de una muestra de material celular dada, utilizar este valor L para obtener el tamaño de las celdillas del material celular en la muestra. Esto puede efectuarse fuera de la línea de fabricación o, preferiblemente, en la línea de fabricación. Para el funcionamiento en la línea de fabricación, el medidor se monta encima de la banda continua de poliestireno celular que avanza de manera continua, y se registra continuamente el valor L del material celular sobre el lector digital o numérico del medidor. Esta medición se puede registrar continuamente en un registrador gráfico. En el caso de que resulte que el valor L es demasiado alto o demasiado bajo con relación al tamaño particular de celdilla deseado,

5 se efectúa un sencillo ajuste, automáticamente si se desea (por ejemplo, mediante control por computadora), bien sea para aumentar o para disminuir la concentración del agente de nucleación que está siendo mezclado con la resina, antes de la introducción de la mezcla en el sistema de extrusión. También es posible variar otros parámetros del procedimiento, para obtener una variación del tamaño de las celdillas, tal como, por ejemplo, densidad, concentración de agente de expansión o temperatura de fusión.

10 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el día 30 de Septiembre de 1974, bajo el Nº 510.666, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

20
25 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:

5 1ª.- Un método para determinar el tamaño medio de las celdas individuales de una estructura de esponja de resina, que comprende medir la reflectancia a la luz de la estructura.

10 2ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, en el que la reflectancia a la luz se mide sobre una banda continua del material celular que avanza desde una prensa de extrusión.

15 3ª.- Un método de producir una hoja de resina celular, en el que la resina celular se extruye desde una prensa de extrusión, en forma de una hoja, y la reflectancia a la luz difusa de la hoja se mide para proporcionar una indicación del tamaño medio de las celdillas individuales de la hoja de resina celular.

20 4ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3ª, en el que las condiciones de extrusión se varían en respuesta a la reflectancia a la luz medida de la hoja.

5ª.- Un método para determinar el tamaño medio de las celdas individuales de una estructura de esponja de resina.

25 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 veintitrés hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 11.NOV.1976

P. A.

5

Fernando de Elizaburu
Por Poder.

25.10.76
ACM.

FIG. 1

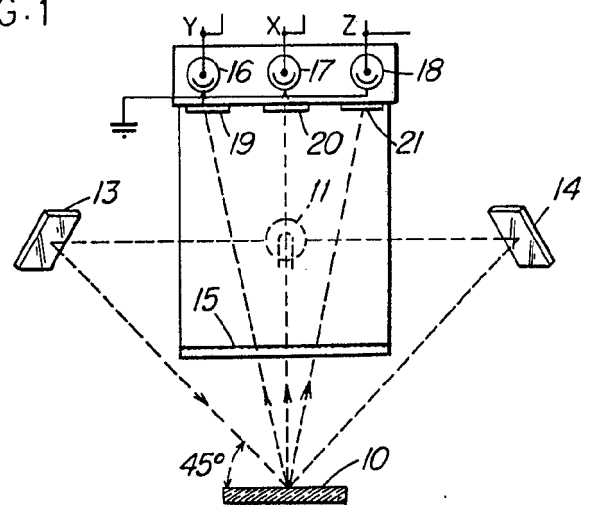
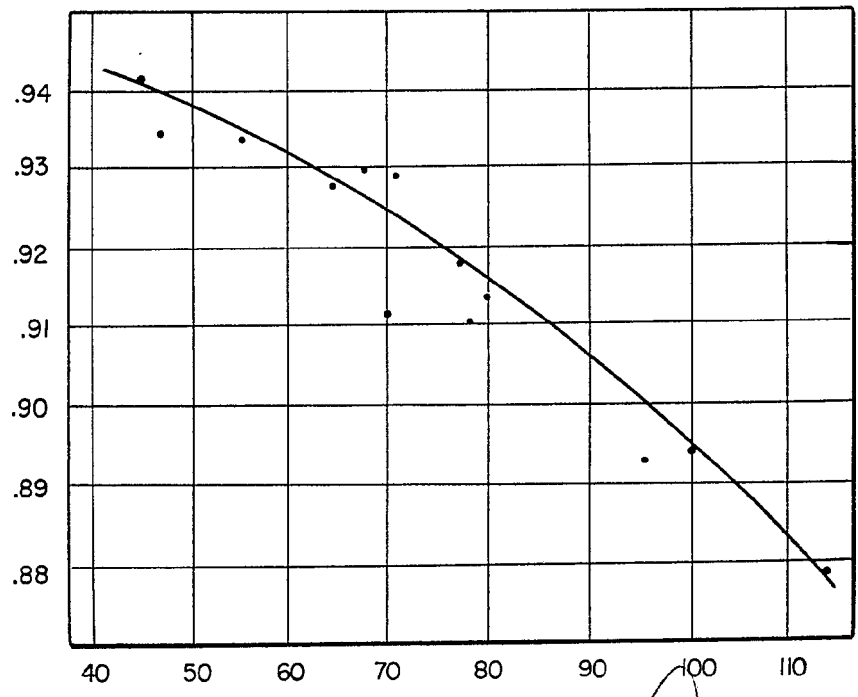


FIG. 2



Formed by *[Signature]*
Per Posca