



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 212**

51 Int. Cl.:  
**B29C 43/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02765109 .0**

96 Fecha de presentación : **08.10.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1453647**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **08.09.2004**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de una lámina de polipropileno.**

30 Prioridad: **27.11.2001 GB 0128405**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**27.07.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**27.07.2011**

73 Titular/es: **PROPEX OPERATING COMPANY, L.L.C.**  
**6025 Lee Highway, Suite 306**  
**Chattanooga, Tennessee 37421, US**

72 Inventor/es: **Ward, Ian Macmillan y**  
**Hine, Peter John**

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 363 212 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de una lámina de polipropileno

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para la fabricación de materiales de láminas poliméricas elaborados a partir de fibras o cintas de polipropileno orientado.

En los últimos años, se han conseguido avances en procedimientos para la compactación de fibras de poliolefina con el fin de fabricar láminas de alta rigidez y resistencia. Los procedimientos de compactación en dos etapas para  
10 fibras solidificadas rápidamente que emplean altas presiones de compactación son muy conocidos. Un ejemplo se describe en el documento GB 2253420A, en el que un conjunto de fibras de un polímero orientado se compacta en caliente en un procedimiento en dos etapas para formar una lámina que tiene buenas propiedades mecánicas. El procedimiento supone una etapa inicial en la que las fibras se llevan y se mantienen a la temperatura de compactación mientras se someten a una presión suficiente para mantener las fibras en contacto, y posteriormente  
15 se compactan a una presión elevada (40-50 MPa) durante unos pocos segundos (la presión de compactación). En este procedimiento una fracción de las superficies de la fibra, generalmente entre el 5 y el 10% en peso, se funde y posteriormente recristaliza durante el enfriamiento. Esta fase de recristalización une las fibras, dando como resultado unas buenas propiedades mecánicas de la lámina final.

- 20 En el documento GB 2253420A se menciona que el procedimiento se puede aplicar a muchos tipos de polímeros orientados incluyendo poliéster y PEEK (polieterétercetona), pero que los polímeros preferidos son las poliolefinas orientadas. El polietileno es la única poliolefina mencionada, y se usa en todos los ejemplos.

En el documento WO 98/15397 se describe una mejora del procedimiento anterior en el que un conjunto de fibras de poliolefina formadas por fusión se mantienen en contacto íntimo a temperatura elevada suficiente para fundir una fracción de las fibras, mientras se somete a una presión de compactación no superior a 10 MPa. Este procedimiento a baja presión y en una sola etapa también produce productos que tienen unas propiedades mecánicas excelentes. Si se desea, las fibras pueden haber sido sometidas a un procedimiento de reticulación previo, preferentemente un procedimiento de reticulación por irradiación que comprende la irradiación de las fibras con una radiación ionizante  
30 en un entorno inerte que contiene compuestos de alquino o dieno, y a continuación una etapa de recocido que comprende el recocido del polímero irradiado a una temperatura elevada, de nuevo en un entorno inerte que contiene compuestos de alquino o dieno.

- En el documento GB 2253420A se indica que "los materiales compactados en caliente preferentemente se enfrían a temperatura ambiente en condiciones controladas. El enfriamiento rápido es menos preferido. La técnica más conveniente es dejar los compactos al aire hasta que se hayan enfriado a temperatura ambiente". Los ejemplos del documento GB 2253420A no mencionan la velocidad de enfriamiento.

En los ejemplos del documento WO 98/15397 se aplicaron la temperatura y presión de compactación y el conjunto se enfrió a la presión de compactación a 100°C pasando una mezcla de aire y agua a través de las pletinas de calentamiento. En este punto, el conjunto se retiró de la prensa y se enfrió a temperatura ambiente al aire sin aplicar ninguna presión. No se menciona la velocidad de enfriamiento.

- En *Plastics, Rubber and Composites Processing and Application*, 1998, Vol. 27, N° 4, págs. 167-171, específicamente en relación con el polietileno se indica que "la velocidad de enfriamiento final no afecta significativamente a la estructura o las propiedades de la lámina compactada final: se ha medido que las muestras templadas tienen unas propiedades casi idénticas a las muestras enfriadas lentamente".

A pesar de lo anterior, los presentes inventores ahora tienen evidencias que sugieren que la velocidad de enfriamiento puede tener un efecto significativo sobre las propiedades finales de artículos compactados formados a partir de fibras de material homopolimérico o copolimérico orientado.

- En particular, los presentes inventores han descubierto que, a diferencia del polietileno, en el caso del polipropileno la velocidad de enfriamiento tiene un efecto significativo sobre las propiedades finales de la lámina compactada.  
55 Específicamente, velocidades de enfriamiento más rápidas dan como resultado la mejora de algunas propiedades, en particular la ductilidad, y propiedades relacionadas tales como la resistencia al desprendimiento.

Por consiguiente, la presente invención proporciona un procedimiento para la producción de un artículo monolítico como se define en la reivindicación 1. En las reivindicaciones dependientes se describen formas de realización

preferidas.

En una forma de realización particular, un procedimiento para la producción de un artículo monolítico a partir de una red de fibras de un homopolímero o copolímero de polipropileno orientado comprende las etapas de someter la red a una temperatura elevada y a una presión suficiente para fundir una fracción del polímero y compactarlo, y a continuación enfriar la red compactada, en la que se emplea una velocidad de enfriamiento acelerada hasta 100°C.

Las fibras se pueden elaborar mediante cualquier procedimiento adecuado, por ejemplo, por disolución o formación en gel o en fundido, pero más preferentemente por formación en fundido.

El término "fibras de homopolímero o copolímero de polipropileno orientado" se usa en el presente documento para denotar todos los elementos alargados que comprenden polipropileno. Pueden estar en forma de hebras o filamentos. Pueden estar en forma de bandas, tiras o cintas, formadas, por ejemplo, seccionando inicialmente películas formadas en fundido. Independientemente de su forma las fibras se pueden presentar en una red no trenzada para el procedimiento de la invención. Alternativamente, se pueden conformar en hilos que comprenden múltiples fibras, o se pueden usar en forma de un hilo monofilamentoso. Las fibras normalmente se conforman en un tejido por trenzado o tricotado. Opcionalmente, las fibras se pueden haber sometido a un procedimiento de reticulación, como se describe en el documento WO 98/15397. Los tejidos trenzados pueden comprender únicamente fibras en forma de hebras o filamentos, o pueden comprender una mezcla de fibras en forma de hebras o filamentos y fibras en forma de cintas. Los más preferidos son los tejidos que están trenzados a partir de cintas planas, puesto que tienen las mejores propiedades mecánicas.

"Una velocidad de enfriamiento acelerada" en esta memoria descriptiva significa el enfriamiento en condiciones tales que se pierde el calor del artículo monolítico más rápidamente que si se enfriase desde la temperatura elevada a una temperatura predeterminada inferior más baja que la temperatura de recristalización del material, en condiciones ambientales, esto es, al aire en reposo a temperatura ambiente, normalmente 20°C. Es decir, el artículo monolítico alcanza la temperatura inferior más rápidamente de lo que lo haría en condiciones ambientales. El enfriamiento no está necesariamente acelerado a lo largo de todo el intervalo de temperaturas desde la temperatura elevada a la temperatura inferior. No obstante, de manera conveniente se puede aplicar una velocidad de enfriamiento acelerada a lo largo de todo el intervalo desde la temperatura elevada hasta la temperatura inferior.

La temperatura inferior final se selecciona dependiendo de la temperatura de recristalización del material a tratar y debe estar suficientemente por debajo de la temperatura de recristalización para garantizar que se evite la recristalización del material una vez se haya alcanzado la temperatura inferior. Esto se puede conseguir con una temperatura inferior tan baja como 10°C por debajo de la temperatura de recristalización cuando se emplean técnicas de estabilización de la temperatura. No obstante se apreciará que se puede emplear un diferencial de temperaturas superior tal como entre 10°C y 20°C o entre 10°C y 40°C o incluso superior, para un buen efecto. En el ejemplo particular descrito posteriormente en el presente documento, se seleccionó para que la temperatura inferior del propileno fuera de 100°C.

En principio se puede conseguir una velocidad de enfriamiento acelerada con uno o más de los siguientes medios:

- puesta en contacto de la red compactada con un fluido que está por debajo de temperatura ambiente

- puesta en contacto de la red compactada con un fluido que es un mejor conductor térmico que el aire a temperatura ambiente

- suministro de un movimiento relativo entre la red compactada y un fluido; de manera más práctica, impulsando el fluido sobre la red compactada.

La velocidad a la que se enfría la red compactada es de al menos 10°C por minuto, preferentemente de al menos 30°C por minuto, aún más preferentemente de al menos 50°C por minuto. Particularmente preferido es el enfriamiento extremadamente rápido de al menos 100°C por minuto, preferentemente de al menos 200°C por minuto, y en el caso de láminas delgadas por encima de 500°C por minuto. Éstos son valores medios que se aplican durante toda la fase de enfriamiento, desde la temperatura elevada hasta preferentemente 100°C. Las velocidades de enfriamiento muy rápidas se pueden denominar templado y, de hecho, se pueden conseguir mediante el procedimiento de templado convencional usado durante mucho tiempo en materia metalúrgica de sumergir el artículo correspondiente en agua.

La velocidad de enfriamiento acelerada de la red compactada de acuerdo con la presente invención preferentemente

se aplica hasta 100°C, que está significativamente por debajo de la temperatura de recristalización.

Se prefiere que el procedimiento de compactación en caliente de la invención use una presión de compactación que no supere los 10 MPa. También se prefiere el uso de una única presión a lo largo de todo el procedimiento de compactación en caliente. Las presiones más preferidas están entre 1 y 7 MPa, particularmente entre 2 y 5 MPa. Se prefiere que la presión de compactación en caliente se mantenga durante el enfriamiento.

La temperatura mínima a la cual las fibras deben estar en contacto preferentemente es aquella a la que el extremo de la endoterma, medido por Calorimetría diferencial de barrido (DSC), de las fibras poliméricas apretadas extrapolada a cero intersecta con el eje de temperaturas. Preferentemente, la temperatura a la que se compactan las fibras no es superior a la temperatura máxima restringida de fusión a la presión de compactación ambiente -es decir, la temperatura a la que la endoterma alcanza su punto más alto. La fracción de fibras que se funden durante el procedimiento de compactación en caliente generalmente está entre el 10 y el 50% en peso.

Preferentemente, las fibras usadas en la presente invención tienen un peso molecular medio en peso ( $P_m$ ) inferior o igual a 250.000. En ciertas formas de realización,  $P_m$  está en el intervalo de 100.000 a 250.000, por ejemplo de 150.000 a 220.000;  $P_m$  se determina mediante el procedimiento descrito a continuación. Con dichos materiales de  $P_m$  inferior, la presente invención proporciona una vía para un límite de fluencia y un módulo de Young elevados, y aun así debe presentar un límite de elasticidad en lugar de rotura frágil.

El polímero preferentemente es un homopolímero de polipropileno, pero puede ser un copolímero que comprenda polipropileno. Generalmente se puede usar cualquier copolímero que contenga polipropileno tales como los descritos en el documento WO 98/15397.

La compactación del polipropileno se puede llevar a cabo en un autoclave, o en una prensa de cinta o en otro aparato en el que el conjunto se introduzca a través de una zona de compactación donde se somete a la presión y temperatura elevadas necesarias. Así, el procedimiento se puede llevar a cabo en forma de procedimiento continuo o semi-continuo. Preferentemente el enfriamiento se efectúa mientras la lámina está limitada frente a un cambio dimensional, por ejemplo, mantenida en tensión o estando fija a una presión de compactación. En el caso de una prensa de cinta, por ejemplo, la propia cinta puede estar fría (por ejemplo, usando aire enfriado con agua helada) en la región inmediatamente después de la zona de calentamiento. De esta forma, es posible conseguir velocidades de enfriamiento de hasta 500°C por minuto.

El artículo monolítico puede ser considerado un compuesto de polipropileno formado de una fase de matriz de polipropileno que se produjo durante el procedimiento, y una fase de fibra de polipropileno, una fracción de la cual puede presentar una fusión superficial selectiva, producto del procedimiento. Las propiedades tanto de la fase de matriz como de la fase de fibra son de importancia en la consecución de un artículo monolítico de las propiedades necesarias, y se pueden definir y estudiar por separado.

Preferentemente, el módulo de Young de la fase de matriz es de al menos 0,9 GPa, más preferentemente de al menos 1,2 GPa, más preferentemente de al menos 1,5 GPa, y lo más preferentemente de al menos 1,8 GPa.

Preferentemente, la resistencia al fallo de la fase de matriz es de al menos 20 MPa, más preferentemente de al menos 25 MPa, y lo más preferentemente de al menos 35 MPa.

Preferentemente, la deformación hasta rotura de la fase de matriz es de al menos el 5%.

Preferentemente, el módulo de Young en la dirección longitudinal (que alternativamente se puede denominar dirección de estiramiento o axial) de la fase de fibra es de al menos 4 GPa, más preferentemente de al menos 6 GPa, y lo más preferentemente de al menos 8 GPa.

Preferentemente, la resistencia al fallo en la dirección longitudinal de la fase de fibra es de al menos 250 MPa, más preferentemente de al menos 350 MPa, y lo más preferentemente de al menos 420 MPa.

Preferentemente, la deformación hasta rotura en la dirección longitudinal de la fase de fibra es de al menos el 5%.

#### **Grupo de ejemplo A**

Se estableció el efecto de la velocidad de enfriamiento examinando el enfriamiento de un tejido completamente

- fundido, para simular la fase de matriz fundida en una lámina compactada en caliente. Se ha encontrado que las propiedades de una lámina compactada en caliente son una combinación de las propiedades de las fibras orientadas originales (la fase de refuerzo), y la porción de las fibras que están fundidas (la fase de matriz). Por tanto, examinando las propiedades de un tejido fundido que se haya enfriado a diferentes velocidades, es posible simular el efecto del enfriamiento de una lámina de compactación en caliente a diferentes velocidades.
- 5 Los tejidos usados estaban formados de una serie de diferentes homopolímeros de polipropileno formados en fundido detallados en la Tabla 1 a continuación. El tipo de refuerzo indica el tipo de fibra a partir de la cual está trenzado el tejido.

10

Tabla 1

Polímero N°	1	2	3	4
Tipo de refuerzo	Haces de multifilamentos	Cinta fibrilada	Cinta plana	Cinta plana
Módulo de Young E (GPa)	9,5	10,9	6,2	6,8
Resistencia al fallo $\sigma_F$ (MPa)	453	350	370	422
Deformación hasta rotura $\epsilon_F$ (%)	12	6	16	16
Densidad $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	907	912	932	910
$P_n$	38.500	55.800	56.100	78.100
$P_m$	191.000	290.000	325.000	360.000

El  $P_m$  y  $P_n$  fueron medidos por Rapra Technology Limited, de Shropshire, RU. Los detalles de las pruebas son los siguientes:

- 15 Instrumento Waters 150CV  
 Columnas Plgel 2x de lecho B mixto, 30 cm x 10  $\mu$ m  
 Disolvente 1,2-diclorobenceno con antioxidante  
 Velocidad de flujo 1,0 ml/min (nominal)  
 Temperatura 140°C (nominal)
- 20 Detector Índice de refracción y presión diferencial  
 GPC Sistema calibrado con poliestireno

- Paños trenzados elaborados de cada uno de los polímeros anteriores se fundieron completamente calentando dos capas de paño en una presa caliente a 200°C. La presión aplicada fue de 2,8 MPa, aunque puesto que las muestras estaban completamente fundidas esto no era crítico. El enfriamiento se consiguió extrayendo la muestra y sumergiéndola en agua (templado) o en la presa caliente pasando un refrigerante a través de las pletinas calientes, después de cortar el calentamiento. Dependiendo de la velocidad de enfriamiento necesaria se usó como refrigerante el 100% de agua, o aire que contiene gotas de agua. En este ejemplo un enfriamiento rápido en la prensa significa una velocidad de enfriamiento de 20-30°C/min. La velocidad de enfriamiento más baja, 1-2°C/min, se consiguió simplemente cortando el calentamiento y dejando que el conjunto se enfriase al aire de forma natural.
- 25
- 30

- Las muestras enfriadas en la prensa se extrajeron de la prensa cuando la temperatura hubo descendido hasta 100°C, que está 20°C por debajo de la temperatura de cristalización medida por DSC. Por tanto, la velocidad de enfriamiento está determinada por el tiempo requerido para enfriar desde la temperatura de compactación hasta 100°C.
- 35

Propiedades físicas

Propiedades mecánicas

40

El comportamiento de tensión/deformación de las películas enfriadas anteriores se midió usando una máquina de ensayo de tracción servo-mecánica RDP Howden. Las pruebas de tracción sobre las láminas compactadas y las películas fundidas se llevaron a cabo siguiendo el ASTM D638 usando un espécimen moldeado en forma de pesa. Se usó una velocidad de deformación nominal de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  para todas las pruebas. La deformación de la muestra durante las pruebas se midió usando un extensómetro de vídeo Messphysik. Se probaron cinco muestras para cada material a una temperatura de  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  y una humedad relativa del  $35 \pm 5\%$ .

45

En la Figura 1 se muestran curvas de tensión-deformación típicas, para cada una de los cuatro polímeros de pruebas. Los resultados muestran que para los cuatro polímeros, las muestras templadas eran dúctiles y se estiraban de manera estable con la formación de una región de estrangulamiento estable. La deformación para estas muestras se midió a partir de la velocidad del travesaño, en lugar de directamente sobre la muestra, por si el estrangulamiento se formaba fuera de la región medida, la deformación en la región de medición realmente descendía. Los trazos de las muestras enfriadas y templadas se han desplazado una pequeña distancia a lo largo del eje X simplemente con el fin de presentar claramente cada trazo.

Para la muestra preparada usando enfriamiento rápido se observaron diferencias en el comportamiento. El polímero con el peso molecular más bajo (Polímero 1, Gráfica 1) mostraba una región inicial lineal, con una mayor pendiente comparada con la muestra templada - lo que indica un módulo de Young más elevado - un punto de deformación plástica, de nuevo superior al de la muestra templada, y la ruptura después de una elongación del 7-8%. Esta forma de comportamiento de tensión-deformación a menudo se denomina ruptura por estrangulamiento. Dos muestras de pesos moleculares intermedios (Polímeros 2 y 3, Gráficas 2 y 3) presentaban la formación de un estrangulamiento pero el estiramiento no se estabilizó y se produjo la ruptura a una deformación del ~25% (0,25). Sólo el Polímero 4 (Gráfica 4) con el peso molecular más elevado mostró un estrangulamiento estable después de la aplicación de la velocidad de enfriamiento rápida.

Todas las muestras preparadas por enfriamiento lento presentaron una ruptura por estrangulamiento o comportamiento frágil. Las deformaciones hasta rotura de las fibras originales estaban en su mayoría entre el 10% y el 20% (0,1 y 0,2): por tanto si la matriz falla por debajo de este valor entonces un compuesto compactado en caliente vería un fallo prematuro de la matriz antes de que la fase de refuerzo pueda alcanzar la capacidad de carga completa, dando lugar a una deslaminación prematura. Se observa que a la velocidad de enfriamiento más baja, ninguno de los polímeros alcanzó esta deformación hasta rotura deseada. En particular, el Polímero 1 de bajo peso molecular presentaba una rotura frágil a una tensión baja.

Es claro que la velocidad de enfriamiento del procedimiento de compactación en caliente es un parámetro clave del procedimiento, debido a que tiene un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas de la fase de matriz, probablemente debido a cambios en la cristalinidad. Los resultados anteriores demuestran que tanto el templado como el enfriamiento rápido mejoran la ductilidad de la matriz. Como se ha explicado anteriormente, cuanto mayor es la ductilidad de la fase de matriz (y por tanto mayor es su deformación hasta rotura) mejor, en muchas situaciones, especialmente aquellas en las que las propiedades de la lámina compactada en caliente están dominadas por la fase de matriz. Éstas incluyen la adhesión entre capas (o resistencia al desprendimiento) que depende principalmente de las propiedades de la matriz, la termoformabilidad donde se produce una cizalladura entre capas significativa (deslizamiento diferencial entre las capas), y propiedades de tracción normales.

Densidad

Las densidades de los materiales orientados originales y de las láminas compactadas se midieron usando una columna de densidad. La columna estaba compuesta de una mezcla de diglicidiléter e isopropanol para dar un intervalo de densidades de ~890 a ~930 kg/m³. Los resultados se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2

Polímero	Material y régimen de enfriamiento	Densidad (kg/m³)
1	Fibras originales	907
	Película fundida – templado	911
	Película fundida – enfriamiento lento	915
2	Fibras originales – (pañó D)	912
	Película fundida – templado	920
	Película fundida – enfriamiento lento	924
3	Fibras originales – (pañó E)	910
	Película fundida – templado	920
	Película fundida – enfriamiento lento	925

45

## Módulo

El módulo de Young se determinó en la región lineal inicial de la curva de tensión-deformación siguiendo las directrices del ASTM D638. Los resultados se muestran en la Tabla 3 a continuación.

5

Tabla 3

Polímero	Módulo de Young E (GPa)		
	Templado	Enfriamiento rápido	Enfriamiento lento
1	1,04 ± 0,02	1,85 ± 0,05	2,08 ± 0,13
2	1,00 ± 0,03	1,58 ± 0,06	1,71 ± 0,11
3	1,00 ± 0,09	1,24 ± 0,09	1,33 ± 0,01
4	0,95 ± 0,06	1,22 ± 0,10	1,37 ± 0,08

- Las Tablas 2 y 3 muestran la densidad y el módulo de Young de las diversas películas fundidas. Estas dos propiedades se pueden usar como una medida de la cristalinidad de las películas, puesto que se puede atribuir un incremento en cualquiera de los parámetros con un incremento en la cristalinidad. A medida que se incrementa la velocidad de enfriamiento, se reducen la densidad y el módulo de Young para cada tipo de polímero. Se cree que la causa de esto se debe a un descenso en la cristalinidad. Otro resultado es una mejora en la ductilidad.
- 15 La presente invención es beneficiosa en situaciones en las que es necesaria una ductilidad mejorada (o propiedades relacionadas tales como resistencia al desprendimiento). Es particularmente beneficioso para polímeros de menor  $P_m$ , por ejemplo, de un  $P_m$  de 250.000 o inferior, puesto que regímenes de enfriamiento lentos proporcionan productos muy frágiles, con dichos polímeros.

20 **Grupo de ejemplo B**

## Resistencia al desprendimiento

- Se prepararon muestras de láminas usando paños del Polímero 1, y se prepararon muestras de láminas adicionales usando paños del Polímero 4. En cada caso las muestras de láminas estaban compuestas de cuatro capas de paño, en una disposición de 0/90/90/0 (esto es, las capas medias son ortogonales a las capas exteriores), y las condiciones se seleccionaron para dar una microestructura de fibra orientada/matriz. De esta forma las capas centrales, donde tiene lugar el desprendimiento, tienen la misma orientación, pero en conjunto las muestras de láminas tienen propiedades equilibradas.
- 30 Se seleccionaron condiciones de compactación apropiadas para las muestras del Polímero 1 y el Polímero 4. Para el Polímero 1 éstas eran una temperatura de compactación de 182°C, una presión de compactación de 2,8 GPa, y un tiempo de permanencia de 5 minutos. Para el Polímero 4 éstas eran una temperatura de compactación de 192°C, una presión de compactación de 2,8 GPa, y un tiempo de permanencia de 5 minutos. Se consiguió un enfriamiento lento cortando el calentamiento y dejando que las pletinas de calentamiento, que contienen la muestra de las láminas, se enfriasen al aire (1-2°C/min). El enfriamiento rápido (35°C/min en este ejemplo) se consiguió pasando agua a través de las pletinas de calentamiento.
- 35 A continuación las muestras de las láminas se sometieron a pruebas para la resistencia al desprendimiento (adhesión entre capas). La prueba era el test T-Peel (ASTM D1876). Las muestras de prueba tenían 10 mm de ancho y 100 mm de largo y se probaron usando una velocidad del travesaño de 100 mm/min. La prueba se llevó a cabo paralela a la dirección de urdimbre. Para cada polímero se probaron tres muestras y los resultados se promediaron.
- 40

Los resultados se muestran en la Tabla 4 a continuación.

Tabla 4

Muestra	Régimen de enfriamiento	Resistencia media al desprendimiento (N/10 mm)
Polímero 1	Enfriamiento rápido	$2,75 \pm 0,66$
	Enfriamiento lento	$1,77 \pm 0,32$
Polímero 4	Enfriamiento rápido	$9,1 \pm 2,2$
	Enfriamiento lento	$9,5 \pm 2,5$

- 5 Se observa que los valores de resistencia al desprendimiento para el Polímero 4 son, como se esperaba, mayores que los valores para el Polímero 1. Los valores para el Polímero 4 son esencialmente idénticos para las muestras enfriadas rápida y lentamente. En contraste, las muestras del Polímero 1 enfriadas rápidamente presentan un valor de resistencia al desprendimiento muy superior al de las muestras enfriadas lentamente.



**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para la producción de un artículo monolítico a partir de un material de una lámina polimérica que comprende una fase de refuerzo de fibras de refuerzo y una fase de matriz formada de fibras de refuerzo fundidas, dicho artículo que consiste en un homopolímero o copolímero de polipropileno orientado que tiene un peso molecular medio en peso ( $P_m$ ) inferior o igual a 250.000, el procedimiento que comprende las etapas de someter el material de lámina a temperatura elevada y a presión suficiente para fundir una fracción del polímero y compactarlo, y a continuación enfriar la lámina compactada, caracterizado porque la lámina compactada se enfría a una temperatura inferior, que es una cantidad predeterminada por debajo de la temperatura de recristalización de las fibras, a una velocidad de enfriamiento acelerada de al menos 10°C por minuto, para así producir un artículo monolítico de ductilidad mejorada.  
5
2. Un procedimiento según la reivindicación 1 caracterizado porque la lámina compactada se enfría a una velocidad media de al menos 10°C por minuto, hasta 100°C.  
15
3. Un procedimiento según la reivindicación 2 caracterizado porque la lámina compactada se enfría a una velocidad media de al menos 30°C por minuto, hasta 100°C.
4. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la presión de compactación no supera los 10 MPa.  
20
5. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque las fibras son fibras formadas en fundido.
6. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde el peso molecular medio en peso ( $P_m$ ) de las fibras está en el intervalo de 100.000 a 250.000.  
25
7. Un procedimiento según la reivindicación 6 caracterizado porque el peso molecular medio en peso ( $P_m$ ) de las fibras está en el intervalo de 150.000 a 220.000.  
30
8. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la velocidad de enfriamiento acelerada está entre 10°C y 200°C por minuto.

Fig. 1.

