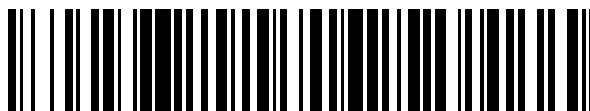


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 454 174**

51 Int. Cl.:

B29C 47/20 (2006.01)

B29C 47/88 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.10.2007 E 07825321 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.12.2013 EP 2089211**

54 Título: **Procedimiento y aparato para extrudir materiales con canales capilares**

30 Prioridad:

12.10.2006 GB 0620246

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.04.2014

73 Titular/es:

**CAMBRIDGE ENTERPRISE LIMITED (100.0%)
The Old Schools
Trinity Lane, Cambridge CB2 1TN , GB**

72 Inventor/es:

**MACKLEY, MALCOLM, R. y
HALLMARK, BART**

74 Agente/Representante:

AZNÁREZ URBIETA, Pablo

ES 2 454 174 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 y aparato para extrudir materiales con canales capilares

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a materiales procesables por extrusión que presentan una pluralidad de canales capilares que los atraviesan, así como a los aparatos y procedimientos para producir tales materiales. Los capilares pueden estar ocupados por gases, líquidos u otras fases. Los materiales pueden ser espumas anisótropas que tienen un gran volumen relativo de espacios vacíos.

Estado de la Técnica

10 Normalmente, la espuma polimérica convencional se procesa por extrusión, por ejemplo como se describe en Tuladhar, TR y Mackley, MR, "Experimental observations and modelling relating to foaming and bubble growth from pentane loaded polystyrene melts", Chemical Engineering Science, vol. 59 (24), 5997-6014, 2004. El producto resultante contiene un volumen relativo de espacios vacíos isotrópico aleatorio, que es intrínsecamente difícil de controlar y predecir.

15 Las películas o cintas termoplásticas con múltiples canales capilares paralelos anisótropos que se extienden a su través se conocen como películas microcapilares ("MCF" = microcapillary films). Las MCF y su producción se describen en el documento WO 2005/056272. Normalmente, las MCF presentan aproximadamente un 5-6% de volumen relativo de espacios vacíos, en base a análisis ópticos y según la geometría de matriz y el dispositivo inyector de aire.

20 Es deseable conseguir MCF que tengan un volumen relativo de espacios vacíos mucho mayor con el fin de proporcionar estructuras tipo espuma anisótropas con canales paralelos. Tales materiales ofrecen interesantes propiedades mecánicas y la posibilidad de nuevas aplicaciones. Los intentos anteriores de producir MCF con un gran volumen relativo de espacios vacíos mediante una inyección de gas aguas arriba han fracasado debido a la formación de burbujas en los capilares (Hallmark B, The Development of Microcapillary Films, PhD Thesis, Chapter 3, University of Cambridge, UK, 2005.)

25 Sumario de la invención

Según un aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para producir un producto extrudido que presenta una pluralidad de canales capilares que lo atraviesan, comprendiendo el procedimiento los siguientes pasos:

- 30 a) proporcionar un aparato de extrusión que comprende una extrusora con una entrada, una matriz que incluye un orificio de forma exterior predeterminada, una pluralidad de inyectores de fluido que presentan, cada uno, un cuerpo que incluye un conducto interno para el flujo de fluidos y que comprenden además, cada uno, una salida del conducto interno en un extremo de salida, estando el extremo de salida de cada inyector dispuesto según un patrón predeterminado esencialmente dentro del orificio de la matriz y estando el conducto de cada inyector conectado de manera que permite el paso de fluidos a una fuente de fluido;
- 35 b) alimentar material apto para la extrusión a la extrusora a través de la entrada;
- c) forzar el material apto para la extrusión hacia la matriz y a través del orificio en la matriz para conseguir un producto de extrusión con una forma exterior predeterminada;
- 40 d) utilizar los inyectores para permitir que el fluido pase desde la fuente de fluido a través del conducto y sea incluido en el producto de extrusión con el fin de formar capilares, de manera que el producto de extrusión incluye capilares llenos de fluido a lo largo del mismo según el patrón predeterminado; y caracterizado por
- e) un enfriamiento brusco del producto de extrusión cuando éste sale de la matriz.

Se ha descubierto que mediante un enfriamiento brusco y rápido del producto de extrusión es posible obtener MCF estables con un gran volumen relativo de espacios vacíos. Puede obtenerse un producto con un volumen relativo de espacios vacíos de hasta aproximadamente un 30% utilizando una inclusión de aire o de otro fluido a presión ambiente; también se ha descubierto que es posible producir fácilmente un producto extrudido con un volumen relativo de espacios vacíos superior a aproximadamente un 30% inyectando fluido a presión a través de los inyectores. El proceso elimina los problemas de formación de burbujas en los capilares cuando se utiliza una fuente de fluido a presión. Se ha descubierto que, utilizando el proceso, es posible formar de manera controlable materiales alveolares termoplásticos anisótropos con un volumen relativo de espacios vacíos de hasta un 60%, y se cree que

50 será posible obtener un producto extrudido anisótropo con un volumen relativo de espacios vacíos aun mayor, de hasta un 80% o un 90%.

Se entenderá que "enfriamiento brusco del producto de extrusión cuando éste sale de la matriz" debe interpretarse en sentido práctico, dado que, en la práctica, existirá siempre una distancia finita entre la salida de la matriz y el punto donde el producto de extrusión se ha enfriado lo suficiente como para resistir la deformación mecánica. El

5 concepto "salida de la matriz" significa el primer lugar en el que los límites externos del producto de extrusión dejan de estar encerrados por la matriz. Preferentemente el enfriamiento se aplica al producto de extrusión a una distancia de la salida de la matriz inferior a aproximadamente 3 mm, preferentemente inferior a 2 mm y con especial preferencia a aproximadamente 1 mm o menos. Así, preferentemente la longitud de extracción de la masa fundida (distancia desde la salida de la matriz hasta el punto de enfriamiento brusco) sea lo más cercana a cero prácticamente posible. En esta realización, el enfriamiento brusco se logra mediante uno o más chorros de fluido, en particular chorros de aire a alta velocidad, que se dirigen directamente al producto de extrusión cerca de la salida de la matriz.

10 En una realización de la invención, la fuente de fluido es un suministro de gas comprimido regulado, en particular un suministro de aire a presión, que puede proporcionar una corriente de gas a presión a los inyectores de fluido. Los inyectores de fluido comprenden cuerpos huecos a cuyo través puede pasar un fluido, por ejemplo agujas. En las condiciones de extrusión de MCF convencionales, los inyectores son dispositivos pasivos que incluyen el aire de forma natural a la presión atmosférica. El efecto de utilizar gas a presión es inflar los capilares.

15 Normalmente, la película sometida a enfriamiento brusco se hace pasar a través de un par de rodillos prensadores y luego se bobina. Se ha descubierto que la presión de este proceso puede ser lo suficientemente alta como para destruir los capilares formados en un proceso de MCF convencional.

20 Entre las aplicaciones potenciales para el producto extrudido se incluyen: electroforesis capilar, por ejemplo para análisis de ADN, transferencia de calor, transporte de fluidos, microrreactores, aplicaciones biomédicas, encapsulación de líquidos, aplicaciones ópticas, productos alimenticios y aplicaciones de matriz porosa. Tales aplicaciones se describen en el documento WO 2005/056272 y el documento US nº de serie 10/582.465. Entre otros ejemplos no limitativos de aplicaciones para el producto alveolar anisótropo se incluyen el uso como conducto alimentario, farmacológico o de gas, por ejemplo pajitas, aplicaciones intra-corporales, o como accionadores neumáticos o hidráulicos con movimiento 'a prueba de chispas'. Otras aplicaciones potenciales incluyen aplicaciones de teledetección, tales como conductos para la detección de sustancias químicas, fármacos o contaminantes, y conductos de presión para medir presiones en diferentes puntos de un sistema o vehículo. Para su uso en las aplicaciones, el producto puede tener múltiples canales o puede cortarse para producir una pluralidad de productos de un solo canal.

30 Una consecuencia importante de la capacidad de fabricar cintas de espuma anisótropa es la posibilidad de obtener un monolito de espuma anisótropa termo-fusionando junto a una pila de cintas de espuma anisótropa. En una realización alternativa puede utilizarse una disposición bidimensional de inyectores para crear un monolito de espuma mediante extrusión directa. Se espera que tal material tenga propiedades mecánicas excepcionales que pueden adaptarse a aplicaciones concretas.

35 Preferentemente, el orificio de la matriz es esencialmente rectangular, de modo que la forma exterior resultante del producto extrudido es esencialmente rectangular. Preferentemente las dimensiones del orificio rectangular son tales que el producto extrudido constituye una lámina, una película o una cinta. El orificio rectangular tiene preferentemente un lado largo de una longitud al menos 5 veces mayor que el lado corto. Preferentemente la proporción es superior a 10, ya que esto puede permitir una mayor facilidad de flexión de la película. Debe entenderse que el orificio puede tener otra forma adecuada, incluyendo de corona. Se ha observado que con una matriz no circular, por ejemplo una matriz rectangular, pueden producirse efectos de borde que cambian la forma de los capilares en o cerca del borde de la película. Tales efectos de borde pueden evitarse mediante el uso de una matriz anular, que es en realidad una película continua sin bordes. Una matriz anular puede permitir la producción de un producto extrudido tubular, por ejemplo un tubo cilíndrico, con una mayor uniformidad en cuanto al tamaño y la forma de los capilares.

45 Mediante el enfriamiento brusco del producto de extrusión cuando éste sale de la matriz es posible fijar la forma en sección transversal del producto extrudido de manera que sea esencialmente igual a la forma interna del orificio de la matriz. Por ejemplo, el producto extrudido puede comprender un tubo con una sección transversal circular, ovalada, cuadrada, rectangular, triangular u otra forma poligonal, y con perforaciones paralelas o canales paralelos dentro de la o las paredes del tubo.

50 Por simplicidad, a continuación se describe el aparato con referencia a la realización preferente, en la que la matriz tiene un orificio esencialmente rectangular en el que se halla una disposición de salidas de aguja dispuestas en una línea esencialmente paralela al lado largo del rectángulo y situada esencialmente en el centro de los lados cortos del orificio. Esto produce una película extrudida con una pluralidad de perforaciones o canales capilares a lo largo de la misma. Debe entenderse que pueden emplearse diferentes disposiciones y diferentes formas de orificio.

Breve descripción de las figuras

55 A continuación se describe la invención más detalladamente, sólo a modo de ejemplo, con referencia a las siguientes figuras, en las que:

- Figura 1: un diagrama esquemático de un aparato de extrusión de acuerdo con un aspecto de la presente invención;
- Figura 2: una sección transversal esquemática de una primera realización de la matriz de la Figura 1;
- Figura 3: vista esquemática inferior de la matriz de la Figura 1;
- 5 Figura 4: diagrama esquemático que muestra parte de la matriz de una segunda realización de la Figura 1 y su disposición de inyectores;
- Figura 5: gráfico de la variación de la anchura de película y el espesor de película con la velocidad de extracción;
- Figuras 6 y 7: materiales extrudidos producidos bajo diversas condiciones experimentales;
- 10 Figura 8: vista en planta de parte del aparato de la Figura 1, sin enfriamiento por chorro de aire; y
- Figura 9: muestra parte de una instalación experimental de acuerdo con una realización de la invención.

Descripción detallada

15 La Figura 1 muestra un aparato de extrusión 1 para crear un producto extrudido 2 con canales capilares a lo largo del mismo. El aparato de extrusión comprende una extrusora de husillo 4 accionada por un motor 6. Se alimenta material apto para la extrusión 8 al husillo de la extrusora 4 desde una tolva 10. Al pasar el material apto para la extrusión a través del husillo de la extrusora 4, el material se funde y forma una masa fundida 24 (Figura 4). El husillo de la extrusora 4 alimenta la masa fundida a una bomba de engranajes 12, que mantiene un flujo esencialmente constante de masa fundida hacia una matriz 14. La bomba de engranajes 12 está conectada al

20 husillo de la extrusora 4 mediante una brida 16, que incluye un filtro de tamizado para eliminar impurezas de la corriente en masa fundida. El motor 6 se controla empleando un enlace de retroalimentación de presión 18 entre la entrada de la bomba de engranajes y el motor 6.

La masa fundida 24 pasa a la matriz 14 a través de un barril de extrusora 20, que está conectado a la bomba de engranajes mediante una brida 22. Para controlar la temperatura en diferentes etapas en el aparato de extrusión 1 se utilizan calentadores de cinta 26. Los calentadores de cinta 26 pueden situarse dentro de la extrusora, en las

25 bridas 16, 22, en la bomba de engranajes 12, en el barril de extrusora 20 y también en la matriz 14. En figuras posteriores se mostrarán más detalladamente ejemplos de realizaciones de la matriz 14.

La masa fundida pasa a través de la matriz 14 y adquiere la forma y la sección transversal deseadas. Al salir la masa fundida de la matriz se convierte en un producto de extrusión 28 (Figura 4).

30 La Figura 2 muestra una sección transversal esquemática de una realización de la matriz 14 de la Figura 1. La matriz incluye una parte de entrada 32, una parte convergente 34 y un orificio 36, que tiene una forma interior predeterminada. La masa fundida entra por la parte de entrada 32 de la matriz 14 y es conformada gradualmente por la parte convergente 34 hasta que sale por el orificio 36.

La matriz 14 incluye además inyectores, que en este ejemplo comprenden agujas 38 (sólo se muestra una de ellas en esta figura) situadas en los mismos. Cada aguja 38 tiene un cuerpo 40 con un conducto 42 en su interior que está conectado de manera que permite el paso de fluidos a una fuente de fluido 44 mediante un segundo conducto 43 que atraviesa una pared de la matriz 14, alrededor del cual la masa fundida debe fluir para pasar por el orificio 36. La aguja 38 incluye además una salida 46 en un extremo 48 de la aguja 38. La aguja 38 está dispuesta de manera que la salida 46 está dentro del orificio 36. En esta realización, la fuente de fluido 44 es una fuente de aire comprimido.

35 Sin embargo, pueden usarse otros fluidos. La fuente de fluido podría comprender, por ejemplo, otro gas comprimido, un líquido, un sol o una suspensión, o la fuente de fluido 44 podría estar abierta a la atmósfera para permitir la entrada de aire ambiental.

40

La Figura 3 muestra una vista esquemática de la matriz 14 desde abajo. El orificio 36 tiene una forma exterior rectangular, un lado corto 50 esencialmente paralelo a un eje corto 51 y un lado largo 52 esencialmente paralelo a un eje largo 53. La matriz 14 está diseñada de modo que el flujo entrante, que está contenido en un conducto circular, se altera de forma que pueda pasar a través del orificio 36 de la matriz 14. La matriz 14 debe efectuar este cambio geométrico, y ahora esto se logra empleando una matriz convergente 14.

45

La matriz 14 está diseñada también de manera que el flujo sobre la disposición de agujas 38 es esencialmente uniforme. Un flujo de masa fundida uniforme alrededor de las agujas 38 facilita la creación de un producto de extrusión 28 bien formado. Sin embargo, si el flujo es desigual, la masa fundida se dirigirá preferentemente a lo largo del camino de menor resistencia. El resultado es un producto de extrusión 28 deformado, que también puede resultar en deformaciones irregulares de estiramiento.

50

En este ejemplo, la matriz incluye diez agujas 38 con las salidas 46 distribuidas de manera esencialmente uniforme a lo largo del eje largo 53 dentro del orificio y esencialmente centradas en el orificio a lo largo del eje corto 51. En este ejemplo, el lado corto del orificio de la matriz tiene una dimensión de 1,5 mm, el lado largo tiene una dimensión de 18 mm y las agujas tienen un diámetro exterior de 0,5 mm y una perforación interior de 0,3 mm.

55

En este ejemplo se suministra aire comprimido desde la fuente de fluido 44 al segundo conducto 43 a través de un conducto de suministro 3 con una válvula de aislamiento de control manual 5. El segundo conducto 43 tiene una válvula reguladora de flujo másico que puede utilizarse para regular el volumen de gas que pasa a través de las agujas 38. Para medir la presión de gas alimentada a las agujas 38 se emplea un sensor de presión P.

5 El conducto de suministro 3 está conectado de forma fluida a líneas de chorro de aire 15 a través de una válvula de
 10 aguja de control manual 7. Las líneas de chorro de aire 15 están dispuestas para dirigir chorros de aire a alta
 velocidad, a través de unas toberas de chorro de aire 11, al producto de extrusión 28 cuando éste sale del orificio 36
 de la matriz, enfriando así brusca y rápidamente el producto de extrusión 28 para formar el producto extrudido 2.
 Para medir la temperatura y la presión de las líneas de chorro de aire 15 pueden utilizarse un sensor de temperatura
 T y un sensor de presión P.

En la realización de la matriz 14 mostrada en la Figura 4, el segundo conducto 43 está conectado a los inyectores 38
 a través de una cámara de distribución 45 situada dentro de la matriz 14. El extremo de cada inyector 38 está
 situado esencialmente a la misma altura que el orificio de la matriz, con el fin de minimizar la distancia entre el
 producto de extrusión 28 que pasa más allá de los inyectores 38 y es enfriado bruscamente por los chorros de aire.
 15 Esta disposición de matriz (con 19 inyectores) se empleó en el trabajo experimental abajo descrito.

La banda de producto extrudido enfriada bruscamente 2 es sostenida por un par de rodillos prensadores 30, que
 pueden someterse a presión para conseguir un agarre firme. Esto permite a los rodillos prensadores 30 mantener
 una buena tensión de arrastre. Dado que los rodillos prensadores 30 no están manejando un producto de extrusión
 28 fácilmente deformable, se pueden utilizar presiones mucho mayores que en un proceso de MCF convencional. Es
 20 posible enfriar los rodillos prensadores 30, pero esto no es esencial, dado que cerca de la salida de la matriz se ha
 realizado un enfriamiento brusco y rápido por aire. Una vez que ha pasado por los rodillos prensadores 30, el
 producto extrudido se bobina sobre un carrete 31, en este ejemplo a través de uno o más rodillos guía 29,
 pudiéndose calentar opcionalmente cada uno o cualquiera de estos últimos.

Una diferencia clave entre el proceso de la presente invención y los procesos de MCF correspondientes al estado
 actual de la técnica está ilustrada en la Figura 8, en la que se muestra el producto de extrusión plástico 28 sin
 enfriamiento por chorro de aire, sometiéndose a un enfriamiento brusco en unos rodillos prensadores 30 enfriados.
 Se reduce la anchura de la película y el volumen relativo de espacios vacíos es relativamente bajo, en general de
 aproximadamente un 5-6%. Si se intenta aumentar el volumen relativo de espacios vacíos inyectando gas a presión
 a través de los inyectores 38, se forman burbujas en el producto de extrusión. La longitud de extracción de la masa
 fundida L1 (la distancia desde la salida de la matriz hasta el enfriamiento brusco del producto de extrusión) es en
 general de hasta aproximadamente 15 cm. En el método de la presente invención, el producto de extrusión se enfría
 de forma brusca tan rápidamente como sea factible después de abandonar la salida de la matriz. La longitud de
 extracción de la masa fundida L2 es preferentemente inferior a 3 mm, en particular de 2 mm o menos. Es
 especialmente preferente que la longitud de extracción de la masa fundida sea inferior a aproximadamente 1 mm. Se
 35 entiende que las distancias L1 y L2 ilustradas se indican sólo a modo de ejemplo para contrastar y que la Figura 8
 no está necesariamente a escala.

El proceso permite la producción controlada de productos extrudidos con un gran volumen relativo de espacios
 vacíos, incluyendo nuevos materiales alveolares anisótropos.

Resultados experimentales

40 Se utilizó el aparato de la Figura 1 para preparar MCF con un gran volumen relativo de espacios vacíos. El proceso
 para un gran volumen relativo de espacios vacíos mantiene todo el equipo empleado para producir las MCF
 correspondientes al estado actual de la técnica, tal como se describe en el documento WO 2005/056272, pero
 añade dos ítems adicionales. En primer lugar se añadió directamente en la salida de la matriz un enfriamiento
 brusco por aire a alta velocidad en forma de dos chorros de aire opuestos y, en segundo lugar, se acopló a la
 45 disposición de inyectores un suministro de gas regulado, de manera que era posible introducir en el polímero dentro
 de la matriz un suministro de gas altamente controlado. El aire para estas dos operaciones se suministró desde una
 tubería de aire comprimido a aproximadamente 6,5 barg. Se vigilaron la presión y la temperatura del gas que fluía
 hacia el enfriamiento brusco, así como el caudal volumétrico y la presión del gas que entraba en los inyectores. La
 matriz experimental 14, las líneas de chorro de aire 15 y las toberas de chorro de aire 11 se muestran en la Figura 9.

50 Se realizaron experimentos utilizando un polietileno lineal de baja densidad de grado comercial (LLDPE NG5056G)
 fabricado por Dow Chemical Company Inc. Antes de empezar el trabajo experimental, se calentó la extrusora a
 175°C y la línea de extrusión (las restantes tuberías auxiliares, las bombas y la matriz) a 165°C. Una vez alcanzadas
 estas temperaturas, se ajustó la extrusora para funcionar con un caudal volumétrico de aproximadamente $2 \cdot 10^{-7}$
 m^3/s . Esto corresponde a una velocidad de salida de la matriz de aproximadamente 7 mm/s.

55 En todo momento durante los experimentos se utilizó el flujo de gas a alta velocidad para enfriar bruscamente el
 polímero en cuanto éste salía de la matriz de extrusión. Las dos toberas de enfriamiento brusco por gas 11 estaban
 situadas 10 mm por encima y por debajo de la salida de la matriz, alineadas con la línea central de la salida de la

matriz. Estos chorros de enfriamiento brusco pueden observarse en la Figura 9. Se midió la presión y la temperatura del gas justo antes de salir los chorros; estas mediciones pudieron utilizarse junto con el conocimiento de las condiciones de remanso del suministro de gas para calcular la velocidad del gas cerca de la salida del tubo de enfriamiento brusco. En el curso de los experimentos, la velocidad del gas que salía en los chorros de enfriamiento brusco fue del orden de 50 m/s. En general, la temperatura y la presión de remanso fueron de aproximadamente 25°C y 6,3 barg respectivamente. Las condiciones de flujo normales eran de alrededor de 22°C y 0,4 barg.

5

Se realizaron siete series de experimentos para determinar los efectos de los parámetros de proceso específicos en el volumen relativo de espacios vacíos del producto; estos parámetros eran la temperatura de la matriz, la velocidad de arrastre y el caudal de gas hacia los inyectores. En la Tabla 1 se muestran los detalles de cada serie de experimentos.

10

Dependiendo de la estabilidad del producto, se tomaron para cada serie de experimentos alrededor de 6 a 8 muestras de producto con diferentes incrementos del parámetro de proceso que se estuviera investigando.

A continuación se cortó cada muestra con una hoja de afeitar, exponiendo la estructura capilar y se observó empleando una cámara CCD con una lente de gran aumento. Las imágenes de cada sección transversal se capturaron en un PC y luego se analizaron para realizar una estimación del volumen relativo de espacios vacíos presente dentro de la película.

15

Tabla 1

Experimento	Descripción
A	Temperatura de la matriz 165°C, extracción constante a 0,5 m/min, estudio del efecto de un aumento del caudal de gas del inyector en la estabilidad y morfología del producto. Intervalo de caudal de gas entre 0 cm ³ /min y 600 cm ³ /min.
B	Temperatura de la matriz 165°C, inclusión de gas natural (condiciones de proceso de MCF convencional incluyendo un enfriamiento rápido por gas). Estudio del efecto de un aumento de la velocidad de extracción en la estabilidad y morfología del producto. Velocidades de extracción entre 0,5 m/min y 0,9 m/min.
C	Repetición del experimento B
D	Temperatura de la matriz 185°C, inclusión de gas natural (condiciones de proceso de MCF convencional incluyendo un enfriamiento rápido por gas). Estudio del efecto de un aumento de la velocidad de extracción en la estabilidad y morfología del producto. Velocidades de extracción entre 0,8 m/min y 1,8 m/min.
E	Temperatura de la matriz 185°C, caudal de gas de inyector ajustado a 220 cm ³ /min. Estudio del efecto de un aumento de la velocidad de extracción en la estabilidad y morfología del producto. Velocidades de extracción entre 0,8 m/min y 1,8 m/min.
F	Temperatura de la matriz 185°C, caudal de gas de inyector ajustado a 370 cm ³ /min. Estudio del efecto de un aumento de la velocidad de extracción en la estabilidad y morfología del producto. Velocidades de extracción entre 0,8 m/min y 1,8 m/min.
G	Temperatura de la matriz 215°C, inclusión de gas natural (condiciones de proceso de MCF convencional incluyendo un enfriamiento rápido por gas). Estudio del efecto de un aumento de la velocidad de extracción en la estabilidad y morfología del producto. Velocidades de extracción entre 1,8 m/min y 15,2 m/min.

Resultados y discusión

20 *Experimento A*

El aumento del flujo de gas hacia los inyectores 38 tuvo dos efectos en el producto extrudido 2. Primero, con flujos de gas de entre 0 cm³/min (inclusión natural) y aproximadamente 300 cm³/min, el proceso era estable, obteniéndose productos con un volumen relativo de espacios vacíos creciente. Estos resultados se resumen en la Tabla 2.

Tabla 2 Efecto del flujo de gas en el volumen relativo de espacios vacíos y la estabilidad del proceso.

Experimento	Flujo de gas inyectado (cm ³ /min)	Presión de gas inyectado (barg)	Volumen relativo de espacios vacíos (%)	Notas
A1	0	0	15	Proceso estable
A2	210	0	20	Proceso estable
A3	340	0,03 (fluctuante)	22 (si estable)	Quasi- estable
A4	450 - 500	0,11 a 0,19		Inestable
A5	340 - 360	0,08 a 0,14		Inestable
A6	200	0,07		Inestable
A7	500	0		Estable

A8	580	0,04	Inestable
----	-----	------	-----------

En las Figuras 6A-6C se muestran fotografías de secciones del producto extrudido 2 para los Experimentos A1-A3 respectivamente.

5 Al aumentar el flujo de forma incremental desde cero, el proceso pasó de ser estable a ser inestable a flujos superiores a 340 cm³/min. La inestabilidad se manifestó en forma de una ruptura interna del producto, mostrada en la Figura 6E, y también en forma de fluctuaciones en el flujo de gas. La Figura 6E está tomada del Experimento A4. Aquí, las paredes intercapilares han cedido para producir básicamente un tubo hueco con ondulaciones longitudinales alrededor de su perímetro y a lo largo de su longitud. La anchura de la película es de aproximadamente 18 mm. Además, fue interesante observar que, mientras el proceso era estable, la presión de gas entrante en los inyectores de gas medida era cero, pero mientras el proceso era inestable se midió una presión positiva que variaba (en general) entre 10 y 150 milibar.

En la transición entre el estado estable y el inestable se formaron diversas secciones transversales interesantes; una de tales secciones transversales se muestra en la Figura 6D, del Experimento A6. Esta fotografía se tomó cerca de la transición de inestabilidad y la ruptura del producto extrudido.

15 Sin embargo, se descubrió que era posible mantener de forma estable (de vez en cuando) flujos entre 340 cm³/min y 500 cm³/min, si éstos se imponían rápidamente desde un flujo cero. Así pues, es preferible llevar el proceso desde un flujo cero hasta el máximo previsto con la mayor rapidez posible, en particular en menos de 5 segundos y preferentemente en 2 segundos o menos. Para un producto con 19 capilares, el flujo preferente está por tanto entre 0 y aproximadamente 26 cm³/min (500/19).

20 *Experimentos B y C*

Desde un punto de vista cualitativo, el efecto de aumentar la velocidad de extracción observado en el producto fue un aumento del volumen relativo de espacios vacíos dentro del mismo. Aquí no se presentan mediciones cuantitativas, dado que la presión del rodillo de arrastre era demasiado grande para las películas y, por consiguiente, algunos de los capilares se habían reducido de tamaño considerablemente, invalidando así las mediciones comparativas del volumen relativo de espacios vacíos.

30 Sin embargo, durante estos experimentos se observaron varios otros fenómenos. El primero fue que el aumento de la velocidad de extracción no tenía un gran efecto sobre las dimensiones externas del producto. Normalmente, el aumento de la velocidad de arrastre reduce las dimensiones de la película al estirarse ésta en su estado fundido entre la salida de la matriz y el rodillo de enfriamiento brusco. Sin embargo, gracias al enfriamiento brusco inmediato en la salida de la matriz, este estiramiento de la masa fundida no se producía de la misma manera. Se cree que el efecto neto del aumento de la velocidad de extracción es aumentar la fuerza de tracción del polímero en la salida de la matriz.

35 Sin embargo, se observó que la presión de la masa polimérica fundida (medida básicamente aguas arriba de la matriz de extrusión) se veía afectada por la velocidad de extracción, de manera que la presión de la masa fundida disminuía al aumentar la velocidad de extracción. Este efecto no se ha observado previamente con el proceso de MCF convencional. Sin ceñirse a una teoría particular, una posible explicación de este efecto es que el rápido enfriamiento brusco por gas provoca un fuerte gradiente de temperatura en el polímero a la salida de la matriz, lo que resulta en una viscosidad localmente mayor del polímero en esta zona comparada con la viscosidad del polímero dentro de la línea de extrusión. Por tanto, el aumento de la velocidad de extracción tiene el efecto neto de ser capaz de retirar a la fuerza más material de la región de salida de la matriz, lo que resulta en una aceleración del polímero dentro de la matriz de extrusión. En general, la mayor parte de la caída de presión dentro de la línea de extrusión se produce alrededor de la región de la salida de la matriz, de modo que si se está retirando material de esta área por medios distintos a la presión dentro de la línea de extrusión, la presión medida dentro de la línea de extrusión descenderá.

45 Otra observación fue con respecto a la calidad del producto en relación con la velocidad de extracción. A bajas velocidades de extracción (0,5 m/min) se lograba un acabado de alta calidad en el polímero. Sin embargo, a velocidades de arrastre mayores (alrededor de 0,8 m/min) la calidad del acabado se volvía muy 'rugosa' y desigual. Este efecto se ilustra en la Figura 7, donde el producto del proceso a baja velocidad de extracción se muestra a la izquierda (a) y el producto del proceso a mayor velocidad de extracción se muestra a la derecha (b). La temperatura de salida de la matriz era de 165°C. La anchura de la película es de aproximadamente 18 mm en cada fotografía.

Experimentos D, E y F.

En estos experimentos se estudió el efecto de la velocidad de extracción y el flujo de gas inyectado en el producto final. Para estos tres experimentos, la temperatura de salida de la matriz se aumentó en 20°C, hasta 185°C. El propósito era retrasar la aparición del tipo desigual de producto ilustrado en la Figura 7(b); esta medida tuvo éxito y

la calidad del producto a 0,8 m/min era semejante a la mostrada en la Figura 7(a), apareciendo una desigualdad sólo a velocidades de extracción de alrededor de 1,1 m/min y presentándose una desigualdad grave semejante a la mostrada en la Figura 7(b) alrededor de los 1,8 m/min.

5 El efecto de aumentar tanto el flujo de gas inyectado como la velocidad de extracción fue un aumento en el volumen relativo de espacios vacíos del producto final. Esto se resume en la Tabla 3.

Tabla 3 Resumen de resultados de experimentos D, E y F

Exp.	Flujo gas inyectado (cm ³ /min)	Presión de gas inyectado (barg)	Velocidad extracción (m/min)	Volumen relativo espacios vacíos (%)	Presión masa fundida (psig)	Anchura (mm)	Espesor (mm)	Notas
D1	0	0	0,8	20	640	17,03	0,85	
D2	0	0	0,9	16	600	16,64	0,78	<i>Capilares aplastados por rodillos – 16% no significativo</i>
D3	0	0	1,1	28	580-600	16,40	0,69	<i>Aparición de desigualdad</i>
E1	210	0	0,8	19	620	17,09	0,88	
E2	210	0	0,9	26	590-600	17,00	0,78	
F1	370	0,01	0,8	26	600	17,00	0,93	
F2	370	0,01	0,9	28	590-600	16,75	0,75	
F3	370	0	1,1	35	580-590	16,76	0,72	<i>Aparición de desigualdad</i>

- 5 Además del volumen relativo de espacios vacíos creciente, como función tanto del flujo de gas como de la velocidad de extracción, en estos datos pueden observarse otras cuestiones interesantes. En primer lugar, el proceso permaneció estable de principio a fin en relación al mantenimiento de los capilares, sin ruptura. En segundo lugar, puede verse en los datos de la tabla que el aumento de la velocidad de extracción disminuía la presión de extrusión, como se había observado en los experimentos B y C. Por último, nuevamente de forma similar a los experimentos B y C, el aumento de la velocidad de extracción tuvo sólo un efecto de poca importancia en las dimensiones externas de las películas. En la Figura 5 se muestra una representación gráfica de la variación en la anchura de la película y el espesor de la película con la velocidad de extracción.

Experimento G

- 15 En el último experimento se estudió el efecto de la velocidad de extracción sobre el volumen relativo de espacios vacíos y la calidad del producto a una temperatura de la matriz elevada, de 215°C. El experimento se realizó en condiciones de inclusión de aire natural a través de los inyectores 38.

Como era de esperar por los resultados anteriores, se descubrió que el aumento de la velocidad de extracción tenía como resultado un aumento de la cantidad de volumen relativo de espacios vacíos dentro de la película; en la Tabla 4 se muestran dos ejemplos.

20 **Tabla 4 Resultados seleccionados del experimento G**

Experimento	Velocidad de extracción (m/min)	Volumen relativo de espacios vacíos (%)	Notas
G1	1,8	14	Producto liso, sin defectos
G5	7,6	27	Producto liso, sin defectos

Sin embargo, la observación que más llamaba la atención en esta serie de experimentos concernía a la estabilidad del proceso en cuanto a la resonancia de estiramiento.

- 25 La resonancia de estiramiento es una inestabilidad que aparece en procesos de hilado de fibras y moldeado de películas por colada. Si definimos una 'razón de estiramiento' como la razón de las velocidades (medias) entre el polímero que sale de la matriz y la velocidad con la que es evacuado, después del enfriamiento brusco, en su estado sólido, vemos que esta cantidad está relacionada con la cantidad de estiramiento que el polímero experimenta en su estado fundido.

Si se intenta estirar el polímero excesivamente, aparece la inestabilidad de 'resonancia de estiramiento'. Ésta adopta la forma de oscilaciones periódicas en la anchura y el espesor de la película. El periodo de oscilación está relacionado con la distancia de enfriamiento brusco (distancia entre la salida de la matriz y el enfriamiento brusco) y la amplitud está relacionada con la razón de estiramiento. Puede demostrarse matemáticamente que, para un fluido newtoniano, la resonancia de estiramiento aparecerá con una razón de estiramiento de 20,2. Existen diversas maneras en que pueden combinarse la viscoelasticidad, el enfriamiento brusco rápido y otros métodos para retrasar ligeramente la aparición de esta inestabilidad. Sin embargo, en general, representa el límite superior de producción en el sistema de moldeado de películas por colada/hilado de fibras.

- 5
- 10 No se observó resonancia de estiramiento en ningún momento. A la mayor velocidad de extracción alcanzable con la maquinaria existente (15,2 m/min), el proceso era estable. Sin embargo, se observó que, debido al efecto de enfriamiento de los chorros de enfriamiento brusco, la velocidad del polímero que salía de la matriz parecía ser prácticamente similar a la velocidad de extracción. Además, parecía que el polímero era extraído a la fuerza de la salida de la matriz de extrusión, con una consiguiente aceleración del polímero dentro de la matriz de extrusión y una caída de presión en la línea de extrusión.
- 15 La elevada temperatura de la matriz eliminó cualquier forma observable de la desigualdad del producto arriba mencionada. Además, debido a la menor viscosidad del polímero dentro de la matriz, existía cierto efecto de estiramiento en cuanto a dimensiones externas de la película, que disminuía con el aumento de la velocidad de arrastre; este efecto era aún considerablemente menor que los efectos similares en el proceso de MCF convencional.

20 **Tabla 5 Variación de la anchura y el espesor del producto con la velocidad de extracción del experimento G**

Experimento	Velocidad de extracción (m/min)	Anchura de producto de extrusión (mm)	Espesor de producto de extrusión (mm)
G1	1,8	13,24	0,51
G2	3,0	11,65	0,34
G3	4,6	11,54	0,28
G4	6,1	10,67	0,19
G5	7,6	10,03	0,17
G6	9,1	10,22	0,15
G7	10,6	9,6	0,10

Una fotografía de la sección transversal de la película del experimento G5 demuestra también que las mayores velocidades de extracción empleadas tuvieron como resultado un margen de formas y tamaños de capilares; esto se muestra en la Figura 6F. La anchura de la película es de aproximadamente 10 mm.

- 25 Cierta trabajo experimental realizado empleando un plastómero de poliolefina (Dow Affinity 1880) ha sugerido que la variación de los parámetros de proceso perfilada utilizando LLDPE tiene efectos similares. Una diferencia clave es que parece ser más fácil producir grandes volúmenes relativos de espacios vacíos, pero también más fácil inducir la inestabilidad de ruptura mostrada en la Figura 6E. En general, se logró una extrusión estable y exitosa de producto con un gran volumen relativo de espacios vacíos con flujos de gas inyectado de alrededor de 90 cm³/min, pero se observó inestabilidad con flujos de gas inyectado por encima de aproximadamente 100 cm³/min a 150 cm³/min.
- 30

Las Figuras 6G y 6H muestran productos extrudidos producidos empleando el plastómero Dow Affinity 1880, extrudido a una temperatura de la matriz de 175°C y con un flujo de gas constante de 80 cm³/min. Al lado de cada película se ha colocado una escala graduada en mm. El producto mostrado en la Figura 6G tiene un volumen relativo de espacios vacíos de aproximadamente un 40% y se produjo con una velocidad de extracción menor (alrededor de 0,8 m/min o mayor) y el producto mostrado en la Figura 6H tiene un volumen relativo de espacios vacíos de aproximadamente un 60% y se produjo con velocidades de extracción mayores, entre aproximadamente 1 y 3 m/min.

35

Entre las aplicaciones para estos nuevos productos con un gran volumen relativo de espacios vacíos, incluyendo las espumas anisótropas, se incluyen nuevos conductos para alimentos, fármacos o gas, tales como pajitas, que pueden tener múltiples capilares. Una característica particularmente útil es su capacidad para soportar la curvatura en una dirección sin que se produzca un colapso de los capilares huecos.

40

Existen varios factores que influyen en el volumen relativo de espacios vacíos del producto final. Éstos pueden resumirse de la siguiente manera:

- 45
- El aumento de la velocidad de extracción aumentará el volumen relativo de espacios vacíos del producto final.
 - El aumento del flujo de gas inyectado aumentará el volumen relativo de espacios vacíos del producto final.
 - El aumento del flujo de gas inyectado por encima de un umbral crítico tendrá como resultado una inestabilidad del producto y la ruptura de las paredes intercapilares.

- El umbral crítico donde se producen la inestabilidad del producto y la ruptura puede deducirse de la presión de inyección de gas. En el estado estable, ésta es cero (dentro de los límites de la sensibilidad del equipo, o menos de 10 milibar). El estado inestable se observó con presiones de inyección de gas por encima de alrededor de 40 milibar, siendo en general esta presión fluctuante
- 5
- El producto que contenía las paredes intercapilares rotas era realmente un tubo con ondulaciones en la pared interna que se extendían a lo largo del mismo.

10 En las series de experimentos con LLDPE se observaron volúmenes relativos de espacios vacíos entre un 17% y aproximadamente un 35%. En experimentos con el plastómero Affinity se observaron volúmenes relativos de espacios vacíos de hasta un 60%. También se han realizado con éxito experimentos con un grado de extrusión de poli(vinilalcohol) (PVA) (Depart PVA C10-40).

Además de estas observaciones, también surgieron algunas características de proceso poco comunes. Éstas pueden resumirse de la siguiente manera:

- El aumento de la velocidad de extracción tiene sólo un pequeño efecto en la anchura y el espesor del producto.
 - Una velocidad de extracción 'alta' para unas temperaturas de matriz 'moderadas' (165°C a 185°C) puede llevar a un producto desigual.
 - Una velocidad de extracción 'alta' para unas temperaturas de matriz 'altas' (215°C) puede alcanzarse sin inestabilidad de resonancia de estiramiento.
 - El aumento de la velocidad de extracción tiende a disminuir la presión del polímero dentro de la línea de extrusión.
- 15
- 20 Ajustando las condiciones del proceso es posible formar un producto extrudido con un gran volumen relativo de espacios vacíos. Los espacios vacíos pueden llenarse con una segunda fase, por ejemplo aire o cualquier otro tipo de fase. La relación de área superficial con respecto a volumen puede 'adaptarse' para aplicaciones específicas, y es posible obtener un producto que sea resistente y pueda aguantar cargas de tracción y que soporte sin fracturarse una curvatura que dañaría un tubo de una sola perforación.
- 25 Los artículos "un", "una", "el" y "la" aquí utilizados significan "como mínimo uno" o "como mínimo una", a no ser que el contexto requiera otra cosa.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir un producto de película extrudido que presenta una pluralidad de canales capilares que lo atraviesan, comprendiendo el procedimiento los pasos de:
 - 5 a) proporcionar un aparato de extrusión que comprende una extrusora con una entrada, una matriz que incluye un orificio de forma exterior predeterminada, una pluralidad de inyectores de fluido que presentan, cada uno, un cuerpo que incluye un conducto interno para el flujo de fluidos y que comprenden además, cada uno, una salida del conducto interno en un extremo de salida, estando el extremo de salida de cada inyector dispuesto según un patrón predeterminado esencialmente dentro del orificio de la matriz y estando el conducto de cada inyector conectado de manera que permite el paso de fluidos a una fuente de fluido;
 - 10 b) alimentar material apto para la extrusión a la extrusora a través de la entrada;
 - c) forzar el material apto para la extrusión hacia la matriz y a través del orificio en la matriz para producir una película extrudida con la forma exterior predeterminada;
 - 15 d) utilizar los inyectores para permitir que el fluido pase desde la fuente de fluido a través del conducto y sea incluido en el producto de película extrudido con el fin de formar capilares, de manera que la película extrudida incluye capilares llenos de fluido a lo largo de la misma según el patrón predeterminado;
- 20 e) caracterizado por un enfriamiento brusco de la película extrudida cuando ésta sale de la matriz aplicando como mínimo un chorro de fluido a presión a la película extrudida en un lugar como máximo a 3 mm del orificio de la matriz.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el enfriamiento brusco se logra aplicando chorros de aire a presión a la película extrudida.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, caracterizado porque el o cada chorro se aplica al producto de extrusión en un punto como máximo a 2 mm del orificio de la matriz.
- 25 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la fuente de fluido es una fuente de fluido a presión.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el fluido a presión es aire comprimido.
6. Procedimiento según la reivindicación 4 o la reivindicación 5, caracterizado porque el fluido a presión se inyecta con un flujo entre 0 y 26 cm³/min por inyector.
- 30 7. Procedimiento según la reivindicación 4 o la reivindicación 5, caracterizado porque el fluido a presión se inyecta con un flujo entre 11 y 16 cm³/min por inyector.
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4-7, caracterizado porque el fluido a presión se suministra a una presión manométrica medida entre 0 y 150 milibar.
- 35 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el fluido a presión se suministra a una presión manométrica medida entre 0 y 10 milibar.
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende además el empleo de rodillos prensadores para arrastrar el producto extrudido a una velocidad de extracción entre 0,8 y 15 m/min.
- 40 11. Aparato para producir un producto de película extrudido que incluye una pluralidad de canales capilares que lo atraviesan, comprendiendo el aparato una extrusora con una entrada, una matriz que incluye un orificio con una forma exterior predeterminada, una pluralidad de inyectores de fluido que presentan, cada uno, un cuerpo que incluye un conducto interno para el flujo de fluidos y que comprenden además, cada uno, una salida del conducto interno en un extremo de salida, estando el extremo de salida de cada inyector dispuesto según un patrón predeterminado esencialmente dentro del orificio de la matriz y estando el conducto de cada inyector conectado de manera que permite el paso de fluidos a una fuente de fluido, aparato en el que, en uso:
 - 45 a) se alimenta material apto para la extrusión a la extrusora a través de la entrada;
 - b) la extrusora fuerza el material apto para la extrusión alrededor de los cuerpos de los inyectores hacia la matriz y a través del orificio en la matriz para producir una película extrudida con la forma exterior predeterminada;
 - 50 c) los inyectores permiten que el fluido pase desde la fuente de fluido a través del conducto y sea incluido en el producto extrudido con el fin de formar capilares, de manera que el producto de película extrudido incluye capilares a lo largo del mismo según el patrón predeterminado;

- 5 d) caracterizado por medios para un enfriamiento brusco de la película extrudida cuando ésta sale de la matriz, comprendiendo dichos medios como mínimo una tobera dispuesta durante el uso para suministrar un chorro de fluido a presión dirigido para incidir en la película extrudida como máximo a 3 mm del orificio de la matriz.
12. Aparato según la reivindicación 11, caracterizado porque los inyectores comprenden agujas.
13. Aparato según la reivindicación 11 o la reivindicación 12, caracterizado porque la fuente de fluido es una fuente de fluido a presión.
- 10 14. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones 11-13, caracterizado porque la fuente de fluido es una fuente de aire comprimido.
- 15 15. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones 11-14, caracterizado porque la o las toberas están dispuestas durante el uso para suministrar un chorro de fluido a presión dirigido para incidir en la película extrudida a menos de 2 mm del orificio de la matriz.

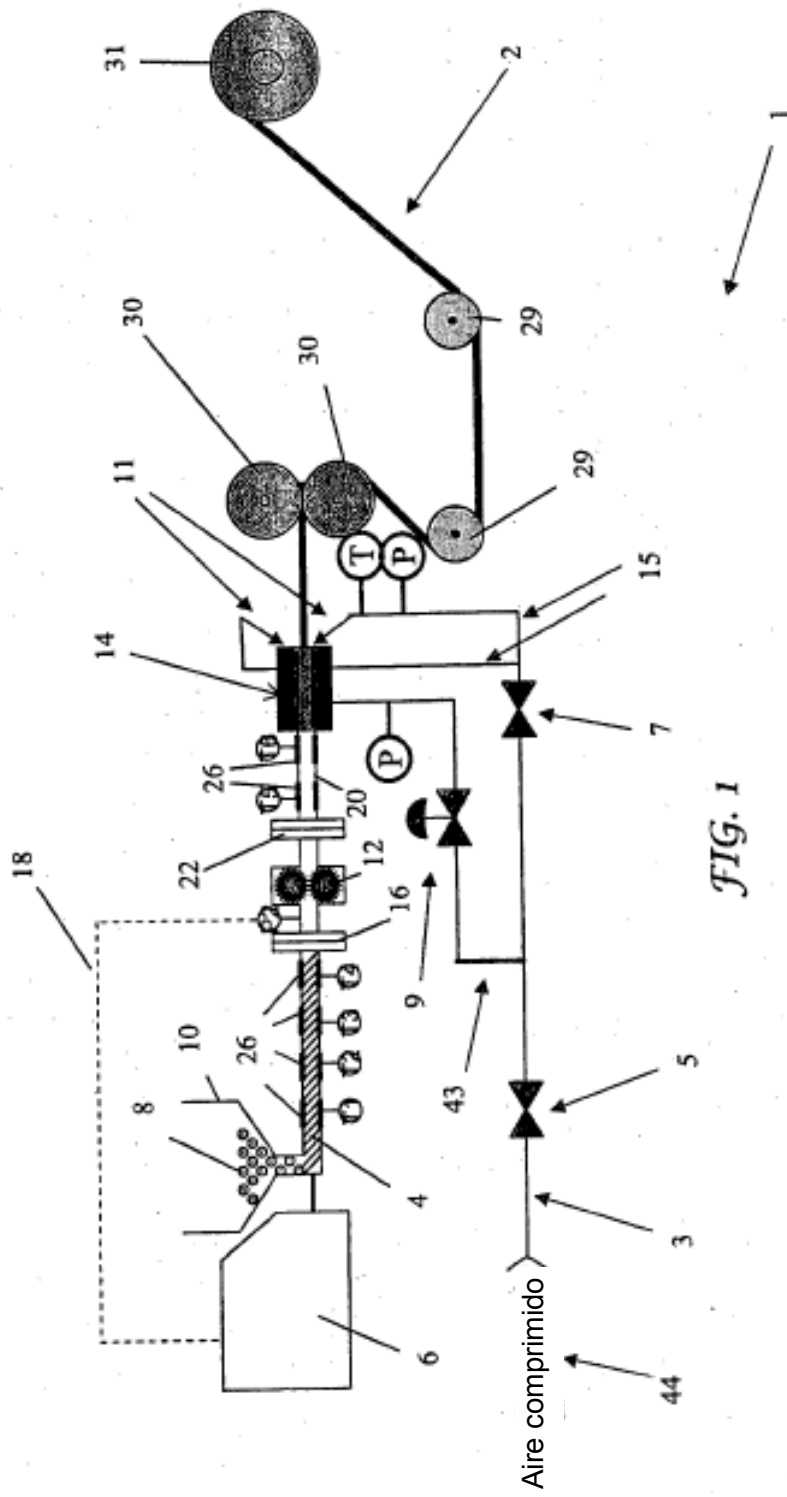


FIG. 1

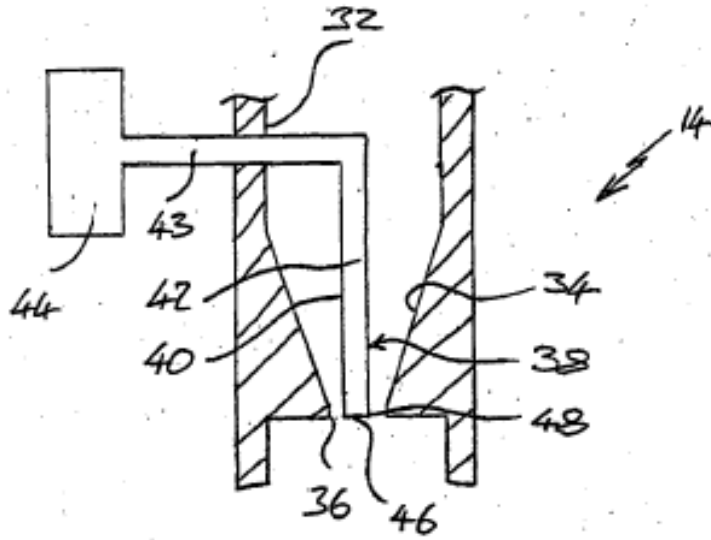


Fig. 2

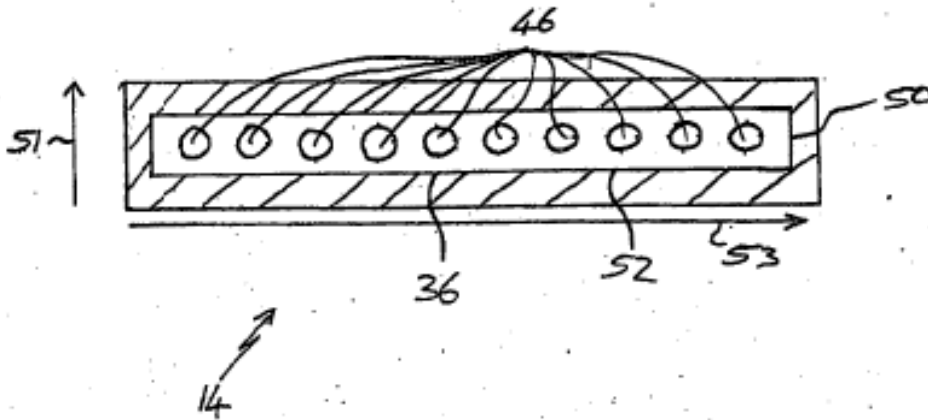


Fig. 3

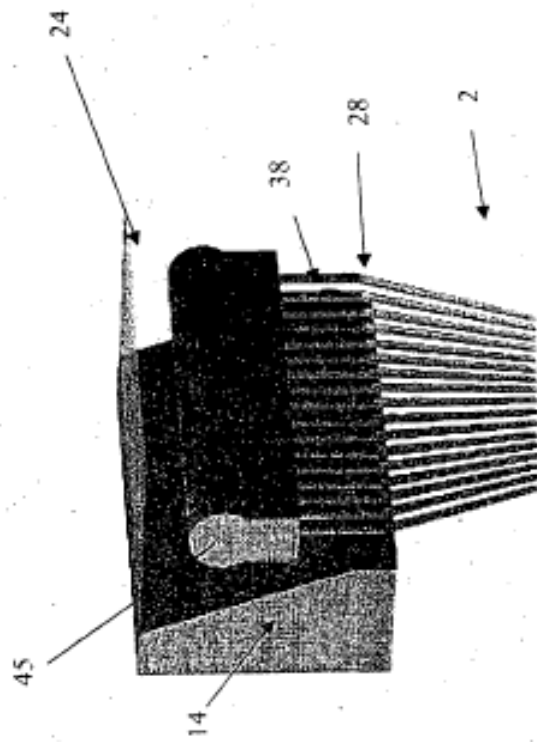


FIG. 4

Variación en la anchura de la película (símbolos cerrados) y el espesor de la película (símbolos abiertos) con la velocidad de extracción

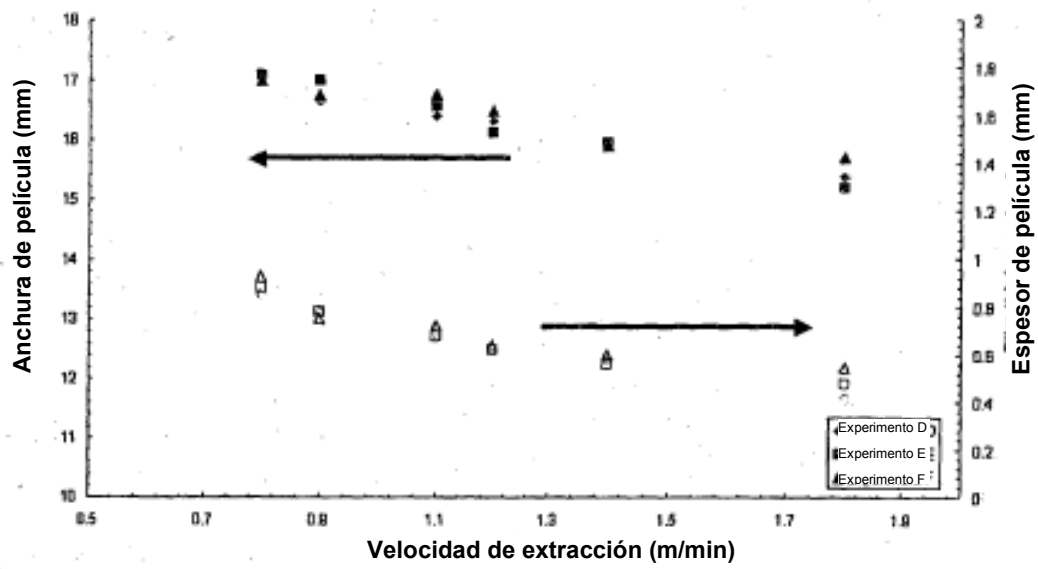


FIG. 5



FIG. 6A



FIG. 6B



FIG. 6C



FIG. 6D



FIG. 6E



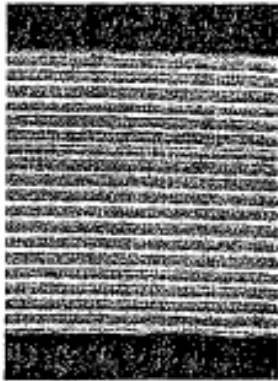
FIG. 6F



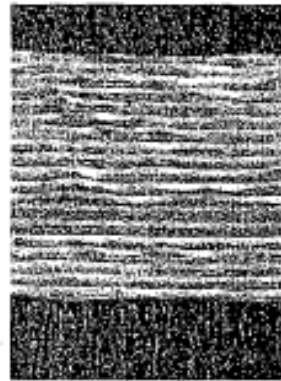
FIG. 6G



FIG. 6H



(a)



(b)

FIG. 7

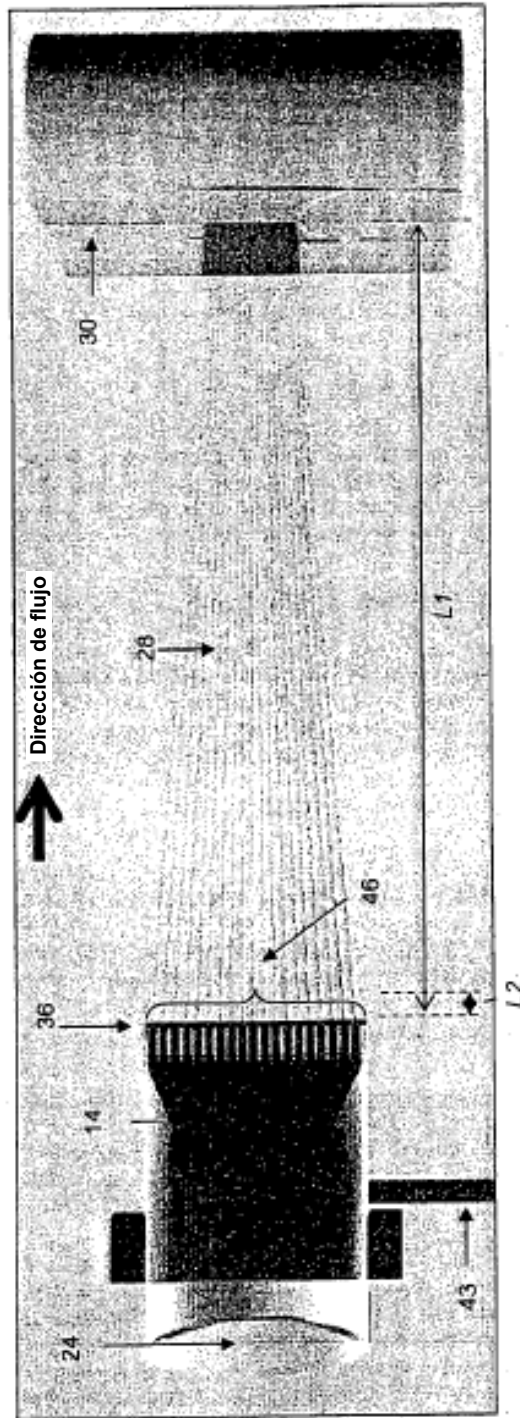


FIG. 8

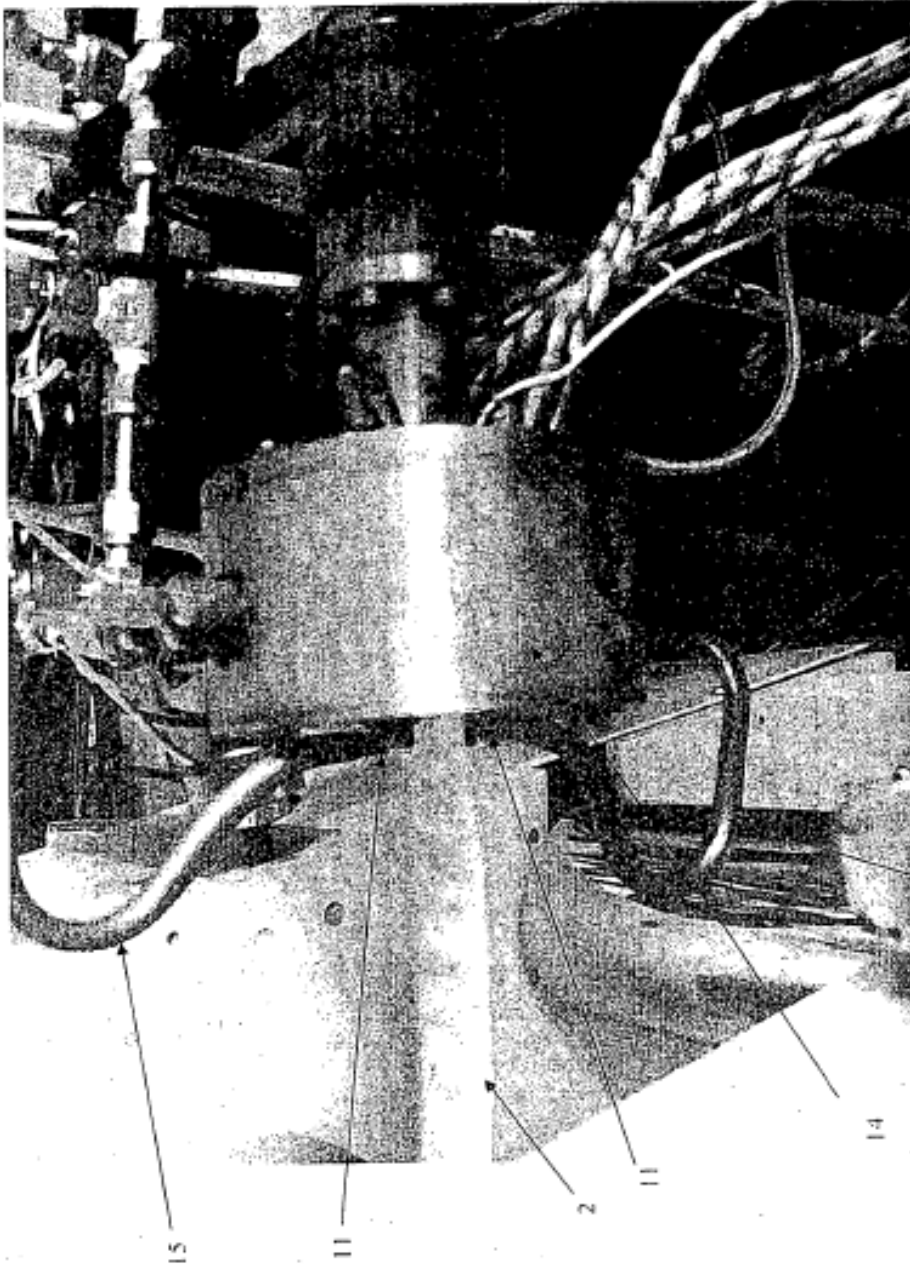


FIG. 9