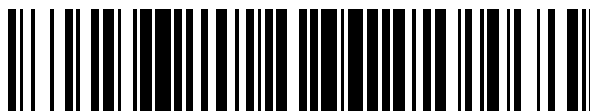


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 642 895**

51 Int. Cl.:

G01N 11/00 (2006.01)

G01N 3/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.11.2009 PCT/US2009/055804**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.06.2011 WO11065932**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.11.2009 E 09807688 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.08.2017 EP 2504683**

54 Título: **Método y aparato para determinar la elasticidad en estafo fundido**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.11.2017

73 Titular/es:
**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, Michigan 48674, US**

72 Inventor/es:
**ALPETER, MARK D.;
MANGNUS, MARC;
CHEATHAM, CHARLES;
NIEUWENHUIZE, MARINUS y
POTTER, JACK**

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 642 895 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

Método y aparato para determinar la elasticidad en estafo fundido

Antecedentes de la invención

5 La presente invención pertenece al campo de los métodos y aparatos de medición de propiedades viscoelásticas de polímeros termoplásticos fundidos. De manera más específica, la presente invención se refiere a métodos y aparatos para determinar la elasticidad en estado fundido.

10 El documento US 4,680,658 (equivalente norteamericano de EP-B-210,689) describe un aparato compuesto por: una unidad de control y regulación; un cilindro provisto de termostato que recibe una cantidad medida de material que ha de ser evaluado; un émbolo buzo que desliza en el cilindro; un sistema intercambiador que permite al cilindro estar equipado con una boquilla adecuada para la medición que ha de hacerse; un motor de control de pasos que garantiza un desplazamiento regulado del pistón; un sensor de fuerza que genera una señal en función de la fuerza aplicada al pistón; y un sistema de microprocesador electrónico que regula el motor de pasos en función de la posición del pistón y/o de la señal emitida por el sensor de fuerza al final del tiempo asignado al acondicionamiento térmico de la cantidad medida que haya de ser evaluada. Situado a cierta distancia de la boquilla, el émbolo buzo permite la medición y, de acuerdo con un parámetro de su velocidad de desplazamiento o de la fuerza aplicada especificada por la medición que ha de realizarse, actúa de 10 a 180 segundos sobre la cantidad medida.

15 El documento US-B-5,347,851 describe un reómetro capilar que incluye un alojamiento; un émbolo buzo; un depósito, previsto en el alojamiento, destinado a recibir el émbolo buzo en fundido de polímero; y un mecanismo para impedir que el fundido salga del depósito. Hay incluido un mecanismo destinado a accionar el émbolo buzo longitudinalmente en el depósito para mover el extremo del émbolo buzo en contacto con el fundido. Un diafragma, acoplado con dicho extremo del émbolo buzo, se deforma en respuesta a la presión del fundido del depósito. Un mecanismo que responde a la deformación del diafragma determina la presión del fundido. Otro mecanismo incluido determina la temperatura del fundido y un mecanismo adicional indica el movimiento longitudinal del émbolo buzo. A partir de tales determinaciones pueden obtenerse características de presión, volumen, temperatura y viscosidad de cizalladura aparente del fundido de polímero.

20 El documento EP-A-1,174,261 describe un procedimiento experimental usado para determinar endurecimiento por deformación en frío. Los comportamientos de endurecimiento por deformación en frío de polímeros se analizan mediante el aparato de Rheotens, en el que un filamento fundido es hecho aumentar de longitud al ser estirado con una aceleración definida. La tracción de la fuerza F en función de la velocidad de estiramiento es registrada.

30 El documento JP 2004138601 se refiere a un método e instrumento de medición sencilla de viscosidad de alargamiento uniaxial de polímeros.

35 Como explican Wagner and Bernnat, J. Rheol. 42 (4), julio/agosto 1998, p917-928, la elasticidad en estado fundido de polímero tiene gran importancia en muchos tratamientos de polímeros, como hilatura de fibras, soplado de películas, moldeo por soplado, revestimiento de alta velocidad y colada de lámina. Una medición de elasticidad del fundido puede hacerse mediante el uso de un "diagrama de extensión", en el que la fuerza de estiramiento necesaria para alargar un filamento extrudido de polímero fundido es medida en función de una velocidad de estiramiento creciente. Para este fin fue desarrollado un aparato de ensayo de tracción denominado "Rheotens" (véase, por ejemplo, el documento de Meissner, Rheol. Acta 10, 1971, p230-242). El ensayo de Rheotens se realiza fácilmente, presenta una reproducibilidad excelente y caracteriza procesos industriales como hilatura de fibras o colada de película de polímero. Por tanto, el ensayo de Rheotens es aplicado de manera generalizada.

40 De acuerdo con un ensayo de Rheotens, un filamento fundido de polímero extrudido mediante un viscosímetro de fundido de polímero es hecho aumentar de longitud merced a la acción de ruedas giratorias que lo agarran cuando la velocidad de las ruedas es mayor que la velocidad de salida del filamento. Normalmente las ruedas son aceleradas hasta que el filamento se rompa o sea alcanzada la velocidad de rotación máxima de las ruedas. Una conversión directa del diagrama fuerza de tracción/velocidad de estiramiento en una relación entre viscosidad de alargamiento y régimen de alargamiento no es posible. Pero el descubrimiento de las "curvas maestras de Rheotens" para fundidos de polímero termorreológicamente simples (Wagner et al., Polym. Eng. Sci, 36, 1996, p925-935) permitió una simplificación considerable del análisis de extensión mediante fuerza constante. Las curvas maestras de Rheotens proporcionan una base para comparar directa y cuantitativamente la elasticidad en estado fundido de polímero en condiciones de tratamiento.

45 De modo sorprendente, pueden determinarse curvas de Rheotens incluso para ensayos de Rheotens realizados con presiones de extrusión diferentes (denominadas "tensiones" de extrusión en la técnica) si fuerza y razón de estiramiento se ajustan apropiadamente, de acuerdo con Wagner, et al. Tales curvas maestras, que representan curvas maestras de curvas maestras, se denominan "curvas supermaestras de Rheotens". Wagner y Bernnat mostraron que el concepto de curvas maestras de Rheotens puede ser aplicado a experimentos con hileras e instalaciones de hilado de longitud diferente y que puede obtenerse información de la viscosidad de alargamiento en estado fundido de polímero a partir de curvas maestras de Rheotens merced al uso de un modelo reológico analítico.

El instrumento para realizar el ensayo de Rheotens es vendido por Goettfert Inc., Parkway Rock Hill, South Carolina, EE. UU. Pero dicho instrumento es relativamente caro porque emplea un viscosímetro de polímero para crear el filamento fundido. Además, tal instrumento es considerado en la técnica más útil en un laboratorio de investigación que en el laboratorio de control de calidad de una fábrica de polímeros, por su coste y el nivel de conocimiento necesario para ser usado. Por tanto, existe la necesidad del desarrollo de un instrumento menos costoso y más fácil de usar para la determinación de la elasticidad en estado fundido de un polímero termoplástico.

Compendio de la invención

Esta descripción ofrece un método y aparato para determinar la elasticidad en estado fundido normalizada de un polímero termoplástico, menos costoso y más fácil de ejecutar o usar que el ensayo e instrumento de Rheotens de la técnica anterior. De manera más específica, la invención descrita consiste en un método para determinar el valor de elasticidad en estado fundido normalizada de un polímero termoplástico, que comprende las operaciones de: (a) calentar el polímero termoplástico para fundirlo; (b) someter el polímero termoplástico fundido a una presión constante seleccionada de manera que el polímero termoplástico fundido fluya por un canal para formar un filamento de polímero termoplástico fundido que salga del canal con una velocidad V_0 , seleccionándose la presión constante y la temperatura del polímero fundido de manera que V_0 sea mayor que 1,27 milímetros por segundo, teniendo el canal un diámetro de aproximadamente 2,1 milímetros y una longitud de aproximadamente 8 milímetros; y (c) aplicar una fuerza al filamento de polímero termoplástico fundido para formar un filamento estirado de polímero termoplástico que se desplace con una velocidad de aproximadamente $33V_0$, siendo el valor de elasticidad en estado fundido normalizada del polímero termoplástico igual a la fuerza.

La invención descrita consiste también en un aparato para determinar un valor de elasticidad en estado fundido normalizada de un polímero termoplástico, que comprende: (a) un bastidor; (b) un cuerpo que define una depresión configurada a modo de recipiente cilíndrico desde su parte superior, definiendo el cuerpo en su parte inferior un canal en comunicación con la depresión configurada a modo de recipiente cilíndrico, y estando el cuerpo unido con el bastidor; (c) un calentador en comunicación térmica con el cuerpo para calentarlo; (d) un pistón cilíndrico cargado con un peso muerto, previsto para estar montado en la depresión configurada a modo de recipiente cilíndrico; (e) un sensor de posición para detectar la posición vertical dinámica del pistón cilíndrico cargado con un peso muerto en la depresión configurada a modo de recipiente cilíndrico; (f) un rodillo tensor; (g) una célula de carga, estando conectado el rodillo tensor con la célula de carga y estando unida la célula de carga con el bastidor; (h) un rodillo de guía unido con el bastidor; (i) un motor eléctrico de velocidad controlada unido con el bastidor; (j) un rodillo de tracción accionado por el motor, de manera que cuando un polímero termoplástico sea posicionado en la depresión configurada a modo de recipiente cilíndrico seguido por el pistón cargado con el peso muerto se funda dicho polímero y fluya por el canal merced a la fuerza de la presión constante del pistón cargado con el peso muerto sobre el polímero fundido para formar un filamento de polímero fundido que salga del canal con una velocidad V_0 determinada por las dimensiones del canal y el régimen de movimiento de pistón, seleccionándose el peso del pistón cargado con peso muerto y la temperatura del polímero fundido de manera que V_0 sea mayor que 1,27 milímetros por segundo para que el filamento de polímero pueda ser hecho pasar por el lado inferior del rodillo tensor y el lado superior del rodillo de guía en dirección al rodillo de tracción, siendo accionado el rodillo de tracción de manera que el filamento de polímero termoplástico fundido sea estirado para formar un filamento estirado solidificado de polímero termoplástico con una velocidad de aproximadamente $33V_0$, de manera que el valor de elasticidad en estado fundido del polímero termoplástico pueda ser normalizado y sea igual a la fuerza de estiramiento medida por la célula de carga, teniendo el canal un diámetro de aproximadamente 2,1 mm y una longitud de aproximadamente 8 milímetros.

Descripción de los dibujos

La figura 1 es una vista frontal, parcialmente completa y parcialmente en sección transversal, de un aparato de esta descripción;

la figura 2 es una vista completa desde arriba de una herramienta de esta descripción;

la figura 3 es una vista completa en perspectiva de un peso de esta descripción provisto de mangos;

la figura 4 es una vista en sección transversal de una guía de peso de esta descripción;

la figura 5 es una vista lateral de un calibre de ajuste de longitud de filamento fundido usado para instalar y ajustar inicialmente el aparato que muestra la figura 1;

la figura 6 es una vista lateral, parcialmente completa, de una herramienta de alineación por láser usada para ajustar el aparato que muestra la figura 1;

la figura 7 es una vista en perspectiva completa de una herramienta usada para confirmar la respuesta de recuperación de temperatura del cuerpo calentado del aparato que muestra la figura 1; y

la figura 8 es una vista en perspectiva completa de una herramienta usada para establecer la posición horizontal del sensor de posición de pistón del aparato que muestra la figura 1.

Descripción detallada

La figura 1 representa un aparato 10 para determinar el valor de elasticidad en estado fundido normalizada de un polímero termoplástico de acuerdo con la presente descripción. El aparato 10 se basa en un bastidor con una sección superior alta 11a, una sección superior baja 11b, una parte inferior 12, una placa de base deslizante 12a, un lado izquierdo 13, un lado derecho 14 y una parte posterior 15. La sección superior alta 11a está unida con la sección superior baja 11b mediante pernos de nivelación 11c, nivelados merced al uso del nivel de burbuja bidimensional superior 11d. Un cuerpo 16 calentado eléctricamente que define una depresión 17 configurada a modo de recipiente cilíndrico está unido con la sección superior alta 11a. La temperatura de funcionamiento del cuerpo 16 varía preferiblemente entre 125 y 390°C como prescribe el método de ensayo ASTM D 1238-4 basándose en el punto de fusión específico de cada tipo de polímero. Aunque se usa una temperatura de cuerpo diferente para cada tipo de polímero (por ejemplo, 190°C para polietileno), el método de Caudal en estado fundido especifica un tiempo de precalentamiento constante de 7 minutos \pm 30 segundos para todos los tipos de polímero con el fin de minimizar el impacto de la degradación y la reticulación en los resultados de medición. Los expertos en la técnica entenderán que pueden requerirse tipos de precalentamiento distintos para realizar ensayos de flujo en estado fundido no normalizados o de polímeros con distinta sensibilidad a los efectos del calor.

El cuerpo 16 comprende en su parte inferior una boquilla 19 que define un canal 20 de $2,095 \pm 0,0051$ milímetros de diámetro y $8,000 \pm 0,025$ milímetros de longitud comunicado con la depresión 17 configurada a modo de recipiente cilíndrico. Un pistón 22, cargado mediante un peso muerto 23 con libertad de movimiento y una biela 24, está previsto para ser montado en la depresión 17 configurada a modo de recipiente cilíndrico. Alternativamente, el peso muerto 23 con libertad de movimiento puede estar configurado, como muestra la figura 3, con mangos 61 y 62. Los mangos 61 y 62 pueden ser usados para facilitar el movimiento del pistón 22 a posiciones de partida predefinidas del recipiente para los métodos de elasticidad en estado fundido normalizada y caudal en estado fundido. Un sensor de posición 25, destinado a detectar la posición vertical dinámica del pistón 22 en relación con la parte superior de la boquilla 19 por medio de una varilla de palpación 26, está montado en la sección superior alta 11a mediante el soporte 27. La figura 8 muestra una vista en perspectiva completa de una herramienta de acero inoxidable 100 usada para establecer la posición horizontal del sensor de posición 25 merced a la colocación de la herramienta 100 encima del pistón en lugar del peso 23. Los elementos 16-27 están disponibles comercialmente como plastómetro MP600 de Tinius Olsen (Horsham, PA, EE.UU.), previsto en conformidad con los requisitos del método de ensayo ASTM D 1238-4 para determinar el Caudal en estado fundido de un polímero fundido 39 una vez determinada la elasticidad en estado fundido normalizada.

La figura 1 muestra un rodillo tensor 28 conectado con una plataforma 29 por medio de una montura 30. La plataforma 29 pesa aproximadamente 175 gramos y está unida con una célula de carga 32a (por ejemplo, una balanza electrónica XS203S de Mettler Toledo (Columbus, OH, EE.UU.)) mediante pernos de nivelación 32b de extremo hemisférico que descansan en depresiones correspondientes de la placa de base deslizante 12a, de manera que la célula de carga 32a pueda ser nivelada usando el nivel bidimensional 32c. El rodillo tensor 28 incorpora un rodamiento de bolas 31 de calidad instrumental y baja fricción. El rodillo tensor 28 está hecho de aluminio anodizado, tiene un diámetro de veinticinco milímetros, un grosor de tres milímetros y una ranura en V circunferencial de un milímetro de profundidad. Un rodillo 33 de guía está unido con la placa de base 12a mediante una montura 34. El rodillo de guía 33 está hecho de aluminio anodizado, tiene un diámetro de veinticinco milímetros, un grosor de tres milímetros y una ranura en V circunferencial de un milímetro de profundidad. El rodillo de guía 33 incorpora un rodamiento de bolas 35 de calidad instrumental y baja fricción. El uso de rodamientos de bolas de calidad instrumental y baja fricción 31 y 35 y la alineación cuidadosa de las monturas 30 y 34 minimizan posibles errores de fricción en el resultado final del método. El motor eléctrico 36 (por ejemplo, el modelo RK564AA-T7.2 de Oriental Motor, Torrance, CA, EE.UU.) está unido con la placa de base 12a mediante la montura 37. El rodillo de tracción 38 es accionado por el motor 36. El rodillo de tracción 38 tiene forma de cono truncado con una circunferencia en su extremo grande de aproximadamente ciento veinticinco milímetros, una anchura de aproximadamente cincuenta milímetros y una pendiente de aproximadamente 0,5 grados para que una única capa de filamento estirado solidificado 41 se arrolle en él.

En relación con la figura 1, cuando un polímero termoplástico es posicionado en la depresión configurada a modo de recipiente cilíndrico seguido por el pistón 22 cargado con peso muerto el polímero se funde, y el polímero fundido 39 fluye por el canal 20 a causa de la presión constante que sobre él ejerce el pistón cargado 22 para formar un filamento de polímero fundido 40 que sale del canal 20 con una velocidad V_0 determinada por las dimensiones del canal 20 y el régimen del movimiento del pistón 22, seleccionándose el peso del pistón cargado 22 y la temperatura del polímero fundido 39 de modo que V_0 sea mayor que 1,27 milímetros por segundo. El filamento de polímero fundido se enfría mientras es estirado para formar un polímero 41 estirado solidificado que es hecho pasar por el lado inferior del rodillo tensor 28 y el lado superior del rodillo de guía 33 en dirección al rodillo de tracción 38. El rodillo de tracción 38 ha de ser accionado con un régimen que permita al filamento de polímero termoplástico fundido 40 ser estirado para formar un filamento de polímero estirado solidificado 41 con una velocidad entre 32,6 y 33,6 veces V_0 , de forma que el valor de elasticidad en estado fundido del polímero termoplástico pueda ser normalizado y sea igual al valor absoluto de la fuerza de estiramiento medida en centinewtons (cN) por la célula de carga 32 (siendo el factor de conversión 0,980665 centinewtons por gramo). Preferiblemente, la velocidad del filamento estirado de polímero termoplástico es hecha aumentar de manera lineal desde aproximadamente $25V_0$ hasta aproximadamente $40V_0$ en un periodo de tiempo de aproximadamente un minuto, siendo la elasticidad en

estado fundido normalizada del polímero termoplástico igual a la fuerza de estiramiento cuando la velocidad del filamento estirado solidificado del polímero termoplástico varíe entre 32,6 y 33,6 veces V_0 . Tal protocolo de aumento constante facilita el análisis aun cuando el caudal en estado fundido de una muestra de polímero se desvíe algo de su valor esperado.

5 Con referencia a la figura 1, los tornillos de nivelación 44 se ajustan de forma que la parte inferior 12 se encuentre en el soporte 42 en una posición nivelada determinada mediante el nivel de burbuja bidimensional 43 integrado. Los tornillos de ajuste 45 son usados para ajustar la placa de base deslizante 12a de manera que la ranura en V del rodillo tensor 28 esté directamente debajo del canal 20 usando un sistema de visor de ánima láser alineado cuidadosamente con el eje longitudinal de la depresión 17 cuando la temperatura del cuerpo 16 sea operativa, de modo que un haz láser dirigido a lo largo del canal 20 incida justo en la ranura en V del rodillo tensor 28. La figura 6 muestra un sistema de visor de ánima láser 90 que consiste en un disipador 93 de calor de acero inoxidable, un adaptador 92 de polímero de ingeniería poli(amida-imida) resistente al calor marca TORLON (Parkway Products Inc., Florence, KY, EE.UU.), y un visor de ánima láser 91. El adaptador 92 protege el visor de ánima láser 91 contra sobrecalentamientos cuando es insertado en la depresión 17. El visor de ánima láser 91 ha de ser ajustado, mediante tornillos de alineamiento 94, para centrar el haz láser del visor de ánima láser 91 en el ánima 95 y el centro del canal 20. El visor de ánima láser 91 es vendido por Midway USA, Columbia, MO, EE.UU. Un escudo de plexiglás no mostrado en la figura 1 es posicionado en la parte delantera del aparato 10 de modo que corrientes de aire errantes no interfieran con el análisis.

20 Con referencia a la figura 5, de modo preferible la distancia entre la parte inferior del cuerpo 21 y la plataforma 29 se ajusta cuidadosamente a cuatrocientos cuarenta y cinco milímetros para que la distancia entre la parte inferior del cuerpo 21 y el eje geométrico horizontal del rodamiento 31 sea cuatrocientos veinticuatro milímetros con el fin de normalizar el aparato y favorecer la solidificación del polímero antes de su contacto con el rodillo tensor 28, merced a la inserción del calibre 80 de ajuste de longitud de filamento en estado fundido en la depresión 17 vacía y al ajuste de los pernos de nivelación 11c justo hasta que la célula de carga 32a indique que la plataforma 29 está siendo apretada. El calibre 80 de ajuste de longitud de filamento en estado fundido de la figura 5 consiste en un vástago 84 de acero inoxidable provisto de un mango 81 de latón en un extremo y una parte semicircular 85 de veinticinco milímetros de largo en el otro extremo. Un manguito 82 de acero inoxidable es mantenido en posición en el vástago 84 mediante un tornillo prisionero 83. La parte semicircular 85 permite a la herramienta 80 deslizarse hacia abajo y sobrepasar el rodillo tensor 28 sin desviación vertical. La figura 7 muestra un estándar 110 de recuperación de temperatura de latón macizo dimensionado para ser adaptado a la depresión 17 con el fin de definir y validar parámetros de control que determinan el régimen de recuperación de temperatura del cuerpo 16 calentado eléctricamente de la figura 1.

35 La figura 2 muestra una vista completa desde arriba de una herramienta 50 usada para asegurar una boquilla 19 caliente cuando es retirada del cuerpo 16 calentado eléctricamente de la figura 1 para ser limpiada, una vez realizadas las mediciones de Elasticidad y Caudal en estado fundido normalizadas. La herramienta 50 está dotada de puntas de sujeción 51 y 52 modificadas, previstas específicamente para agarrar de manera segura la boquilla caliente 19 con las superficies superior e inferior y también la entrada y salida del canal 20 expuestas. La herramienta 50 es fabricada por modificación de una pinza hemostática vendida por Lakeside Scissor Sales, Sacramento, CA, EE.UU., y elimina la necesidad de guantes que protejan del calor para manipularla directamente mientras se elimina material de muestra residual entre un análisis y otro.

40 La figura 4 muestra una vista lateral en sección transversal de un sistema de retención y control de peso doble 70 modificado para ser usado con el plastómetro Tinius Olsen descrito en lo que antecede. Los soportes individuales 71, 72 y 73 reemplazan los vástagos de guía originales de la plataforma 77 de elevación de peso automática. El sistema de retención y control de peso doble modificado 70 incluye un cuarto soporte idéntico no mostrado por la figura 3, posicionado de manera simétrica directamente enfrente del soporte 73. Mientras que la separación 74 está prevista para alojar un peso pequeño, la separación 75 puede alojar un peso grande combinable con el peso pequeño cuando la plataforma 77 de elevación de peso haya sido bajada en medida suficiente.

50 Con referencia a la figura 1, de modo preferido todos los componentes eléctricos que comprende el aparato 10 son programados para controlar los parámetros descritos en lo que antecede mediante un ordenador de uso general (Dell GX520) configurado con cuatro conexiones seriales, RAM de 512 MB, procesador de 3,4 GHZ y disco duro de 80 GB. Además, el aparato 10 es significativamente menos caro que un aparato de ensayo Rheotens, principalmente porque el viscosímetro de polímero requerido por el instrumento de ensayo Rheotens es mucho más caro que los elementos 16-27.

EJEMPLO

55 La Tabla 1 describe seis muestras (1-6) diferentes de polietileno de baja densidad de calidad comercial cuyo origen se indica, con caudales en estado fundido CF de entre aproximadamente 0,7 y aproximadamente 8,7 decigramos/min, evaluados de acuerdo con el método ASTM D 1238 en condiciones 190°C/2,16 kg y usados para validar el funcionamiento del aparato 10.

ES 2 642 895 T3

TABLA 1

Muestra #	~CF	Fuente	País de fabricación
1	0,7 dg/min	TDCC	España
2	1,0 dg/min	TDCC	Países Bajos
5 3	1,9 dg/min	TDCC	EE.UU.
4	7,0 dg/min	TDCC	Países Bajos
5	8,0 dg/min	TDCC	EE.UU.
6	8,7 dg/min	TDCC	Países Bajos

TDCC = The Dow Chemical Company

10

Las muestras 1-6 fueron sometidas a análisis de elasticidad y caudal en estado fundido usando el aparato 10 de la figura 1 en las condiciones específicas descritas en la Tabla 2.

TABLA 2

Muestra #	Peso	T cuerpo	Peso pistón	V rodillo trac.	V boquilla (V ₀)
15 1	5 gr	190°	5,00 kg	64,72 mm/s	1,95 mm/s
2	6 gr	190°	5,00 kg	92,45 mm/s	2,79 mm/s
3	5 gr	190°	2,16 kg	42,02 mm/s	1,27 mm/s
4	7 gr	190°	2,16 kg	157,6 mm/s	4,75 mm/s
5	7 gr	190°	2,16 kg	168,1 mm/s	5,06 mm/s
20 6	7 gr	190°	2,16 kg	182,8 mm/s	5,51 mm/s

La precisión del análisis de elasticidad en estado fundido normalizada (EFn) en centinewtons [cN] de cada muestra, determinada mediante diez repeticiones, se muestra en la Tabla 3 que sigue.

TABLA 3

Muestra #	EFn promedio	D. estándar relativa
1	9,05 cN	0,72%
2	7,35 cN	0,56%
3	3,36 cN	0,68%
4	2,76 cN	0,87%
30 5	2,44 cN	1,07%
6	2,19 cN	1,32%

REIVINDICACIONES

1. Un método para determinar el valor de elasticidad en estado fundido normalizada de un polímero termoplástico, que comprende las operaciones de: (a) calentar el polímero termoplástico para fundirlo; (b) someter el polímero termoplástico a una presión constante seleccionada de manera que el polímero termoplástico fundido fluya por un canal (20) para formar un filamento de polímero termoplástico fundido que salga del canal (20) con una velocidad V_0 , seleccionándose la presión constante de manera que V_0 sea mayor que 1,27 milímetros por segundo, teniendo el canal (20) un diámetro de aproximadamente 2,1 milímetros y una longitud de aproximadamente 8 milímetros; y (c) estirar el filamento de polímero termoplástico fundido por aplicación de una fuerza al filamento de polímero termoplástico fundido para formar un filamento estirado de polímero termoplástico que se desplace con una velocidad de aproximadamente $33V_0$, siendo el valor de elasticidad en estado fundido normalizada del polímero termoplástico igual a la fuerza.
2. El método de la reivindicación 1, en el que el canal tiene un diámetro de $2,095 \pm 0,0051$ milímetros y una longitud de $8,000 \pm 0,025$ milímetros, y en el que el filamento estirado de polímero termoplástico consiste en un filamento estirado solidificado de polímero termoplástico que se desplace con una velocidad de entre 32,6 y 33,6 veces V_0 .
3. El método de la reivindicación 1, en el que el filamento estirado de polímero termoplástico es un filamento solidificado de polímero termoplástico con una velocidad hecha aumentar de manera lineal desde aproximadamente $25V_0$ hasta aproximadamente $40V_0$ en un periodo de tiempo de aproximadamente un minuto, siendo la elasticidad en estado fundido normalizada del polímero termoplástico igual a la fuerza cuando la velocidad del filamento estirado de polímero termoplástico solidificado sea aproximadamente $33V_0$.
4. El método de la reivindicación 2, en el que la velocidad del filamento estirado solidificado de polímero termoplástico es hecha aumentar de manera lineal desde aproximadamente $25V_0$ hasta aproximadamente $40V_0$ en un periodo de tiempo de aproximadamente un minuto, siendo la elasticidad en estado fundido normalizada del polímero termoplástico igual a la fuerza cuando la velocidad del filamento estirado solidificado de polímero termoplástico varíe entre 32,6 y 33,6 veces V_0 .
5. El método de la reivindicación 1, en el que la temperatura de la operación (a) varía entre 125 y 390°C.
6. El método de la reivindicación 3, en el que la temperatura de la operación (a) varía entre 125 y 390°C.
7. El método de la reivindicación 4, en el que la temperatura de la operación (a) varía entre 125 y 390°C.
8. El método de la reivindicación 1, en el que la duración y la temperatura de la operación (a) son aproximadamente siete minutos y aproximadamente 190°C.
9. El método de la reivindicación 3, en el que la duración y la temperatura de la operación (a) son aproximadamente siete minutos y aproximadamente 190°C.
10. El método de la reivindicación 4, en el que la duración y la temperatura de operación (a) son aproximadamente siete minutos y aproximadamente 190°C.
11. Aparato 10 para determinar un valor de elasticidad en estado fundido normalizada de un polímero termoplástico, que comprende: (a) un bastidor (11a, 11b, 12, 13, 14, 15); (b) un cuerpo (16) que define una depresión (17) configurada a modo de recipiente cilíndrico en el cuerpo (16) desde la parte superior del cuerpo (16), definiendo el cuerpo (19) un canal (20) en la parte inferior del cuerpo (16) en comunicación con la depresión (17) configurada a modo de recipiente cilíndrico, estado unido el cuerpo (16) con el bastidor (11a, 11b, 12, 13, 14, 15); (c) un calentador en comunicación térmica con el cuerpo (16) para calentarlo; (d) un pistón cilíndrico (22, 23, 24) cargado con un peso muerto, destinado a ser montado en la depresión (17) configurada a modo de recipiente cilíndrico; (f) un rodillo tensor (28, 31); (g) una célula de carga (32a, 32b, 32c), estando conectado el rodillo tensor (28, 31) con la célula de carga (32a, 32b, 32c), y estando unida la célula de carga (32a, 32b, 32c) con el bastidor (11a, 11b, 12, 13, 14, 15); (h) un rodillo de guía (33, 35) unido con el bastidor; (i) un motor eléctrico (36) unido con el bastidor; (j) un rodillo de tracción (38) accionado por el motor (36), de manera que cuando un polímero termoplástico sea posicionado en la depresión (17) configurada a modo de recipiente cilíndrico seguido por el pistón cargado con peso muerto (22, 23, 24), el polímero se funda y fluya por el canal (20) merced a la presión constante del pistón cargado con peso muerto (22, 23, 24) sobre el polímero fundido para formar un filamento de polímero fundido que salga del canal (20) con una velocidad V_0 determinada por las dimensiones del canal (20) y el régimen de movimiento del pistón, seleccionándose el peso del pistón cargado con peso muerto (22, 23, 24) y la temperatura del polímero fundido de manera que V_0 sea mayor que 1,27 milímetros por segundo para que el filamento de polímero pueda ser hecho pasar por el lado inferior del rodillo tensor (28, 31) y por el lado superior del rodillo de guía (33, 35) en dirección al rodillo de tracción 38, siendo accionado el rodillo de tracción (38) con un régimen que permita estirar el filamento de polímero termoplástico fundido 40 para formar un filamento de polímero termoplástico con una velocidad de aproximadamente $33V_0$, de manera que el valor de elasticidad en estado fundido del polímero termoplástico pueda ser normalizado y sea igual a la fuerza medida por la célula de carga (32a, 32b, 32c); caracterizado por que el aparato comprende además (e) un sensor de posición (25) para detectar la posición vertical dinámica del pistón cilíndrico cargado con

un peso muerto (22, 23, 24) en la depresión (17) configurada a modo de recipiente cilíndrico, teniendo el canal (20) un diámetro de aproximadamente 2,1 milímetros y una longitud de aproximadamente 8 milímetros.

12. El aparato de la reivindicación 11, en el que el canal (20) tiene un diámetro de $2,095 \pm 0,0051$ milímetros y una longitud de $8,000 \pm 0,025$ milímetros.

5 13. El aparato de la reivindicación 12, en el que el rodillo de tracción (38) tiene forma de cono truncado.

14. El aparato de la reivindicación 13, en el que el rodillo de tracción (38) en forma de cono truncado tiene una circunferencia en su extremo grande de aproximadamente 125 milímetros, una anchura de aproximadamente 50 milímetros y una pendiente de aproximadamente 0,5 grados, y en el que el rodillo tensor (28, 31) tiene un diámetro de aproximadamente 25 milímetros y una ranura circunferencial.

FIG. 1

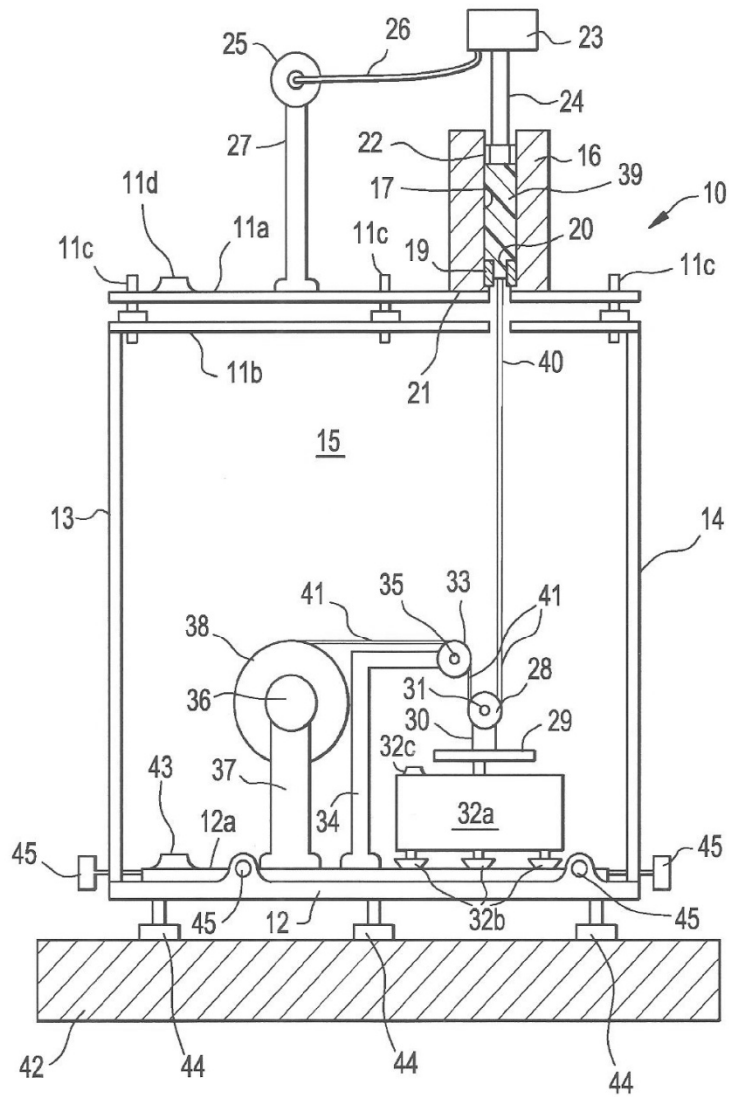


FIG. 2

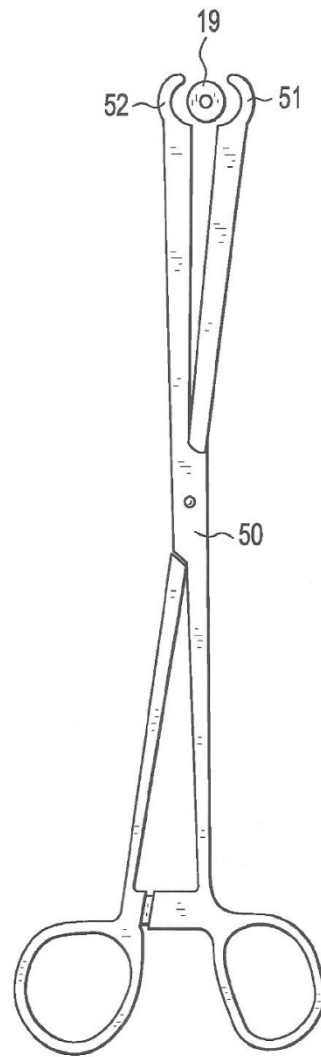


FIG. 3

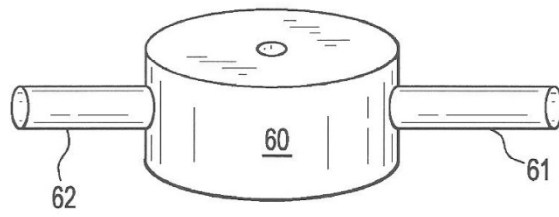


FIG. 4

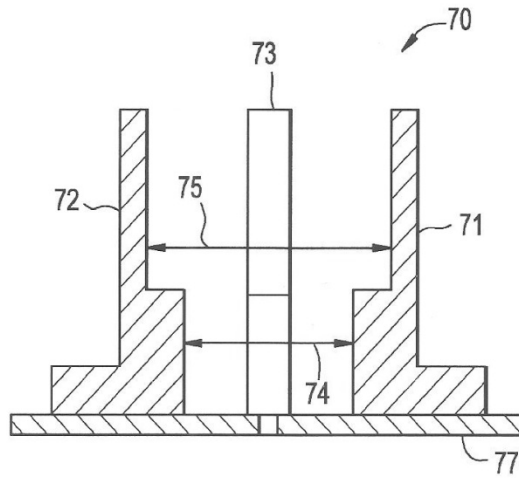


FIG. 5

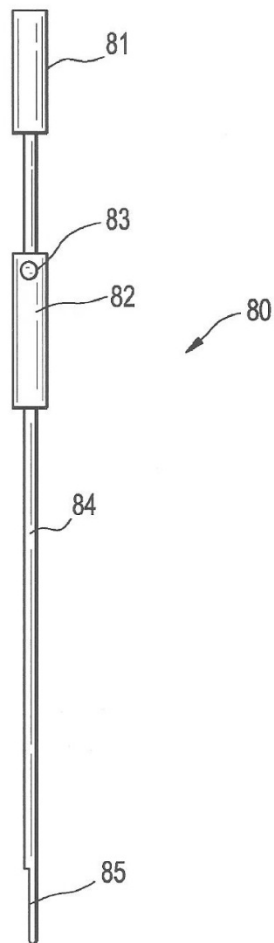


FIG. 6

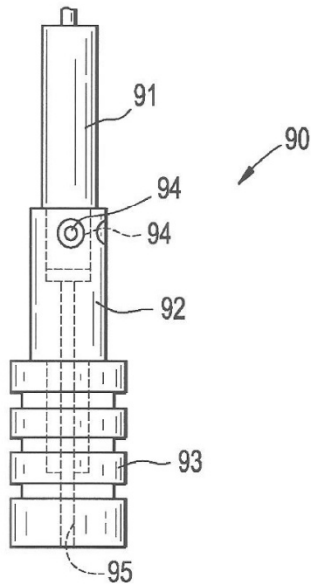


FIG. 7

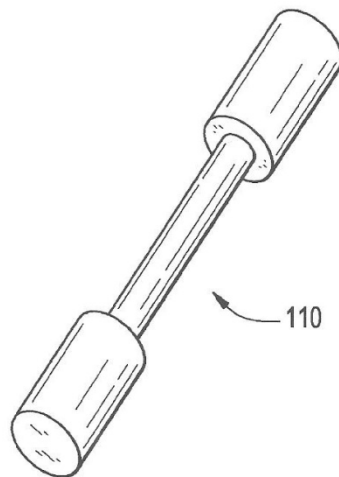


FIG. 8

