(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 805 783**

(51) Int. Cl.:

B29C 43/20	(2006.01)
B29C 43/00	(2006.01)
D04H 1/559	(2012.01)
D04H 13/00	(2006.01)
B29K 105/00	(2006.01)
B29K 105/06	(2006.01)
B29K 105/08	(2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.05.2004** **E 17152509 (0)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2020** **EP 3184275**

(54) Título: **Partículas poliméricas**

(30) Prioridad:

22.05.2003 GB 0311819
22.05.2003 EP 03253211

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.02.2021

(73) Titular/es:

CANCO HUNGARY INVESTMENT LTD. (100.0%)
Raday Utca 9 FSZT 8
1092 Budapest , HU

(72) Inventor/es:

WARD, IAN MACMILLAN;
HINE, PETER JOHN y
NORRIS, KEITH

(74) Agente/Representante:

TORO GORDILLO, Ignacio

ES 2 805 783 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

Partículas poliméricas

La presente invención se refiere a artículos poliméricos fabricados de hilos poliméricos orientados.

En los últimos años, se han realizado desarrollos en los procesos para la compactación de hilos poliméricos con el fin de fabricar láminas de alta rigidez y resistencia. Un ejemplo se describe en el documento GB 2253420A, en el que un conjunto de hilos de un polímero orientado se compacta en caliente en un proceso de dos etapas para formar una lámina que tiene buenas propiedades mecánicas. El proceso implica un paso inicial en el cual los hilos se llevan a la temperatura de compactación y se mantienen a la misma, mientras están sujetos a una presión suficiente para mantener los hilos en contacto, y a continuación se compactan a alta presión (40-50 MPa) durante unos segundos (presión de compactación). En este proceso, una proporción de las superficies de los hilos se funde y posteriormente se recristaliza al enfriar. Esta fase recristalizada une los hilos entre sí, dando como resultado buenas propiedades mecánicas de la lámina final. En el documento GB 2253420A se menciona que el proceso puede aplicarse a muchos tipos de polímero orientado incluyendo poliéster y PEEK (poliéter éter cetona) pero que los polímeros preferidos son poliolefinas orientadas.

Un inconveniente del proceso descrito en el documento GB 2253420A es que el intervalo de temperatura en el cual se produce la fusión es muy estrecho. En consecuencia, es difícil conseguir el grado de fusión parcial deseado de las regiones externas de los hilos. La fusión inadecuada de los hilos resulta en malas propiedades mecánicas. La fusión excesiva de los hilos resulta en pérdida de orientación y disminución de las propiedades mecánicas. Se requiere un control preciso del proceso si el artículo no se ha de "subfundir" o "sobrefundir".

En el documento WO 98/15397, se desvela un proceso relacionado en el que un conjunto de hilos de poliolefina formados por fusión se mantiene en contacto íntimo a una temperatura elevada suficiente para fundir una proporción de los hilos, mientras que se somete a una presión de compactación no superior a 10 MPa. Si se desea, los hilos pueden haber sido sometidos a un proceso de reticulación previo, preferentemente un proceso de reticulación por irradiación que comprende irradiar los hilos con una radiación ionizante en un entorno inerte que contiene compuestos de alquino o dieno y a continuación realizar una etapa de hibridación que comprende hibridar el polímero irradiado a una temperatura elevada, en un entorno inerte que contiene compuestos de alquino o dieno. Se dice que la reticulación previa puede hacer que la temperatura de compactación sea menos crítica, y mejorar las propiedades mecánicas, en particular la resistencia a la ruptura a temperatura elevada.

No hay ningún trabajo publicado sobre el uso de artículos en los que se intercala una película de polietileno entre las capas de fibra de polietileno, y la capa sometida a compactación en caliente.

Marais et al., en Composites Science and Technology, 45, 1992, pp. 247-255, describen un proceso en el que la compactación tiene lugar a una temperatura superior al punto de fusión de la película pero por debajo del punto de fusión de las capas de fibra. Los artículos resultantes tienen propiedades mecánicas modestas.

Ogawa et al., En Journal of Applied Polymer Science, 68, 1998, pp. 1431-1439, describen artículos fabricados de capas de fibras de polietileno de peso molecular ultra alto (p.f. 145-152 °C) y películas de polietileno de baja densidad (p.f. 118 °C). Se dice que la temperatura de moldeo está entre los puntos de fusión de la fibra y la capa intermedia (matriz). La fracción volumétrica de las fibras se indica que es de 0,69 o 0,74. Sin embargo, se dice que los artículos tienen propiedades sorprendentemente pobres, posiblemente debido a una adhesión débil entre las fibras y la matriz (película fundida). Se fabricó otro artículo con fibras de polietileno solas, y las condiciones del proceso indujeron una fusión parcial, con propiedades más pobres.

Hay una necesidad de un medio simple y práctico que pueda reducir la criticidad de la temperatura de compactación, en un proceso de compactación en caliente. Además, existe una necesidad continua de mejorar las propiedades mecánicas en los artículos resultantes. Un objeto de la presente invención es lograr realizaciones en las que se cumplan una o ambas de estas necesidades, al menos en parte, de una manera que se pueda practicar.

Por consiguiente, en un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un artículo polimérico de acuerdo con la reivindicación 1. Se desvelan las realizaciones preferidas en las reivindicaciones dependientes. Un artículo de acuerdo con la reivindicación 1 se puede fabricar mediante un proceso que comprende las siguientes etapas:

(a) formar una capa que tiene capas sucesivas, en concreto

(i) una primera capa formada por hilos de un material polimérico orientado;
(ii) una segunda capa de un material polimérico;
(iii) una tercera capa fabricada de hilos de un material polimérico orientado, en donde la segunda capa tiene una temperatura máxima de fusión más baja que la de la primera y tercera capas;

(b) someter la capa a condiciones de tiempo, temperatura y presión suficientes para fundir una proporción de la

primera capa, fundir completamente la segunda capa y fundir una proporción de la tercera capa; y para compactar la capa; y

(c) enfriar la capa compactada.

"Enfriar" en el primer y segundo aspectos pueden incluir el permitir que la capa compactada se enfríe de forma natural; enfriamiento por tracción forzada; enfriamiento profundo; cualquier otro tipo de enfriamiento acelerado; y enfriamiento retardado.

El término "hilos" se usa en el presente documento para denotar todos los elementos alargados orientados de material polimérico útiles en esta invención. Pueden estar en forma de fibras o filamentos. Pueden estar en forma de bandas, lazos o cintas, formadas, por ejemplo, cortando películas formadas por fusión, o por extrusión. Sea cual sea su forma, los hilos pueden colocarse en una banda no tejida para el proceso de la invención. Como alternativa, se pueden formar en hilos que comprenden múltiples filamentos o fibras, o se pueden usar en forma de un hilo monofilamento. Los hilos se forman generalmente en un tejido por tejedura o tricotado. Opcionalmente, los hilos se pueden haber sometido a un proceso de reticulación, como se describe en el documento WO 98/15397. Los tejidos preferentemente están constituidos por cintas, hilos de fibras o hilos de filamentos, o pueden comprender una mezcla de hilos o cintas de fibras o de filamentos. Los más preferidos para su uso en dichas primera y tercera capas son tejidos que se tejen a partir de cintas planas, ya que se cree que esta geometría da lugar al mejor traslado de propiedades de la fase orientada a las propiedades de la lámina compactada final.

Los hilos se pueden fabricar por cualquier proceso adecuado, por ejemplo formación en solución o en gel o en masa fundida, preferentemente mediante la formación en masa fundida.

Preferentemente, al menos el 1 % de cada una de la primera capa se funde, preferentemente al menos el 3 %, más preferentemente al menos el 5 %. Son especialmente preferidas las realizaciones en las que al menos el 10 % de la primera capa se funde (vol/vol de la primera capa).

Preferentemente, no más del 30 % de la primera capa se funde, más preferentemente no más del 25 %. Son muy preferidas realizaciones en las que no más del 20 % de la primera capa se funde, y especialmente no más del 15 % (vol/vol de la primera capa).

Preferentemente, al menos el 1 % de cada una de la tercera capa se funde, preferentemente al menos el 3 %, más preferentemente al menos el 5 %. Son especialmente preferidas las realizaciones en las que al menos el 10 % de la tercera capa se funde (vol/vol de la tercera capa).

Preferentemente, no más del 30 % de la tercera capa se funde, más preferentemente no más del 25 %. Son muy preferidas realizaciones en las que no más del 20 % de la tercera capa se funde, y especialmente no más del 15 % (vol/vol de la tercera capa).

Preferentemente, al menos el 1 % de la capa se funde, preferentemente al menos el 3 %, más preferentemente al menos el 5 % y lo más preferentemente al menos el 10 % (vol/vol de la capa total).

Preferentemente, no más del 35 % de la capa se funde, preferentemente no más del 25 %, más preferentemente no más del 20 % y lo más preferentemente no más de 15 % (vol/vol de la capa total).

Preferentemente, la capa comprende una pluralidad de capas del tipo definido anteriormente como segunda capa, por ejemplo de 2 a 40, preferentemente de 4 a 30, cada una de dichas capas que se intercala entre las capas del tipo definido anteriormente como la primera y tercera capas.

En ciertas realizaciones de la invención, los hilos de un material polimérico orientado de la primera y tercera capas pueden comprender -preferentemente pueden consistir en- polietileno, polipropileno, polioximetileno o poliéster, incluidos en forma de homopolímero, copolímero o terpolímero. En ciertas realizaciones pueden emplearse mezclas de polímeros y polímeros rellenos. En realizaciones especialmente preferidas, los hilos son de un material homopolimérico, lo más preferentemente un homopolímero de polipropileno o polietileno.

En ciertas realizaciones de la invención, la o cada segunda capa puede comprender -preferentemente puede consistir en- polietileno, polipropileno, polioximetileno o poliéster, incluidos en forma de homopolímero, copolímero o terpolímero. En ciertas realizaciones pueden emplearse mezclas de polímeros y polímeros rellenos. En realizaciones especialmente preferidas, la o cada segunda capa es de un material homopolimérico, lo más preferentemente un homopolímero de polipropileno o polietileno.

Preferentemente, la primera y tercera capas son del mismo tipo de material polimérico (por ejemplo, ambas de polipropileno). Preferentemente, la o cada segunda capa es del mismo tipo de material polimérico. Lo más preferentemente, la o cada segunda capa es de la misma composición y grado químicos, excepto por el hecho de que preferentemente es de menor orientación (y por consiguiente funde a una temperatura más baja que la primera

y tercera capas).

La temperatura mínima a la que se deben compactar las fibras preferentemente es aquella a la que el borde frontal de la endotermia, medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC), de las fibras de polímero restringidas extrapoladas a cero corta el eje de temperatura. Preferentemente, la temperatura a la que se compactan las fibras no es mayor que la temperatura máxima de fusión restringida a la presión de compactación ambiente -es decir, la temperatura a la que la endotermia alcanza su punto más alto.

La o cada segunda capa se podría formar *in situ* en la primera o tercera capas, por ejemplo mediante la administración del material polimérico de la o cada segunda capa a la respectiva primera o tercera capas en forma de partículas, por ejemplo mediante pulverización.
Como alternativa, y preferentemente, la o cada segunda capa se preforma, y se deposita sobre la primera o tercera capas. La o cada segunda capa se podría preformar a partir de hilos del material polimérico. Los hilos se podrían depositar en una banda no tejida. Se pueden formar en hilos que comprenden múltiples filamentos o fibras, o se pueden utilizar en forma de hilo monofilamento. Los hilos, por ejemplo hilos de filamentos, hilos o cintas de fibras, se podrían conformar en un tejido por tejedura tejiendo o tricotado. Sin embargo, lo más preferentemente, la o cada segunda capa comprende -preferentemente consiste en- una película. La película normalmente puede tener una orientación uniaxial o biaxial resultante de su formación, pero tal que el grado de orientación normalmente será mucho menor que el de los hilos que constituyen la primera y tercera capas. La o cada segunda capa puede estar constituida por una pluralidad de películas, por ejemplo 2-5, pero preferentemente está constituida por una única película.

Preferentemente, la o cada segunda capa (independientemente de cómo esté constituida) tiene un espesor no superior a 100 µm, más preferentemente no superior a 40 µm, y lo más preferentemente no superior a 20 µm (con referencia a su espesor cuando está bajo compresión en la capa, a una temperatura por debajo de su temperatura de fusión).

Preferentemente, la o cada segunda capa (independientemente de cómo esté constituida) tiene un espesor de al menos 5 µm, más preferentemente de al menos 10 µm (con referencia a su espesor cuando está bajo compresión en la capa, pero por debajo de su temperatura de fusión).

Preferentemente, el espesor de cada una de la primera y tercera capas supera al de la o cada segunda capa. Preferentemente, el espesor de cada una es al menos 5 veces el de la o cada segunda capa.

Preferentemente, el espesor de cada una de la primera y tercera capas es superior a 50 µm, y más preferentemente es superior a 100 µm.

Preferentemente, el espesor de cada una de la primera y tercera capas no es superior a 1 mm, y preferentemente no es superior a 400 µm.

Preferentemente, la o cada segunda capa tiene una temperatura máxima de fusión al menos 5 °C inferior a la temperatura máxima de fusión de la primera y tercera capas, más preferentemente al menos 10 °C inferior, lo más preferentemente al menos 20 °C inferior.

Un proceso de compactación en caliente puede usar una presión de compactación no superior a 10 MPa. También se prefiere que se use una sola presión a lo largo del proceso 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.

Preferentemente, los materiales poliméricos no han sido sometidos a un proceso de reticulación antes de su compactación, por ejemplo del tipo descrito en el documento WO 98/15397. Se ha comprobado que la presente invención proporciona beneficios en términos de la "ventana de temperatura" sin necesidad de reticulación.

Preferentemente, los materiales poliméricos no han sido sometidos a un tratamiento de descarga corona antes de la compactación. Más preferentemente, los materiales poliméricos no han sido sometidos a tratamiento superficial antes de la compactación.

La compactación de los materiales poliméricos puede llevarse a cabo en un autoclave, o en una prensa de doble cinta u otro aparato en el que el ensamblaje se introduce a través de una zona de compactación donde se somete a la temperatura y presión elevadas requeridas. Por lo tanto, el proceso se puede operar como un proceso continuo o semicontinuo. El enfriamiento preferentemente se efectúa mientras la banda compactada está restringida contra el cambio dimensional, por ejemplo manteniéndose bajo tensión, que puede aplicarse uniaxial o biaxialmente, o estando todavía bajo una presión de compactación. La restricción puede ayudar al mantenimiento de buenas propiedades en la fase orientada.

El artículo puede ser considerado como un material compuesto de polímero constituido por una capa intermedia o

fase de unión producida durante el proceso, derivado de la fusión completa de la segunda capa y la fusión parcial de la primera y tercera capas, y una fase orientada, siendo la proporción no fundida principal de las fibras de la primera y tercera capas.

Por medio de la presente invención los artículos se pueden fabricar con ciertas propiedades mecánicas superiores a las que se obtendrían utilizando un proceso convencional que no emplea una segunda capa fundida. En particular, la resistencia al desprendimiento y la resistencia a la ruptura se pueden mejorar significativamente, manteniendo el módulo de tracción a un buen nivel.

Se puede proporcionar un artículo con el proceso mencionado anteriormente.

Los artículos fabricados mediante el proceso descrito anteriormente son adecuados para conformarlos en forma, por un proceso realizado después de la compactación (posformado).

Se proporciona otro proceso para formar un artículo conformado por la aplicación de calor y una fuerza de conformación a un artículo. Convenientemente, el artículo puede ser una lámina plana y el artículo conformado, por ejemplo, puede ser pandeado, curvado, abovedado o no plano de otro modo.

Se puede proporcionar otro artículo con el proceso mencionado anteriormente.

Una capa, como se define en la etapa (a) del proceso mencionado anteriormente, se puede proporcionar antes de llevar a cabo las etapas (b) y (c).

La invención se ejemplifica adicionalmente, con referencia a los siguientes ejemplos, establecidos en series.

En estos ejemplos, se utilizaron los métodos de ensayo convencionales.

El módulo de tracción y la resistencia a la tracción se determinaron siguiendo los protocolos de la norma ASTM D638. La resistencia a la flexión se determinó siguiendo los protocolos de la norma ASTM D790.

La resistencia al desprendimiento se determinó por los protocolos del ensayo T-Peel, ASTM D1876. Las muestras para ensayos tenían 10 mm de ancho y 100 mm de largo y se analizaron usando una velocidad de la cruceta de 100 mm/min. El ensayo se llevó a cabo paralelo a la dirección de la urdimbre.

En todos los casos se analizaron tres muestras y los resultados se promediaron.

El porcentaje de material fundido se determinó por calorimetría diferencial de barrido (DSC) realizada a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

SERIE DE EJEMPLO A

Se tejieron capas de tejido, en un tejido liso, de CERTRAN, un multifilamento hilado de 250 denier de los filamentos hilados por fusión de polietileno homopolimérico orientado disponibles en Hoechst Celanese, y se caracterizaron como sigue:

Peso molecular		**Resistencia a la rotura**	**Secante inicial a la tracción**	**Módulo al 2 %**
(Mw)	**(Mn)**	**(GPa)**	**(GPa)**	**(GPa)**
130.000	12.000	1,3	58	43

Las muestras, utilizando dos capas de tela tejida, se procesaron en una prensa caliente utilizando un proceso a presión de dos etapas. Se aplicó una presión inicial de 0,7 MPa (100 psi) mientras el conjunto alcanzaba la temperatura de compactación. Después de un tiempo de permanencia de 2 minutos a esta temperatura, se aplicó una presión mayor de 2,8 MPa (400 psi) durante 1 minuto, momento en el que el conjunto se enfrió a una velocidad de aproximadamente 20 °C por minuto a 100 °C. Las muestras se prepararon bajo tres condiciones. En primer lugar, la compactación normal a una temperatura de 138 °C. En segundo lugar, se dispuso una capa de la película de LDPE entre las dos capas de tela tejida y a continuación se procesó a 126 °C (por encima del punto de fusión de la película pero por debajo del punto de fusión de las fibras orientadas). Finalmente se preparó una muestra intercalando una capa de la película de LDPE entre las dos capas de tela tejida y procesando a una temperatura de 136 °C.

Los resultados de estos ensayos se muestran en la siguiente tabla.

Muestra	Temperatura de compactación (°C)	% de material fundido con fibra	Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)	Módulo de tracción (GPa)
Técnica de compactación convencional (comparación)	138	26	7,2	9,2
Tela tejida de PE + película de LDPE entrelazada (comparación)	126	0	6,8	3,1
Tela tejida de PE + película de LDPE entrelazada	136	14	11,2	8,1

Para la técnica de compactación convencional sin película, se encontró que una temperatura de compactación de 138 °C era óptima para dar un buen módulo y un nivel de unión intercapas razonable (resistencia al desprendimiento). Esta temperatura óptima estaba muy próxima al punto donde se produjo la fusión cristalina principal, a 139 °C. Usando una película intercalada, pero procesando a 126 °C, solo lo suficiente para fundir completamente la película intercapa, pero no las superficies de las fibras, se desarrolló una buena unión entre capas, pero el módulo era pobre, debido presumiblemente a una unión interfibras pobre, tal como será difícil que el material fundido penetre en los haces de fibras. Finalmente, la muestra fabricada con la película intermedia pero procesada a 136 °C, donde se produjo la fusión selectiva de las fibras orientadas, muestra la mayor resistencia al desprendimiento y un buen módulo. Además, estas propiedades se obtuvieron a una temperatura 2 °C por debajo de la temperatura requerida para la compactación sin película, ensanchando la ventana de procesamiento, ya que existe un menor riesgo de sobrefusión a una temperatura de 139 °C.

SERIE DE EJEMPLO B

En estos ejemplos, se prepararon artículos monolíticos parcialmente fundidos, usando cinta de polietileno orientado TENSYLON producido por Synthetic Industries, EE.UU., que tienen las siguientes características:

Resistencia a la tracción	1,5 GPa
Módulo de tracción	88 GPa
Denier	720

Esto se tejió en un tejido. Para la capa intermedia se obtuvo un polietileno de tipo muy similar, FL5580 de calidad de película de Borealis A/S, Dinamarca, punto de fusión 130 °C. Éste se extruyó en una película de aproximadamente 10-15 µm de espesor, usando una extrusora de película convencional y una matriz de película.

Se llevaron a cabo experimentos de compactación en un intervalo de temperaturas entre el punto de fusión de la película (aproximadamente 130 °C) hasta e incluyendo el intervalo de compactación normal para este material (148-156 °C). La tela tejida era delgada (densidad superficial 83 g/m^2) y para obtener una presión uniforme sobre el conjunto durante la compactación se utilizaron láminas de caucho dentro de las placas de metal normales utilizadas para la compactación, con láminas de aluminio blandas entre las láminas de caucho y la capa compactada. El tiempo de permanencia fue de 5 minutos. El enfriamiento fue a 20 °C/min.

En la primera serie de pruebas, las muestras se compactaron en el intervalo de temperatura de 148-156 °C, con y sin película intercalada. Las Figuras 1, 2 y 3 muestran el módulo de tracción, la resistencia al desprendimiento y la resistencia a la tracción de estas muestras.

Se verá a partir de la Figura 1 que cuando se utiliza una capa intermedia, el módulo de tracción muestra una disminución monotónica con la temperatura, en oposición al pico observado con la compactación normal. Se deduce que la capa intermedia produce mayores niveles de unión a bajas temperaturas de compactación haciendo que las propiedades sean menos sensibles a la cantidad de material fundido producido.

La resistencia al desprendimiento de las muestras de película intercaladas (Figura 2) es superior en todo el intervalo de temperatura, en comparación a la compactación normal.

La resistencia a la tracción (Figura 3) fue similar para las dos muestras; se disipó la preocupación de que esta propiedad podría verse comprometida por el uso de la capa intermedia.

Se ha desarrollado un índice de rendimiento (PI) en un intento por discernir la combinación óptima de las propiedades de la lámina compactada. Si consideramos el módulo de tracción E, la resistencia a la tracción σ y la resistencia al desprendimiento, Peel, suponiendo que cada propiedad es igualmente importante, se define como sigue:

$$PI = 100x\frac{\left[\left(\frac{E_T}{E_{máx}}\right)+\left(\frac{\sigma_T}{\sigma_{máx}}\right)+\left(\frac{Peel_T}{Peel_{máx}}\right)\right]}{3}$$

donde el subíndice T se refiere a una temperatura de compactación particular y el subíndice máx se refiere al valor máximo medido para todas las muestras. Los valores del índice de rendimiento se muestran a continuación en la Figura 4. A partir de esto se observa que las muestras de intercapa muestran una combinación de propiedades menos variable, en particular con mejores propiedades a temperaturas de compactación más bajas que las muestras correspondientes sin capa intermedia. Esto confirma la opinión de que se puede usar una temperatura de compactación más baja cuando se emplea una capa intermedia, lo que proporciona ventajas de procesamiento.

SERIE DE EJEMPLO C

Los ensayos de este ejemplo emplearon los mismos materiales, equipos y técnicas que en el Serie de Ejemplo B. Se proporciona una comparación de las propiedades de láminas compactadas realizadas a tres temperaturas: una muestra compactada normal efectuada a la temperatura óptima convencional de 154 °C, una muestra intermedia fabricada a 152 °C y una muestra intermedia de comparación fabricada a 135 °C, que es suficiente para fundir la capa intermedia, pero no cualquier parte de las cintas TENSYLON. Los resultados se muestran a continuación.

Configuración de muestra	**Temperatura del conjunto (°C)**	**Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)**	**Módulo de tracción (GPa)**	**Resistencia a la tracción (GPa)**
Técnica de compactación convencional (comparación)	154	10 ± 2,7	29,6 ± 3,9	535 ± 55
Tela tejida de PE + película de LDPE entrelazada	152	10,6 ± 1,5	26,8 ± 1,6	483 ± 28
Tela tejida de PE + película de LDPE entrelazada (comparación)	135	5,9 ± 0,9	14,5 ± 2,7	283 ± 25

La compactación a una temperatura justo por encima de la temperatura de fusión de la capa intermedia, pero por debajo del intervalo de fusión de las cintas orientadas (135 °C) da modestas propiedades mecánicas. La muestra fabricada a 152 °C con la capa intercalada muestra valores comparables de módulo de tracción, resistencia y resistencia al desprendimiento, en comparación con la muestra compactada normal fabricada a 154 °C. Por lo tanto, el uso de la película da la posibilidad de bajar la temperatura de compactación 2 °C, aumentando el ancho de la ventana de procesamiento.

SERIE DE EJEMPLO D

Se llevaron a cabo ensayos para investigar el impacto del uso de capas intercaladas de película de polipropileno (PP) en combinación con las capas normales de cintas de tejido de polipropileno. La película de PP esta vez era del mismo grado de polímero que se usó para las cintas estiradas y tejidas. El polímero, grado 100GA02, se obtuvo de BP Chemicals, Grangemouth, UK.

La película tenía las siguientes propiedades:

Mn = 78.100
Mw = 360.000
Densidad = 910 kg/m^3

Se extruyó usando un extrusor de un solo tornillo Brabender y un troquel de película convencional ajustado a una temperatura de 260 °C. El tornillo de extrusión y las velocidades de enrollado (8 rpm y 4,6 m/min) se seleccionaron de tal manera que se produjo un espesor de película de aproximadamente 15 µm.

La siguiente etapa en el estudio fue para la fabricación de una gama de muestras, con la película como capa intermedia, y sin (comparación), para evaluar el impacto de una capa intermedia en las propiedades de la lámina compactada. Los ensayos DSC, llevados a cabo a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min, mostraron que el punto de fusión máximo de la película era de 162 °C, mientras que el punto de fusión máximo restringido de las cintas orientadas era de 194 °C. Por lo tanto, las muestras compactadas se prepararon a una temperatura de 175 °C, lo suficientemente alta para fundir completamente la película, pero no lo suficientemente alta para causar

algo fusión de la fase orientada.

El material utilizado fue una cinta de tela tejida, formada a partir de una película cortada, relación de estiramiento nominal de 10:1, tejida en un estilo 6060. Se utilizó un único proceso de presión (4,6 MPa) con un tiempo de permanencia de 5 minutos. Las muestras también se compactaron a 180, 187, 189, 191, 193, 195, 197 y 200 °C. La velocidad de enfriamiento fue de 50 °C/min, lograda haciendo pasar agua fría a través de las placas de calentamiento.

En la primera serie de pruebas, se prepararon muestras de 4 capas para la medición de la fuerza de unión entre capas, usando el ensayo de desprendimiento en 'T'. Los resultados se dan en la Figura 5.

Se observa que a todas las temperaturas de compactación, la resistencia al desprendimiento es mayor cuando se usa la capa intermedia.

La siguiente etapa fue medir el comportamiento de tensión-deformación de diversos materiales para ver si estas propiedades se habían reducido de alguna manera.

Los resultados se muestran en las Figuras 6 y 7.

Como se muestra en la Figura 6, dentro de la dispersión experimental no se observó ninguna diferencia significativa entre el módulo de tracción inicial de los dos grupos de muestras. Se observa que el módulo es relativamente constante entre 191 y 197 °C para ambos conjuntos de muestras. Así, en esta serie de ensayos, la introducción de una película delgada de material entre las capas tejidas no tiene ningún efecto perjudicial discernible sobre el módulo de la muestra compactada.

Para los resultados de la resistencia a la tracción mostrados en la Figura 7 hubo una diferencia más clara observada entre los dos conjuntos de muestras. En este caso las muestras preparadas con la película mostraron una mayor resistencia a la tracción que las compactadas normalmente. Esta diferencia es mayor a las temperaturas más bajas cuando hay poca fusión superficial de las cintas orientadas. Sin embargo, incluso en el intervalo de compactación "óptimo", las muestras de película muestran una resistencia a la tracción ligeramente superior.

La siguiente tabla presenta un resumen de los resultados de los ensayos de resistencia a la tracción y resistencia al desprendimiento (protocolos ASTM como se ha señalado anteriormente), con respecto a la resistencia al desprendimiento, el módulo de tracción, la resistencia a la tracción y la deformación hasta rotura.

En un intento por discernir la combinación óptima de los cuatro parámetros mencionados anteriormente, y ayudar a evaluar el impacto de la película intercalada, se obtuvo el siguiente índice de rendimiento (PI). Asumiendo que cada propiedad analizada es igualmente importante, esto es como sigue

$$PI = 100x\frac{\left[\left(\frac{E_T}{E_{máx}}\right)+\left(\frac{\sigma_T}{\sigma_{máx}}\right)+\left(\frac{\varepsilon_T}{\varepsilon_{máx}}\right)+\left(\frac{Peel_T}{Peel_{máx}}\right)\right]}{4}$$

donde el subíndice T se refiere a una temperatura de compactación particular y el subíndice máx se refiere al valor máximo medido para todas las muestras. Los valores del índice de rendimiento también se muestran en la tabla siguiente y en la Figura 8. Se observa que las muestras de intercapa tienen un mejor equilibrio de propiedades comparadas con las muestras normales cuando se analizan de esta manera, pero con la resistencia al desprendimiento que muestra la mejora más marcada.

Se observará que el valor PI de las muestras fabricadas de acuerdo con la invención, que emplean una película como capa intermedia, superó el correspondiente al valor "sin película" a cada temperatura de compactación dada. El mejor rendimiento se consiguió cuando se produjo cierta fusión del tejido, notablemente a una temperatura de compactación de aproximadamente 189-197 °C. El valor PI fue mayor en la muestra de "intercapa".

	Temperatura de compactación (°C)	**Módulo de tracción (GPa)**	**Resistencia a la tracción σ (MPa)**	**Deformación hasta rotura ε**	**Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)**	**Índice de rendimiento (PI)**
Sin película †	175	2,99	67	5	0,63	38
	180	2,31	93	12	1,17	46
	187	2,24	123	15	1,89	55
	189	2,87	148	18	3,7	69

(continuación)

	Temperatura de compactación (°C)	Módulo de tracción (GPa)	Resistencia a la tracción σ (MPa)	Deformación hasta rotura ε	Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)	Índice de rendimiento (PI)
	191	3,41	154	18	4,98	76
	193	3,43	155	15	7,53	77
	195	3,4	138	21	7,2	80
	197	3,39	137	20	> 7,2 *	79
	200	1,4	29	20	> 7,2 *	49
Con película	175 †	3,09	100	7	5,21	53
	180	2,59	155	16	6,23	70
	187	2,47	145	17	8,66	72
	189	3,1	163	18	11	84
	191	3,13	168	18	12,3	87
	193	3,18	173	20	13,7	93
	195	3,44	150	19	16,6	94
	197	3,49	136	20	> 16,6 *	94
	200	1,4	29	20	> 16,6 *	63
	175	2,99	67	5	0,63	38
	180	2,31	93	12	1,17	46
	187	2,24	123	15	1,89	55
	189	2,87	148	18	3,7	69
	191	3,41	154	18	4,98	76
	193	3,43	155	15	7,53	77
	195	3,4	138	21	7,2	80
	197	3,39	137	20	> 7,2 *	79
	200	1,4	29	20	> 7,2 *	49
* muestras demasiado bien unidas para su análisis en el ensayo de desprendimiento † comparaciones						

Imágenes de SEM de las superficies de fractura de desprendimiento de polipropileno

Las muestras compactadas a 175, 191 y 193 °C se seleccionaron por microscopía SEM de sus superficies de fractura después del ensayo de desprendimiento. Las muestras fueron las siguientes.

Muestra	Temperatura de compactación (°C)	Detalles
comparación	175	sin película
comparación	175	1 capa 100GA02
comparación	191	sin película
invención	191	1 capa 100GA02
comparación	193	sin película
invención	193	1 capa 100GA02

Las resistencias al desprendimiento medidas para estas muestras se presentan en la siguiente tabla.

Temperatura de compactación (°C)	Sin película	Con película
175	0,63 ± 0,12	5,21 ± 0,98
191	4,98 ± 1,6	12,3 ± 4,1
193	7,53 ± 3,52	13,7 ± 3,5
Cargas de fractura de desprendimiento (N/10 mm)		

Las micrografías SEM asociadas son las Figs. 9-18. Los comentarios sobre estas micrografías son los siguientes.

175 °C – sin película

Fig. 9: Es una micrografía de bajo aumento (x 50) que muestra el borde de la muestra y la superficie de fractura. El punto clave es que a esta temperatura de compactación de 175 °C, las cintas y las capas están muy mal adheridas.

Fig. 10: Esta micrografía (x 30) muestra la superficie de fractura de desprendimiento para la muestra fabricada a 175 °C sin película. Hay muy poco daño superficial. Como se verá a partir de las

micrografías posteriores, la cantidad de daño superficial se correlaciona muy bien con la resistencia al desprendimiento, como evidencia la cantidad de energía necesaria para separar las superficies. Si las capas tejidas están mal unidas, el fallo se produce entre las capas causando poco daño y una baja carga de desprendimiento. Si las capas están bien unidas, la trayectoria del fallo debe moverse hacia las cintas orientadas, o la capa de película, lo que aumenta la carga de desprendimiento y las muestras presentan entonces un aspecto de superficie mucho más rugoso.

175 °C – con película

Fig. 11: Se trata de una micrografía de bajo aumento (x 50) del borde de la muestra. De nuevo se observa que a esta temperatura las capas y cintas en general están mal adheridas.

Fig. 12: Esta micrografía (x 30) muestra que existe un daño superficial considerable asociado a la interfaz donde se localizó la película, que se correlaciona con el aumento medido de la resistencia al desprendimiento. Sin embargo, también se observa que las propias cintas no están bien unidas a las que están debajo, es decir, donde no hay película.

Para resumir – resultados a 175 °C

- El uso de una película, y el procesamiento a una temperatura por encima del punto de fusión de la película, pero por debajo de la temperatura a la que las cintas orientadas se funden, da una estructura que está bien adherida donde está presente la película, pero mal unida en otros lugares. Es evidente que sería muy difícil que la película penetre a través de las capas de cinta tejida.

- El procesamiento a una temperatura muy por debajo de la temperatura de fusión de las cintas orientadas, y el uso de ninguna película, da una unión pobres a lo largo de la estructura.

191 °C – sin película

Fig. 13: Esta es una micrografía de bajo aumento (x 50) que muestra el borde de la muestra y la superficie de fractura. El punto clave es que a esta temperatura de compactación de 191 °C, donde las superficies de las cintas orientadas ahora están comenzando a fundirse, las capas ahora están mucho mejor unidas y la lámina compactada es más homogénea. Las cintas individuales en la lámina compactada son menos evidentes que a 175 °C (Figura 10).

Fig. 14: Esta micrografía (x 30) muestra la superficie de fractura de desprendimiento para la muestra fabricada a 191 °C sin película. Como era de esperar, hay un aumento de los daños en la superficie en comparación con la muestra realizada a 175 °C. Al igual que con muestras compactadas de forma más tradicional (es decir, sin película) el daño de la superficie es irregular: hay algunas regiones donde se manifiesta el daño y otras donde se manifiesta menos.

191 °C – con película

Fig. 15: Esta es una micrografía de bajo aumento (x 50) del borde de la muestra. Se observa que a esta temperatura las capas están bien adheridas; la estructura ahora es homogénea.

Fig. 16: Esta micrografía (x 30) muestra que una muestra fabricada a 191 °C con una película desarrolla una gran cantidad de daños en la superficie de desprendimiento, lo que refleja la mayor fuerza de desprendimiento medida para esta muestra. Ahora se observa que el daño es más uniforme en toda la superficie de la muestra. Tal vez la introducción de la película en la capa intermedia es capaz de igualar las diferencias locales en la forma en que las dos capas tejidas encajan.

Para resumir – resultados a 191 °C

- El uso de una película, y el procesamiento a una temperatura donde las cintas orientadas comienzan a fundirse, produce la combinación de una estructura general homogénea y regiones de capa intermedia (el punto débil en la estructura), que están muy bien adheridas.

- El nivel de daño (es decir, la unión) es más uniforme sobre la superficie cuando se utiliza una película intercalada

- El nivel de daño para la muestra fabricada a 175 °C con una película es similar al observado para la muestra fabricada a 191 °C sin película, lo que refleja la similitud en los valores de carga de desprendimiento.

193 °C – sin película

Fig. 17: Esta muestra (x30) una superficie de fractura de desprendimiento de una muestra fabricada a 193 °C sin película. La superficie de fractura muestra una cantidad de daño similar a la de la muestra fabricada a 191 °C sin película (Figura 14), pero no tanto como que en la muestra

fabricada a 191 °C con la película. La cantidad de daños en la superficie se correlaciona bien con las cargas de desprendimiento medidas. Al igual que con la muestra fabricada a 191 °C sin película, el daño observado sobre el área es irregular.

193 °C – con película

Fig. 18: Esta micrografía (x30) muestra las regiones donde se ha producido el fallo de cohesión dentro de la película y las regiones de fallo adhesivo en la interfase película/cinta. Esto sugiere que el fallo podría ser una combinación de estos dos modos.

Para resumir – resultados a 193 °C

- El uso de una película, y el procesamiento a una temperatura donde las cintas orientadas comienzan a fundirse, produce la combinación de una estructura general homogénea y regiones de capa intermedia que están bien unidas.
- El nivel de daño (es decir, la unión) es más uniforme sobre la superficie cuando se utiliza una película intercalada. Se propone que la película intercalada sea capaz de rellenar más fácilmente cualquier hueco que pudiera estar presente cuando las capas de tejido se presionan juntas.
- El nivel de daño observado sobre las superficies de fractura de la muestra compactado a 193 °C es mayor que en las superficies correspondientes a 191 °C (Figs. 15, 16) que reflejan el aumento asociado en las resistencias al desprendimiento.

SERIE DE EJEMPLO E

En esta serie de ejemplo se analizaron las propiedades de flexión de muestras compactadas a diferentes temperaturas, con y sin una capa intermedia.

La preparación de la muestra fue como se ha descrito anteriormente. Se usaron los regímenes de ensayo ASTM indicados anteriormente.

La Figura 19 muestra los resultados tanto para el módulo de flexión como para la resistencia a la flexión. Por debajo de la aparición de la fusión superficial selectiva de las cintas orientadas (~187 °C), las propiedades de flexión de las muestras de película intercaladas son mejores que las muestras compactadas convencionalmente. Por encima de esta temperatura, las propiedades de flexión de los dos conjuntos de muestras son muy similares. Las propiedades de flexión son máximas a una temperatura de compactación de 195 °C para ambos conjuntos de muestras.

SERIE DE EJEMPLO F

En esta serie de ensayos se estudió el efecto del espesor de la capa intermedia, utilizando el mismo método y material de polipropileno que se utilizó en la Serie de Ejemplo D. Al igual que con los ejemplos anteriores se usó una película de 10-15 µm de espesor como capa intermedia, utilizándose de 0-3 de dichas películas, con múltiples películas que se colocan juntas en una pila.

Los valores medios para el comportamiento de tensión-deformación y la resistencia al desprendimiento se muestran a continuación en la siguiente tabla.

Temperatura de compactación (°C)	Capa intermedia	Módulo de tracción E (GPa)	Resistencia a la tracción σ (MPa)	Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)
191 °C	sin película	3,41 ± 0,25	154 ± 8	4,98 ± 1,6
	1 capa	3,13 ± 0,05	168 ± 8	12,3 ± 4,1
	2 capas	3,17 ± 0,15	135 ± 9	8,8 ± 1,3
	3 capas	3,00 ± 0,36	137 ± 3	12,5 ± 4,7
193 °C	sin película	3,43 ± 0,29	155 ± 7	7,53 + 3,52
	1 capa	3,18 ± 0,09	173 ± 4	13,7 ± 3,5
	2 capas	3,22 ± 0,18	144 ± 5	9,6 ± 2,3
	3 capas	3,01 ± 0,37	160 ± 9	11,7 ± 4,3

Los resultados indican que el módulo de tracción cae para ambas temperaturas a medida que aumenta el espesor de la película; que la resistencia a la tracción es máxima para el espesor de película de una sola capa y a continuación cae de nuevo a medida que aumenta el espesor; y que las resistencias al desprendimiento son similares para todas las capas de espesor de película, y todas significativamente mayores que las muestras comparativas sin una capa intermedia.

Los resultados, tomados en conjunto, sugieren que la capa única es la óptima, dando el máximo aumento en la

resistencia al desprendimiento para el mínimo de pérdida de módulo de tracción, y con la retención o una ligera mejora en la resistencia a la tracción.

SERIE DE EJEMPLO G

En esta serie de ejemplo se utilizó microscopía SEM para estudiar las superficies de fractura de desprendimiento utilizando los mismos materiales y el procesamiento como se describe en la Serie de Ejemplo B pero que tienen múltiples capas intermedias. La temperatura de procesamiento fue de 193 °C, por lo que las figuras de la Serie de Ejemplo D que proporcionan comparaciones son la Figura 17 (sin película) y la Figura 18 (una capa de película). Las Figuras 20 y 21 son vistas de un producto analizado de desprendimiento correspondiente, pero que tiene dos y tres capas de la película de polímero 100GA02, respectivamente. A modo de comparación, en la muestra de una sola capa de la Fig. 18 de la Serie de Ejemplo D se puede observar que las capas de la película F que están encima de las cintas orientadas debajo. En la Fig. 20 una muestra fabricada con dos capas de película con el borde de la muestra ensaña claramente la capa de película F que se encuentra dentro de la muestra, y la capa de película sobre la propia superficie de desprendimiento. Parece que el fallo se ha producido en este punto predominantemente a través de la capa de película. De esta micrografía podemos observar que la zona de daño se encuentra dentro de la capa de película. La Fig. 21 muestra una región de la superficie que muestra la capa de película gruesa, ahora compuesta de tres capas de la película F. La zona de daño ahora se observa que es mucho más delgada que el espesor total de la película.

SERIE DE EJEMPLO H

Esta serie de ejemplo examinó la importancia del tipo de película utilizada. En algunos de los ensayos la capa intermedia se fabricó a partir del mismo polímero que se utilizó para hacer las cintas orientadas (material de PP 100GA 02 como se ha descrito anteriormente). En otros ensayos se investigaron dos películas de capa intermedia adicional, en concreto.

1) Una película de polipropileno (30 µm de espesor) con un punto de fusión de 163 °C, obtenido de ICI.

2) Una película de PE fabricada en nuestro laboratorio: se empleó el extrusor de un solo tornillo Brabender y la misma matriz de película utilizada para fabricar la película de PP descrita anteriormente. Esta utiliza un PE BOREALIS (grado de película FL5580) y la película extruida final tenía entre 10 y 15 µm de espesor.

Se llevaron a cabo experimentos de compactación utilizando la misma tela de polipropileno tejido como se ha descrito anteriormente (cinta estirada 10:1, estilo 6060, polímero 100GA 02). Los experimentos se llevaron a cabo a dos temperaturas de compactación: a 175 °C, para su comparación, lo suficiente para fundir cada película pero no lo suficiente para fundir las superficies de los materiales orientados y a 193 °C, que está en el valor óptimo para la compactación en caliente normal.

Los resultados se muestran en la siguiente tabla.

		E (GPa)	**σ (MPa)**	**ε**	**Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)**	**Espesor de la muestra (mm)**	**Espesor de la película (µm)**
175 °C	sin película †	2,99	67	5	0,6	0,64	
	película de PP coincidente †	3,09	100	7	5,2	0,64	10-12
	película de PP ICI †	2,45	86		1,3	0,72	30
	película PE †	2,51	92		0,7	0,68	10-15
193 °C	sin película †	3,43	155	15	7,5	0,47	
	película de PP coincidente	3,18	173	20	13,7	0,51	10-12
	película de PP ICI	3,08	103	23	8,7	0,58	30
	película PE	2,70	113	28	2,3	0,53	10-15
† comparaciones							

Los resultados indican que las mejores muestras son las fabricadas con la película de PP coincidente.

SERIE DE EJEMPLO I

En este ejemplo se hizo una evaluación de la aplicación de la invención a los materiales de poliéster (PET).

La tela de PET tejida, y el polímero de una composición química idéntica, fueron suministrados por KOSA, GmbH y Co. KG.

Los detalles de polímero y de la tela fueron como sigue

Polímero	Tipo T51-IV ~0,85, Mn ~22.500
Peso de la tela	200 g/m^2
forma orientada	haces de multifilamentos de 1100 decitex
Estilo de tejido	Tejido liso 9/9 hilos/cm
P.f. máximo	250 °C.

La película de PET (~15 µm de espesor) se coló a partir del polímero usando un extrusor convencional y una matriz de película. En estas pruebas también se utilizó una segunda película de PET, de una composición química diferente a la tela tejida: esta película se orientó ligeramente de forma biaxial.

El trabajo presentado analizaba la aplicación de la invención al material de PET tejido, con y sin película intercalada. Las muestras se prepararon usando ambas películas.

La siguiente tabla muestra una comparación entre el comportamiento de tensión-deformación y resistencia al desprendimiento de muestras fabricadas con y sin película de la misma composición a 257, 258 y 259/260 °C. Como se observa todas las muestras fabricadas con la película mostraron un mayor módulo de tracción, resistencia a la tracción y resistencia al desprendimiento sobre las muestras fabricadas sin película, a una temperatura dada.

Temperatura de compactación (°C)	**Muestra**	**Módulo de tracción (GPa)**	**Resistencia a la tracción (MPa)**	**Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)**
257	sin película †	4,51 ± 0,18	88 ± 18	1,2 ± 0,2
	misma película	5,69 ± 0,52	178 ± 16	5,1 ± 0,6
258	sin película †	4,96 ± 0,4	120 ± 5	2,0 ± 0,4
	misma película	6,65 ± 0,69	175 ± 5	5,9 ± 1,4
260/259	sin película †	6,41 ± 0,77	138 ± 16	7,2 ± 1,2
	misma película	7,27 ± 0,64	188 ± 8	6,9 ± 0,9
† comparaciones				

Como experimentos adicionales también se prepararon otras muestras, utilizando una temperatura de compactación de 257 °C, sin utilizar ninguna película, y las dos películas de PET, y analizado de la manera descrita anteriormente. Los resultados son los siguientes.

Muestra	**Módulo de tracción (GPa)**	**Resistencia a la tracción (MPa)**	**Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)**
sin película	4,51 ± 0,18	88 ± 18	1,2 ± 0,17
película diferente	6,85 ± 0,32	158 ± 13	3,9 ± 0,6
misma película	5,69 ± 0,52	178 ± 16	5,1 ± 0,6

Puede observarse que en este experimento las propiedades mecánicas fueron potenciadas de manera significativa por la presencia de cualquiera de las películas; y que las películas dieron lugar a una mejora de propiedades mecánicas diferentes. En concreto, el módulo de tracción de la muestra con la película diferente es mayor que con la película idéntica, aunque la resistencia a la tracción y la resistencia al desprendimiento son más altas con la película idéntica.

Un hallazgo significativo es que estas propiedades mecánicas se lograron usando una temperatura de compactación de 257 °C. La temperatura óptima para la compactación de PET por el método anterior (sin película) se considera 260 °C. Con PET la ventana de procesamiento es estrecha, lo que podría inhibir la comercialización de los procesos de compactación en caliente que se aplican a PET. Un descenso de la temperatura de compactación a 257 °C, sin embargo, con el logro de buenas propiedades mecánicas, sugiere un beneficio práctico significativo.

SERIE DE EJEMPLO J

Imágenes de SEM de superficies de fractura de desprendimiento de polietileno

Se fabricaron muestras de desprendimiento como se describe en la Serie de Ejemplo B usando cintas de PE TENSYLON tejidas 10:1 (estilo 6060). Las muestras se fabrican con y sin película intercalada. En estas pruebas no había disponible una película del mismo grado que las cintas orientadas y por lo que se utilizó el material de Borealis FL5580, de un grado similar.

Se estudiaron 8 muestras, después de haber sido compactadas a 135 °C, 148 °C, 152 °C y 154 °C, con y sin película de capa intermedia, y se sometieron al ensayo de desprendimiento.

Temperatura de compactación (°C)	Sin película	Con película
135	0,72 ± 0,31	5,94 ± 0,92
148	4,23 ± 0,78	9,02 ± 1,18
152	5,56 ± 1,05	10,6 ± 1,5
154	10 ± 2,73	13,4 ± 3,3
cargas de fractura de desprendimiento (N/10 mm)		

Las micrografías SEM asociadas son las Figs. 22-37 en el presente documento. Los comentarios sobre estas micrografías son los siguientes.

Figs. 22-25: Estas figuras muestran micrografías de bajo aumento de las superficies típicas de fractura de las muestras fabricadas sin película a 135, 148, 152 y 154 °C respectivamente. A medida que la temperatura de compactación se incrementa aumenta el nivel de daños en la superficie. A la temperatura más baja, donde no hay fusión superficial de las cintas de PE, no hay unión de las cintas. A 148 °C, donde las superficies de las cintas están comenzando a fundirse, las cintas aparecen mejor unidas aunque las superficies de desprendimiento presentan daños claros. A 152 °C, los daños en la superficie se han incrementado, lo que refleja el aumento de la carga de desprendimiento medida. Al igual que con los estudios de PP, las áreas de daños en la superficie son variables cuando no se utiliza una película. A 154 °C se incrementa aún más el daño.

Fig. 26-29: Estas cuatro micrografías presentan muestras fabricadas con una película a 135, 148, 152 y 148 °C respectivamente. Todas muestran aumento del daño en la superficie en comparación con las muestras equivalentes preparadas a la misma temperatura. A diferencia de los estudios de PP, la película todavía es visible en algunas de las superficies de fractura, particularmente a 135 °C. A medida que se incrementa la temperatura de compactación, aumenta la cantidad de daño. Solo a 154 °C se observa un daño sustancial dentro de las cintas orientadas (es decir, a la temperatura donde hay fusión superficial sustancial de las cintas). Para las otras temperaturas el modo de fallo parece haber ocurrido en la superficie de la tela de película/tejido, es decir, al menos fallo adhesivo parcial. Por consiguiente, el mejor rendimiento se confirmó como una combinación de la fusión de película y la fusión de las superficies exteriores de la cinta.

Fig. 30: 135 °C sin película: muestra una cinta que va debajo de otra a 90º con respecto a la misma, y confirma falta de unión entre las cintas a esta temperatura.

Fig. 31: 135 °C con película: esta micrografía de gran aumento muestra daños en la superficie y el desgarro de la película intercalada, pero que en algunos casos se ha producido fallo entre la película y la capa de tejido.

Fig. 32: 148 °C sin película: esta micrografía muestra una unión entre las cintas e indica una mucha mejor unión entre las cintas. Sin embargo, hay daños en la superficie mínimos que sugiere que las superficies se separaron con bastante facilidad (es decir, baja resistencia al desprendimiento).

Fig. 33: 148 °C con película: muestra el aumento daños en la superficie pero todavía fallo adhesivo.

Fig. 34: 152 °C con película: aumento en el daño superficial en esta muestra en comparación con las temperaturas más bajas sin película.

Fig. 35: 152 °C con película: muestra fallo adhesivo.

Fig. 36: 154 °C sin película: temperatura óptima sin película: un daño sustancial de las cintas orientadas producidas durante el desprendimiento.

Fig. 37: 154 °C con película: esta muestra dio la superficie desprendida más áspera observada, que se correlaciona con la carga de desprendimiento más alta medida. A esta temperatura de compactación el fallo parece ser cohesivo. El trozo de película de la izquierda muestra evidencias de material desprendido de la cinta adyacente sobre la otra superficie.

REIVINDICACIONES

1. Un artículo polimérico que comprende capas de polímero sucesivas, que comprenden:

(a) una primera capa de polímero que comprende un material polimérico orientado;
(b) una segunda capa de polímero que comprende un material polimérico; y
(c) una tercera capa de polímero que comprende un material polimérico orientado,

en donde la segunda capa de polímero tiene una temperatura de fundición más baja que aquellas de la primera y tercera capas de polímero;
en donde todas las capas comprenden la misma composición química y calidad de polímero seleccionada del grupo que consiste en polietileno, polipropileno, polioximetileno y mezclas de los mismos.

2. El artículo polimérico de la reivindicación 1, en donde cada capa de polímero comprende un material polimérico seleccionado del grupo que consiste en un homopolímero, un heteropolímero, un copolímero, una combinación de polímero o mezclas de los mismos.

3. El artículo polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en donde la segunda capa polimérica tiene una temperatura de fundición al menos 5 °C más baja que la temperatura de fundición de la primera y tercera capas poliméricas.

4. El artículo polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la segunda capa polimérica comprende una capa polimérica preformada.

5. El artículo polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la segunda capa de polímero comprende un grado más bajo de orientación molecular que aquellos de la primera y tercera capas de polímero.

6. El artículo polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la segunda capa de polímero no está orientada.

7. El artículo polimérico de la reivindicación 1, en donde se funde del 10 al 35 % en peso en volumen de la segunda capa de polímero.

8. El artículo polimérico de la reivindicación 1, en donde la segunda capa de polímero está completamente fundida.

9. El artículo polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la primera y tercera capas de polímero están sin fundir.

10. El artículo polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde se funde del 10 al 30 % en peso en volumen de la primera y tercera capas de polímero.

11. El artículo polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde cada capa de polímero comprende un material polimérico biaxial.

12. El artículo polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde el artículo se forma hasta dar una forma mediante un proceso de posformado.

13. El artículo polimérico de la reivindicación 1, en donde la misma composición química y calidad de polímero se selecciona del grupo que consiste polietileno, polipropileno y mezclas de los mismos.

14. El artículo polimérico de la reivindicación 1, en donde la misma composición química y calidad de polímero se selecciona del grupo que consiste en homopolímero de polietileno, homopolímero de polipropileno y mezclas de los mismos.

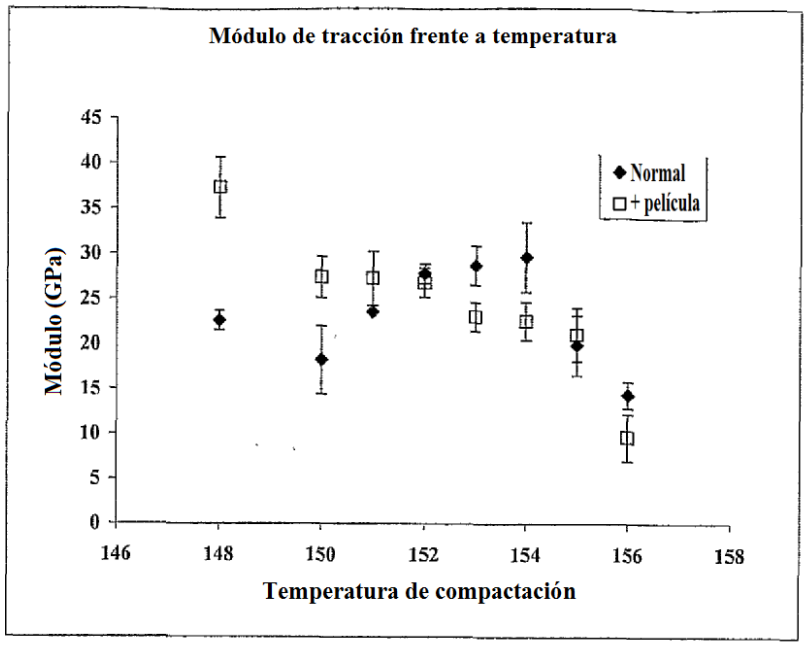
Módulo de tracción frente a temperatura
Módulo (GPa)
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
146
148
150
152
154
156
158
Temperatura de compactación
Normal
+ película

Fig. 1

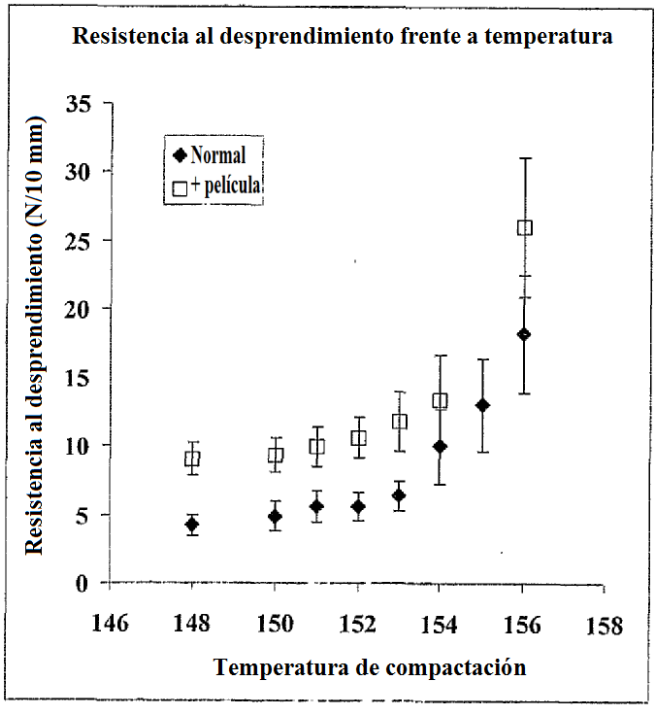
Resistencia al desprendimiento frente a temperatura
Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)
35
30
25
20
15
10
5
0
146
148
150
152
154
156
158
Temperatura de compactación
Normal
+ película

Fig. 2

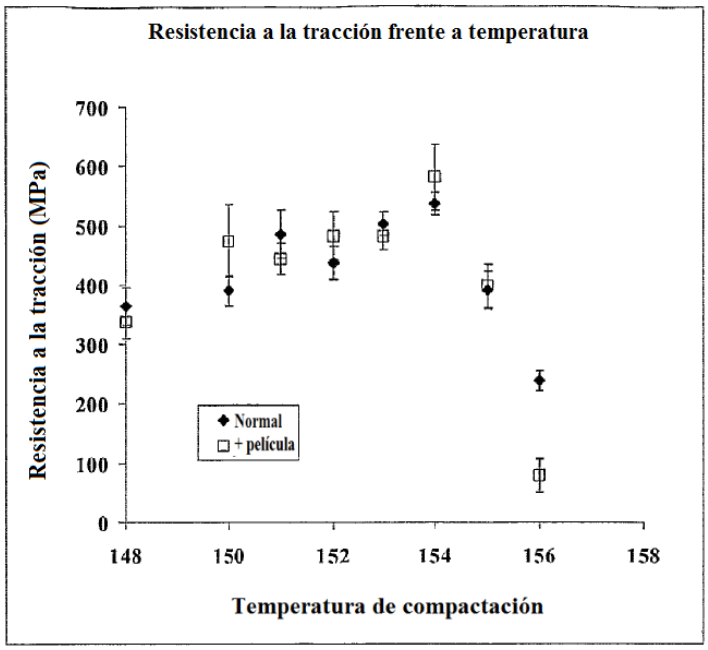
Resistencia a la tracción frente a temperatura
Resistencia a la tracción (MPa)
700
600
500
400
300
200
100
0
148
150
152
154
156
158
Normal
+ película
Temperatura de compactación

Fig. 3

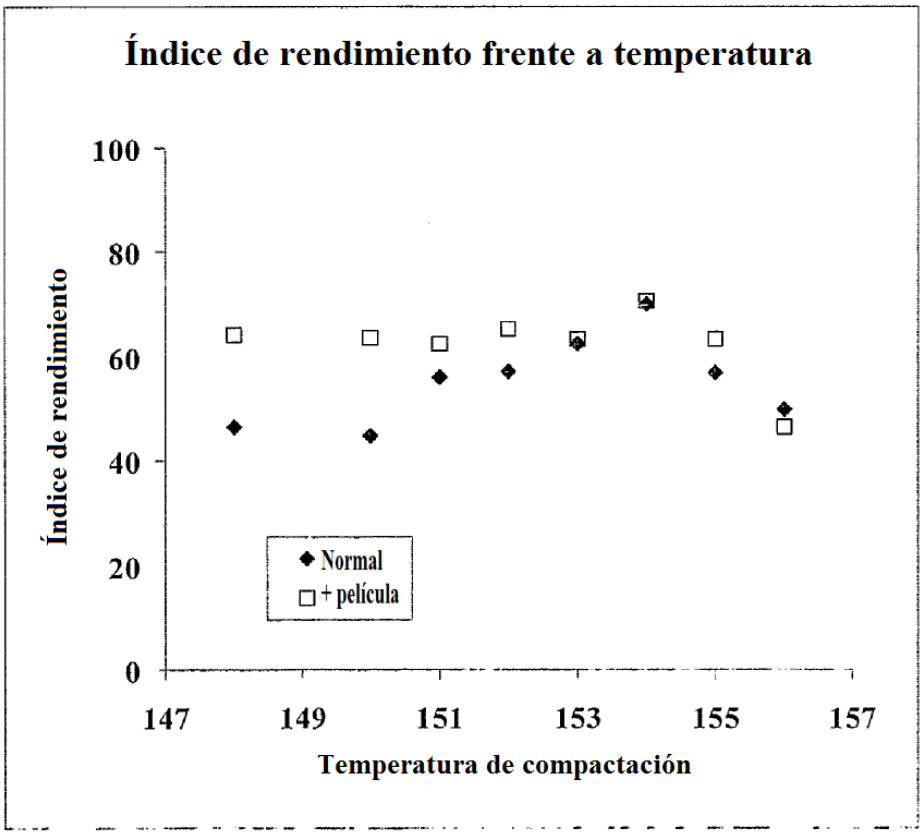
Índice de rendimiento frente a temperatura
Índice de rendimiento
100
80
60
40
20
0
147
149
151
153
155
157
Normal
+ película
Temperatura de compactación

Fig. 4

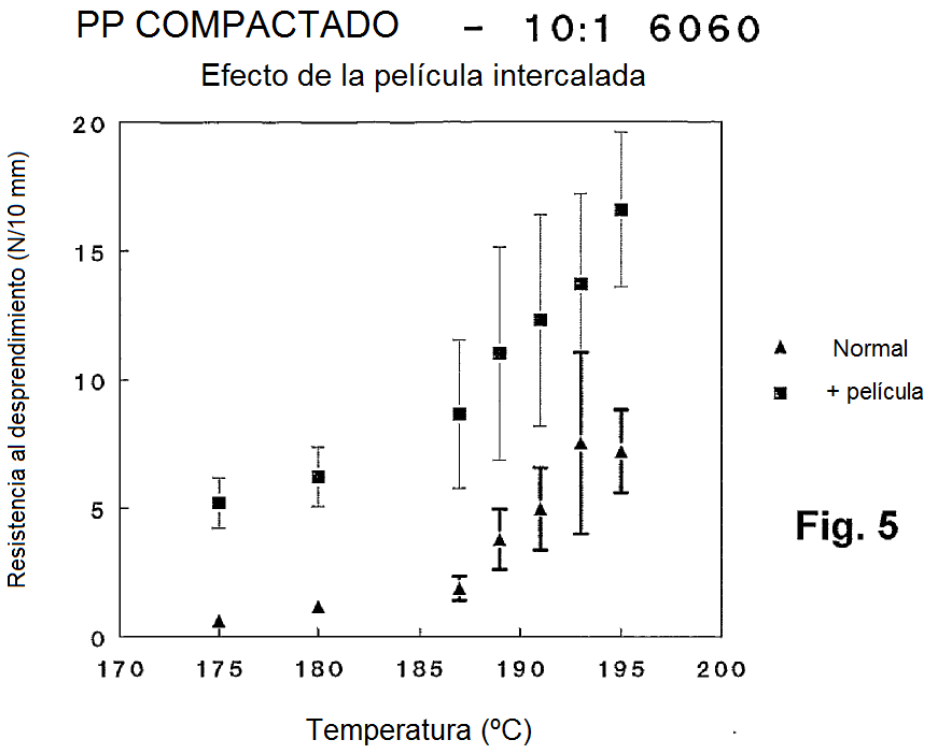
PP COMPACTADO - 10:1 6060
Efecto de la película intercalada
Resistencia al desprendimiento (N/10 mm)
20
15
10
5
0
170
175
180
185
190
195
200
Temperatura (ºC)
Normal
+ película

Fig. 5

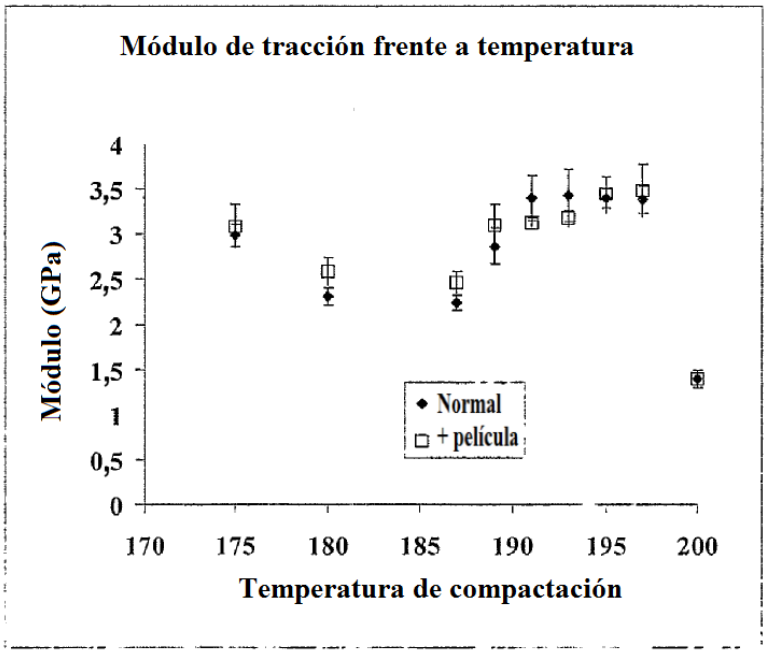
Módulo de tracción frente a temperatura
Módulo (GPa)
4
3,5
3
2,5
2
1,5
1
0,5
0
170
175
180
185
190
195
200
Temperatura de compactación
Normal
+ película

Fig. 6

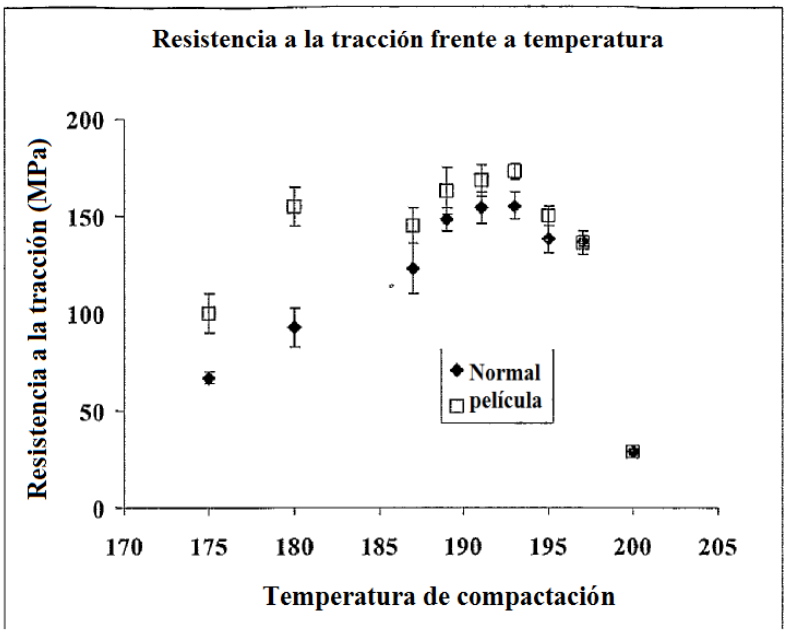
Resistencia a la tracción frente a temperatura
Resistencia a la tracción (MPa)
200
150
100
50
0
170
175
180
185
190
195
200
205
Temperatura de compactación
Normal
película

Fig. 7

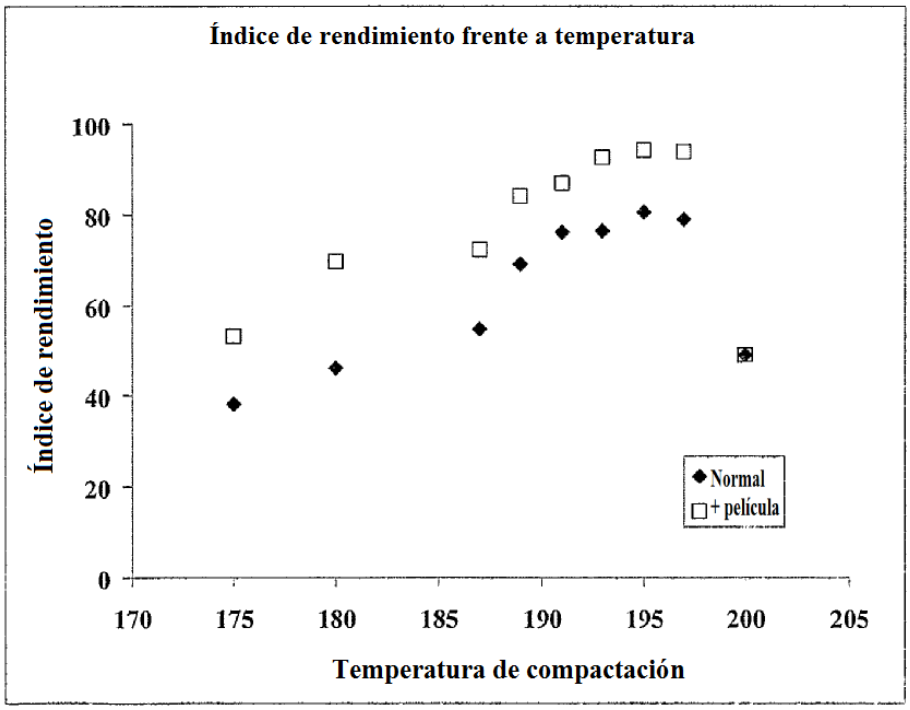
Índice de rendimiento frente a temperatura
Índice de rendimiento
100
80
60
40
20
0
170
175
180
185
190
195
200
205
Temperatura de compactación
Normal
+ película

Fig. 8

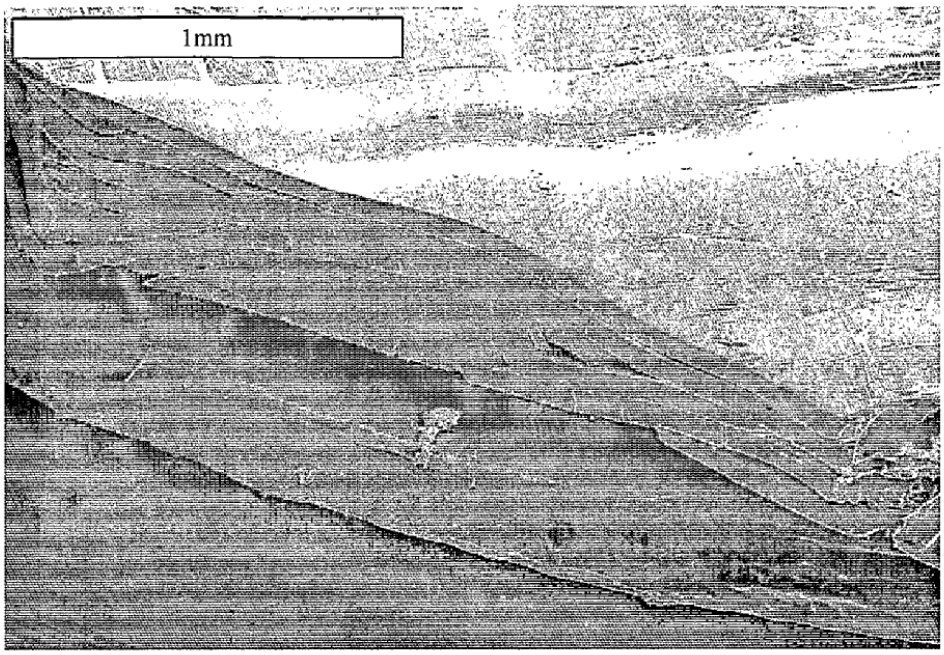

Fig. 9

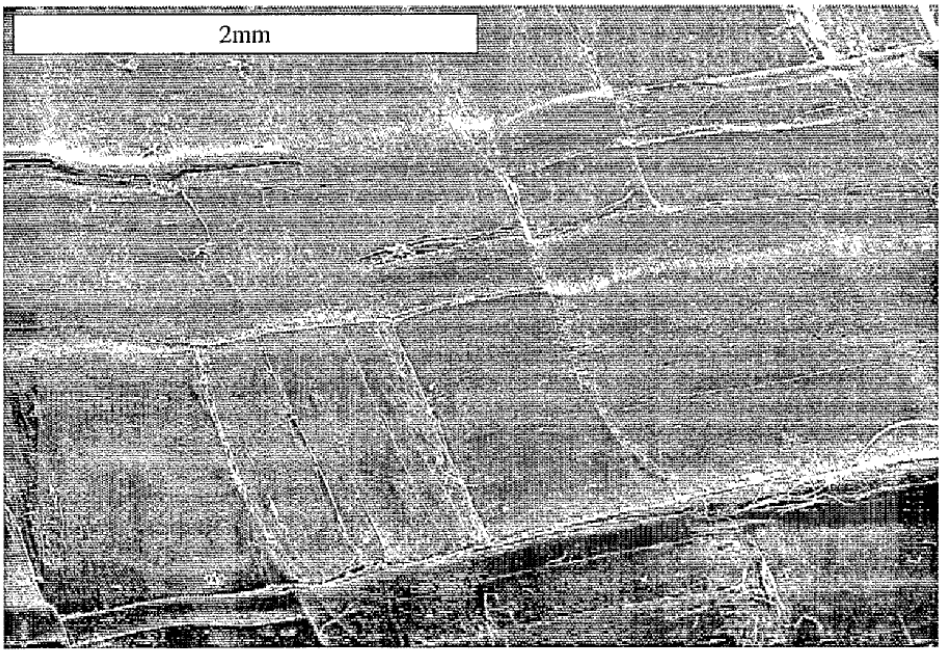

Fig. 10

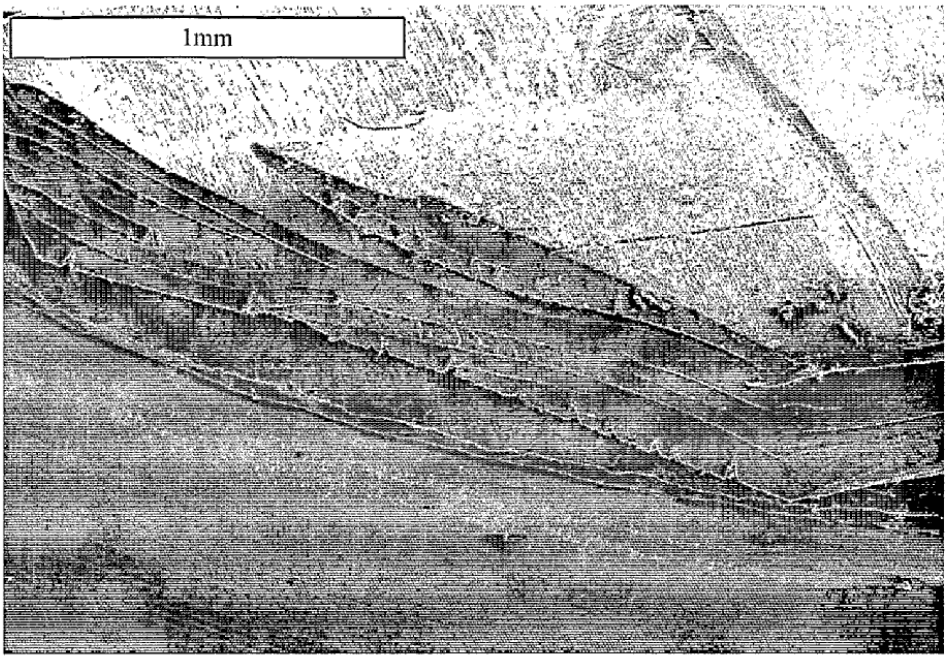

Fig. 11

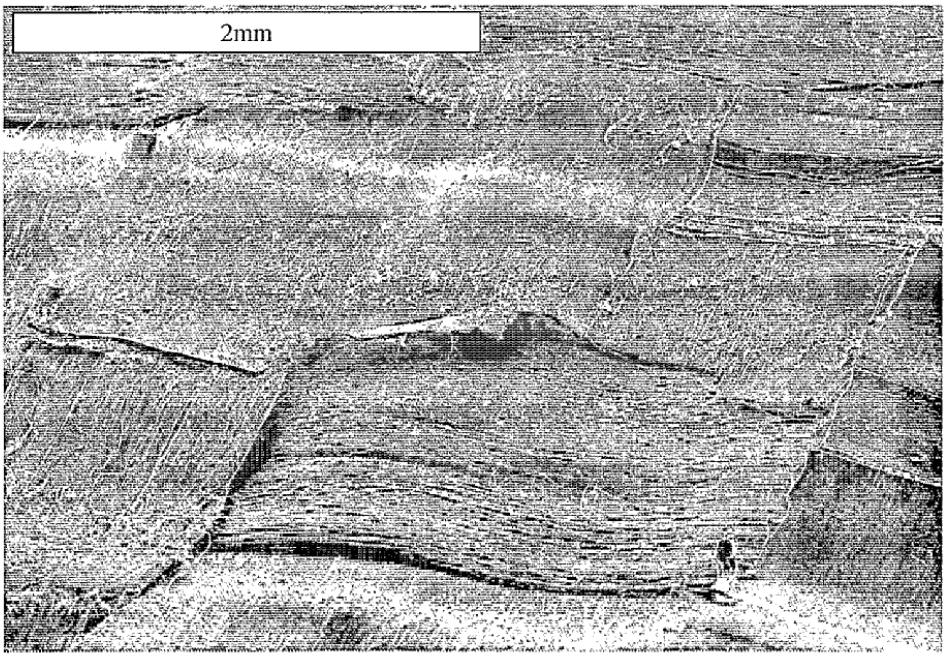

Fig. 12

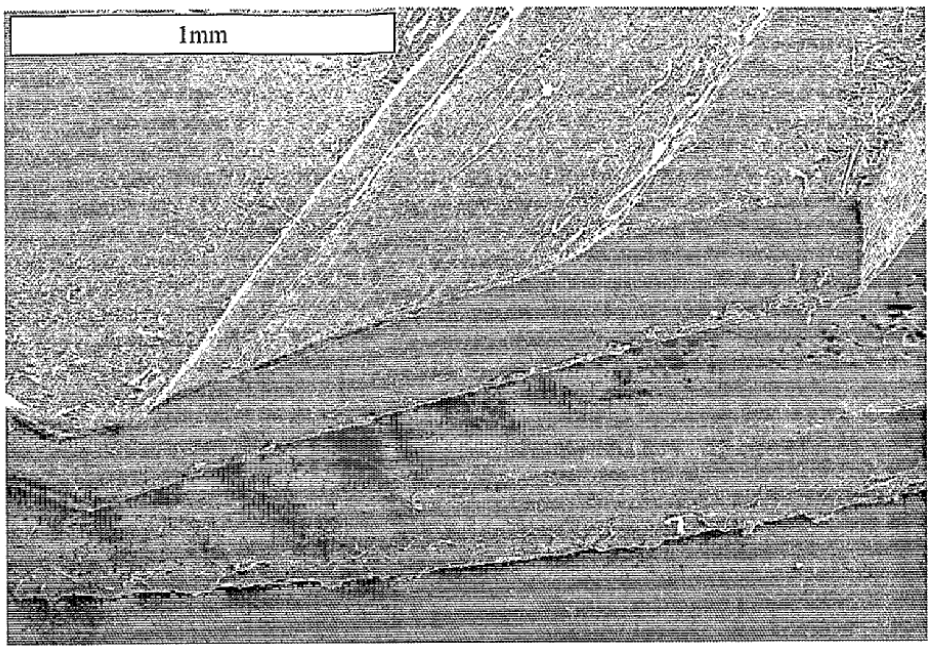

Fig. 13

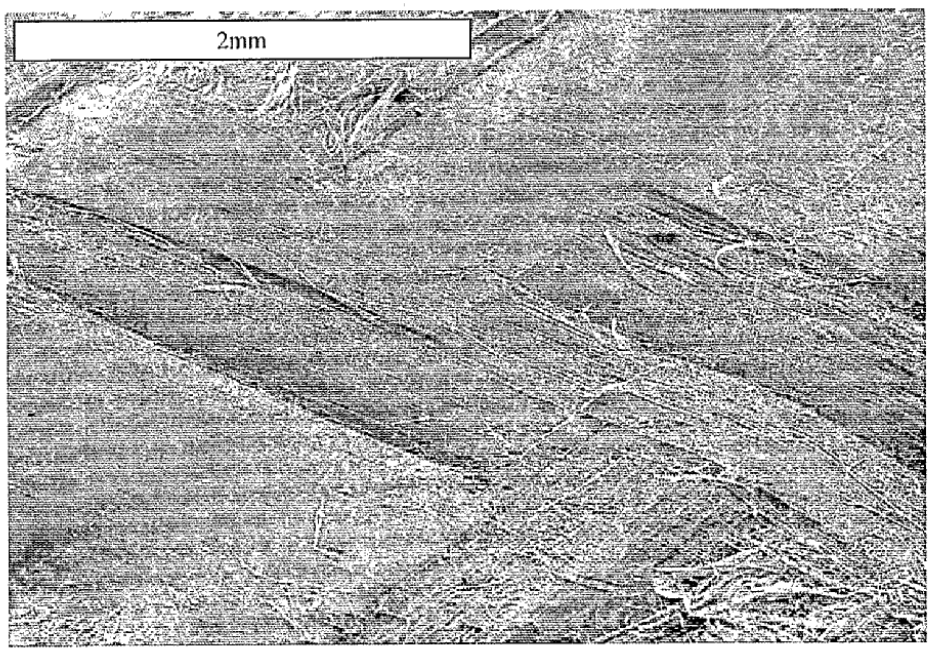

Fig. 14

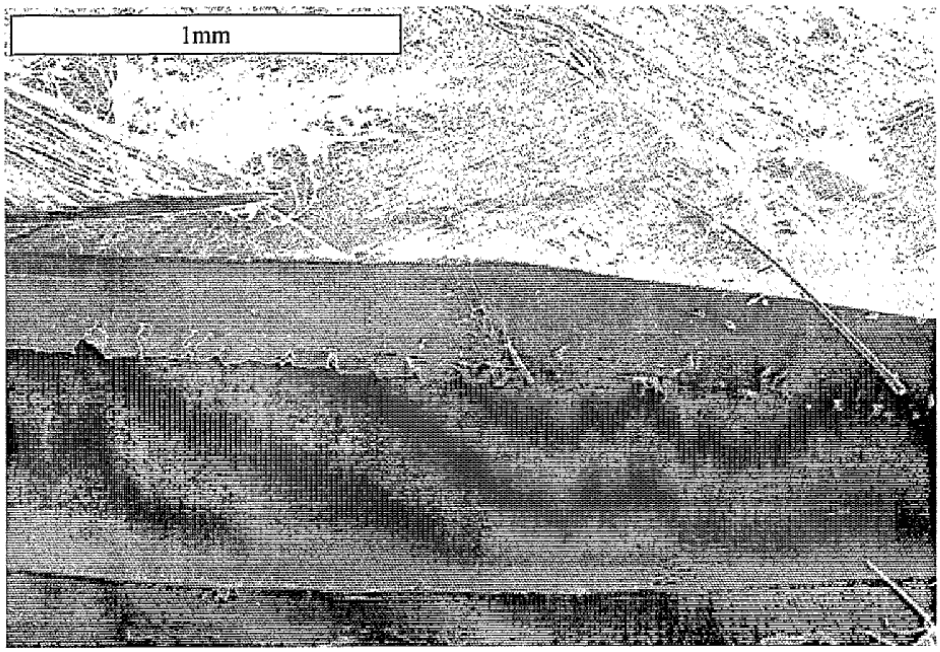

Fig. 15

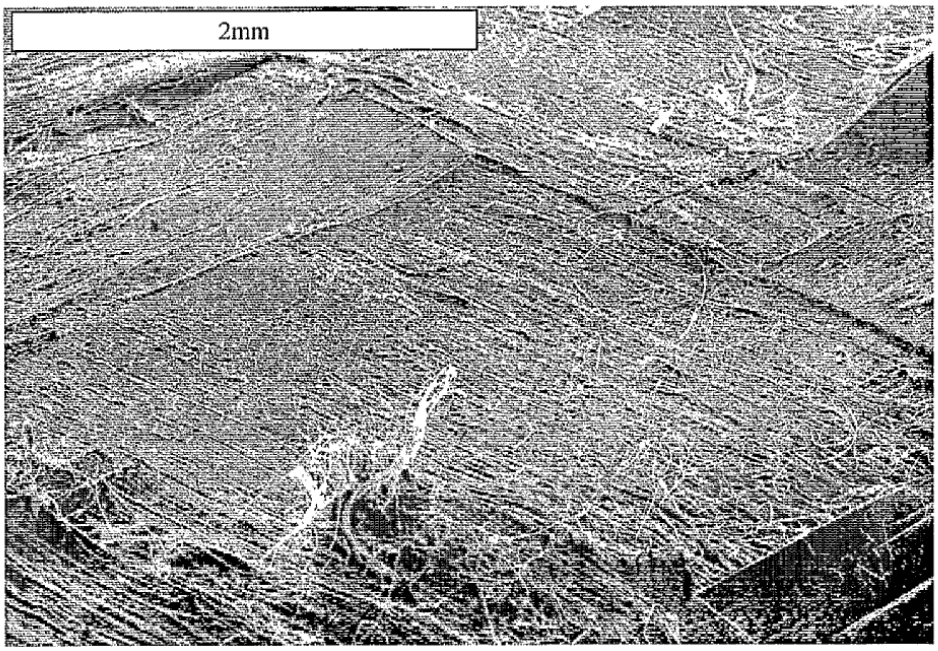

Fig. 16

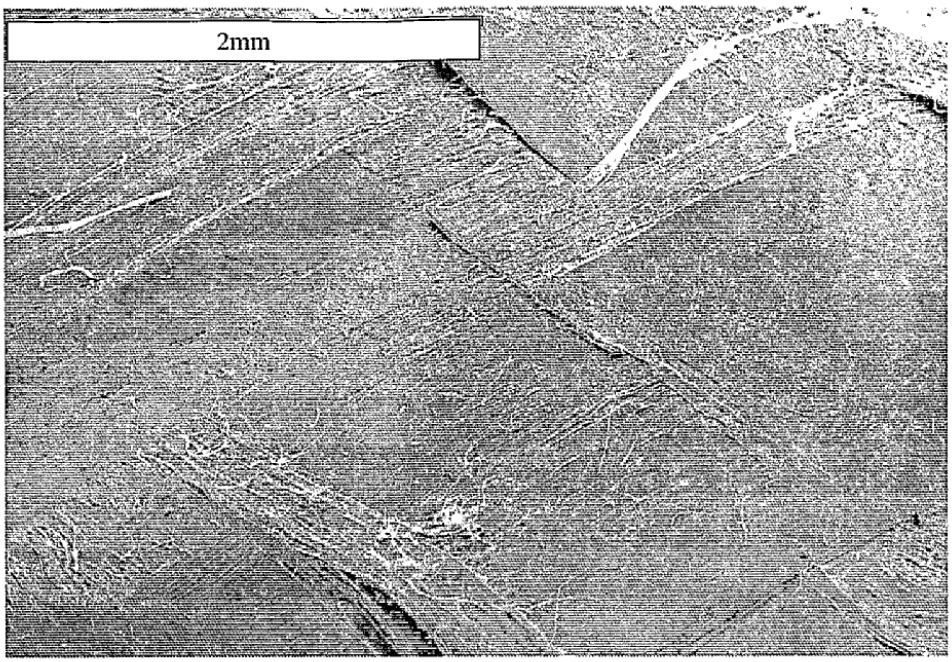

Fig. 17

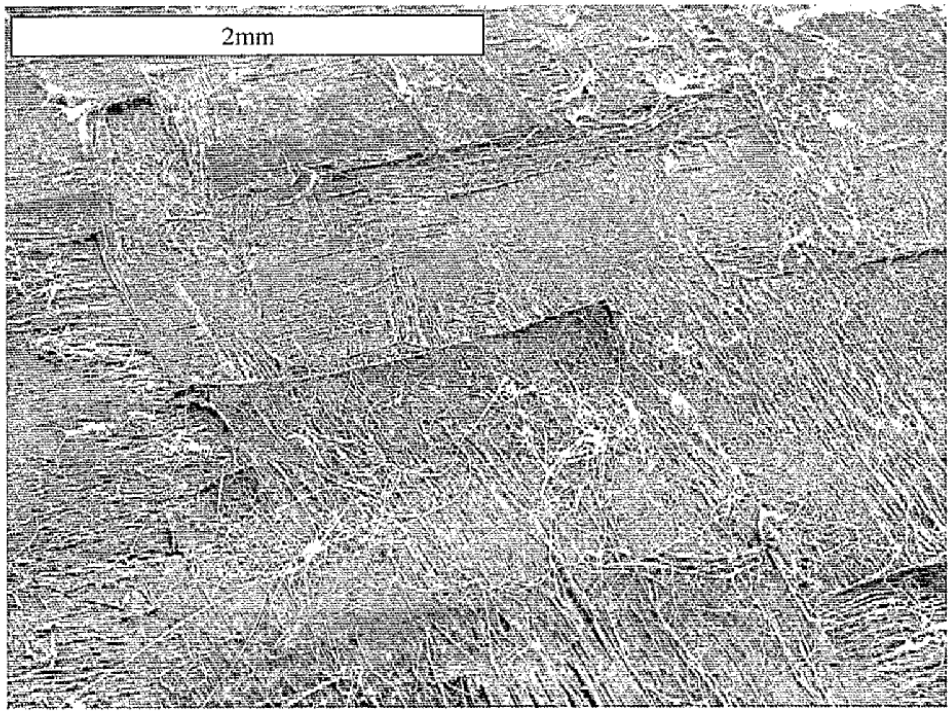

Fig. 18

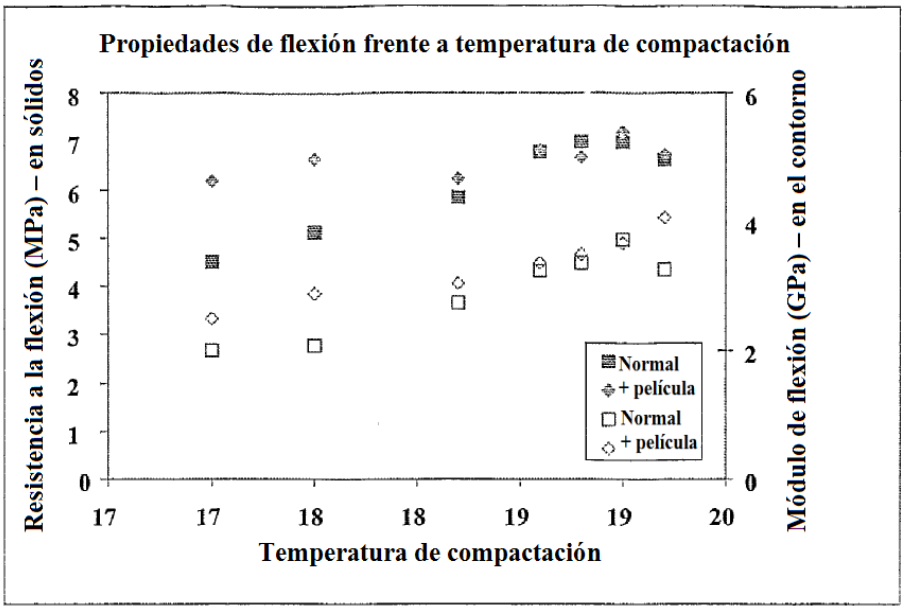
Propiedades de flexión frente a temperatura de compactación
Resistencia a la flexión (MPa) – en sólidos
Módulo de flexión (GPa) – en el contorno
Temperatura de compactación
0
1
2
3
4
5
6
7
8
0
2
4
6
17
17
18
18
19
19
20
Normal
+ película
Normal
+ película

Fig. 19

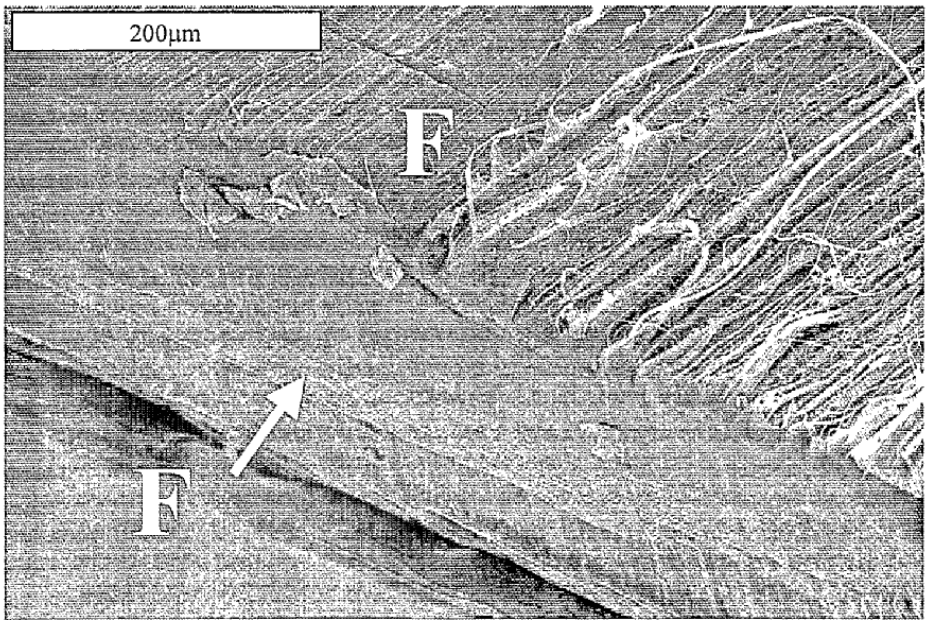
200µm
F
F

Fig. 20

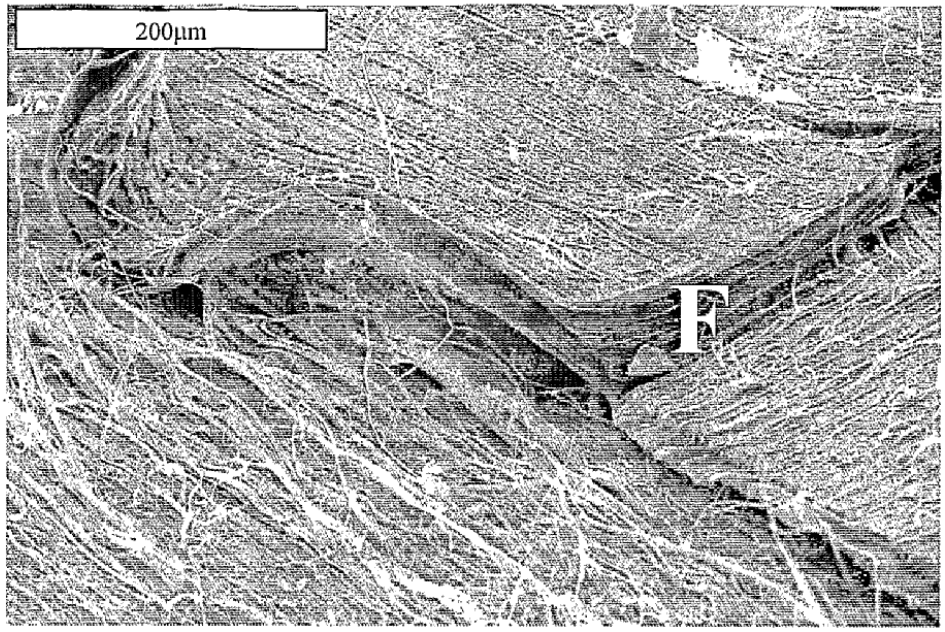

Fig. 21

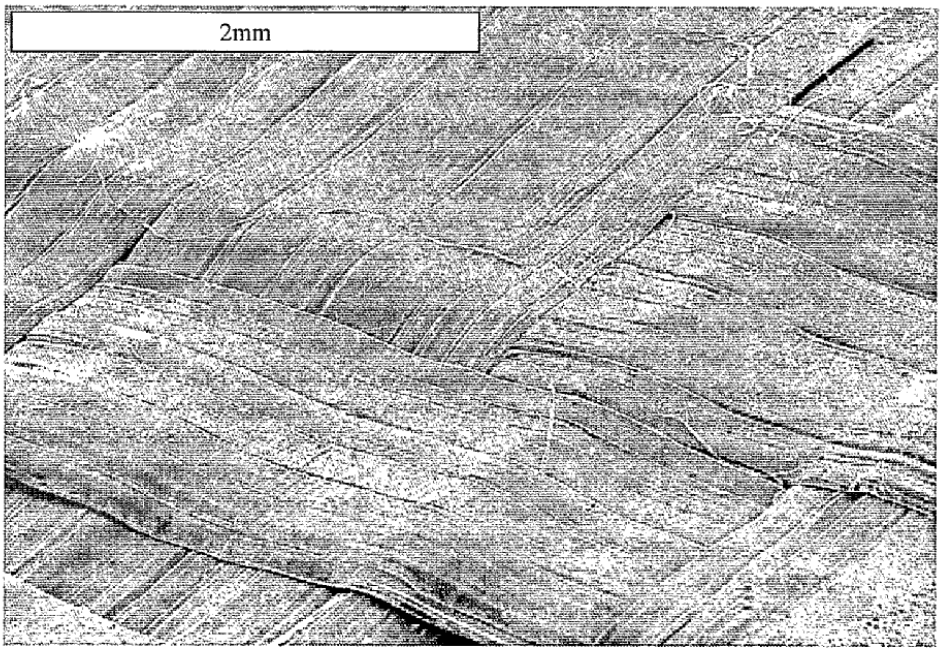

Fig. 22

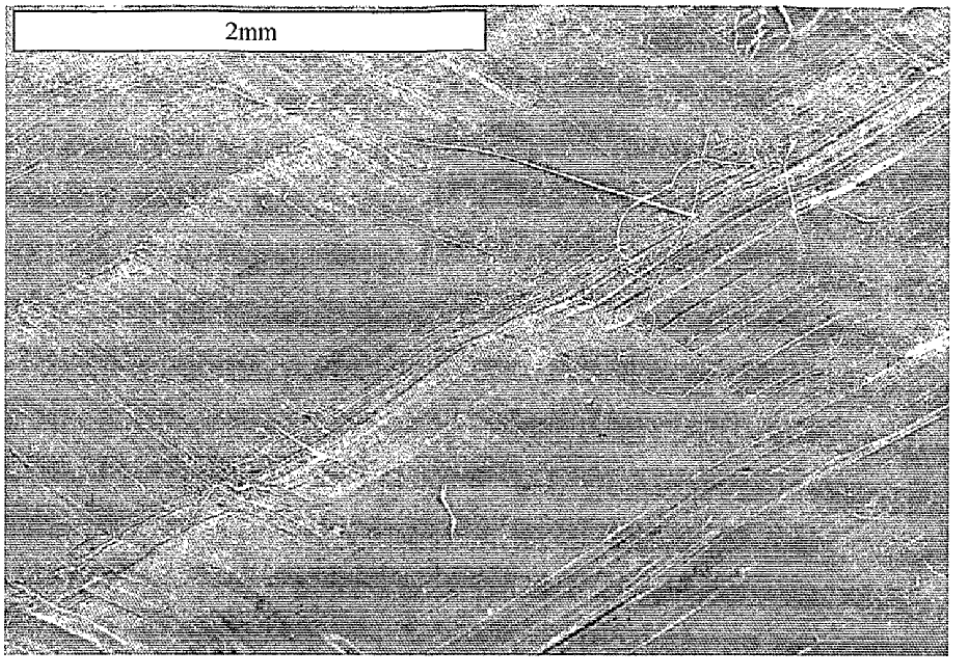

Fig. 23

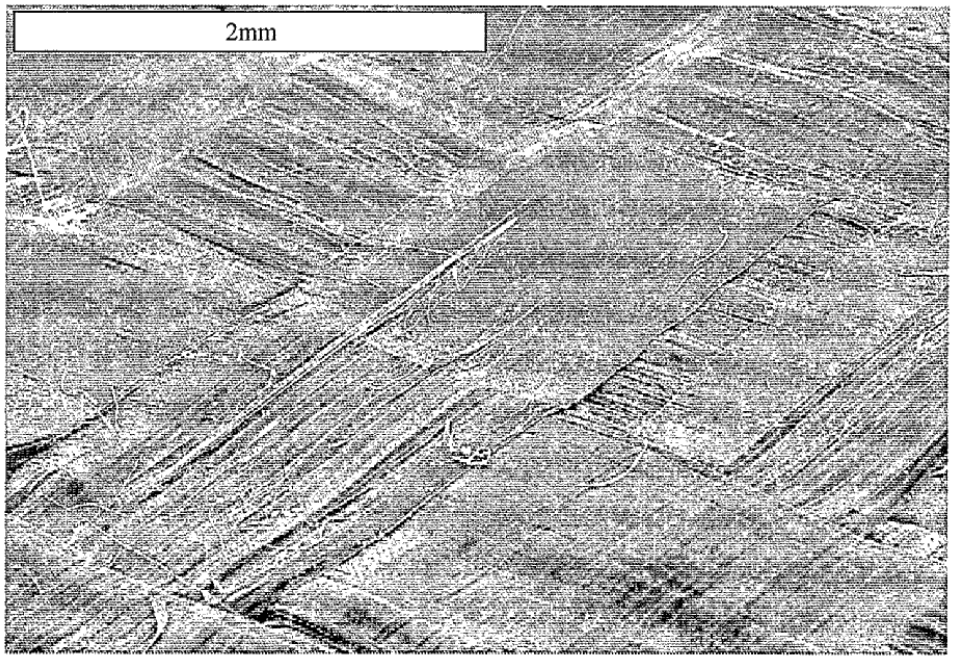

Fig. 24

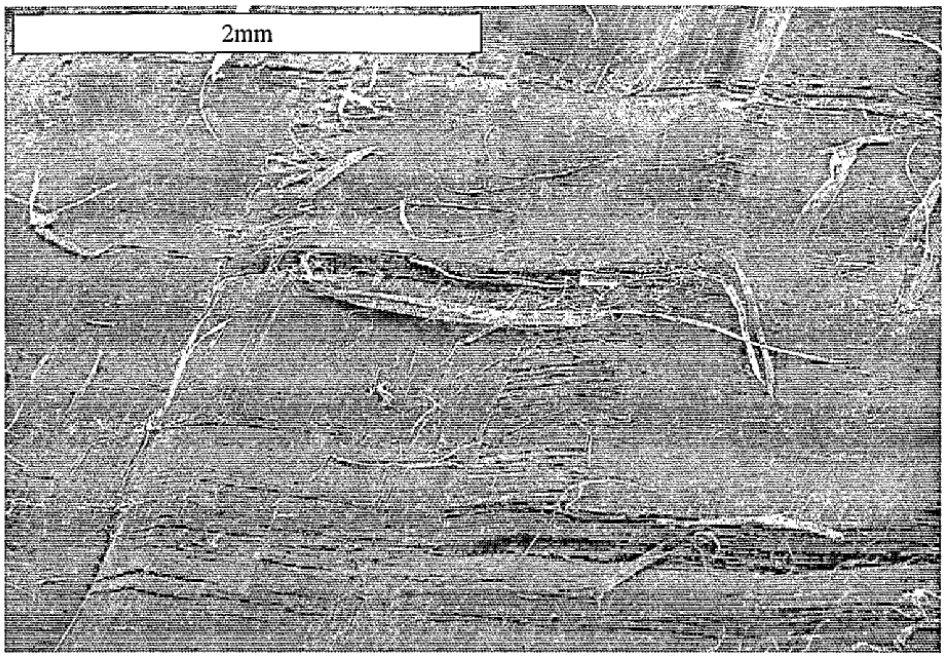

Fig. 25

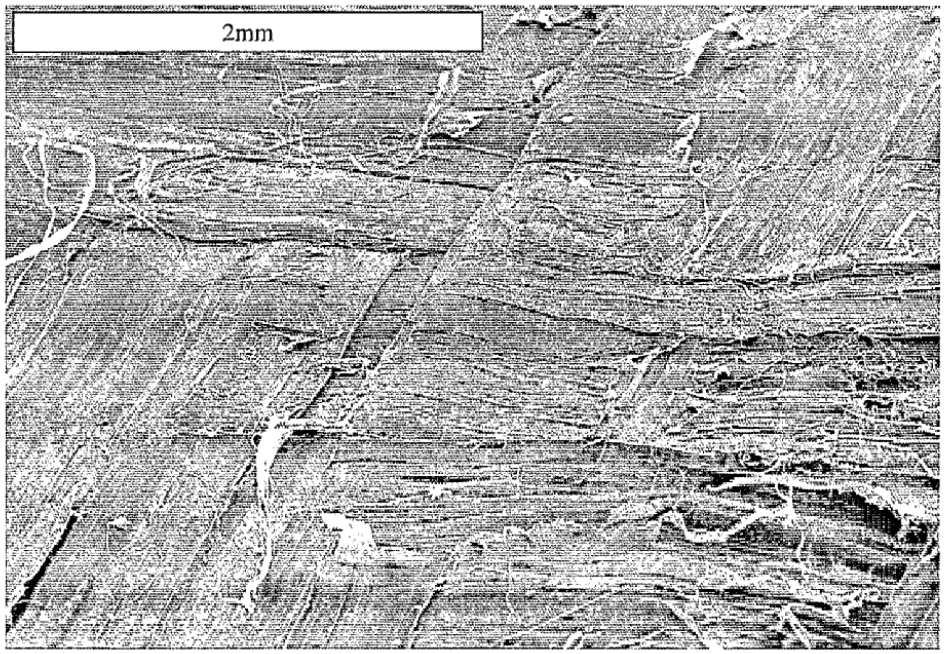

Fig. 26

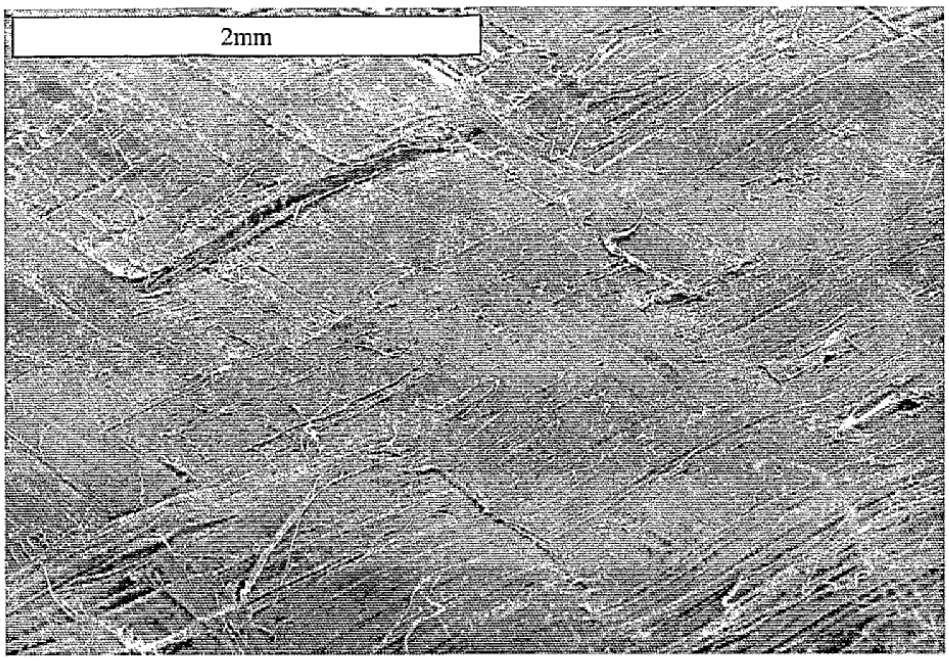

Fig. 27

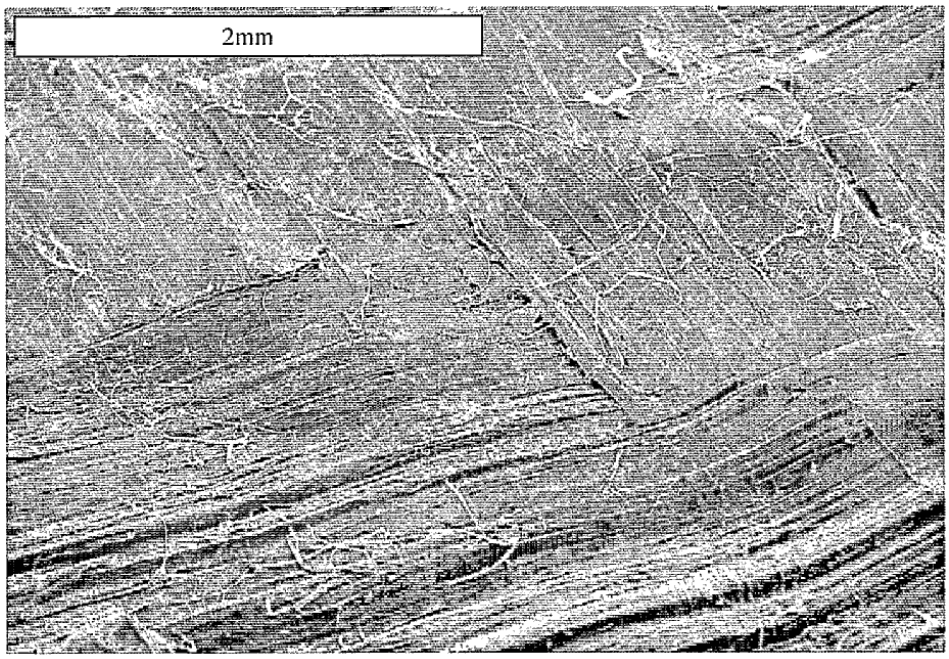

Fig. 28

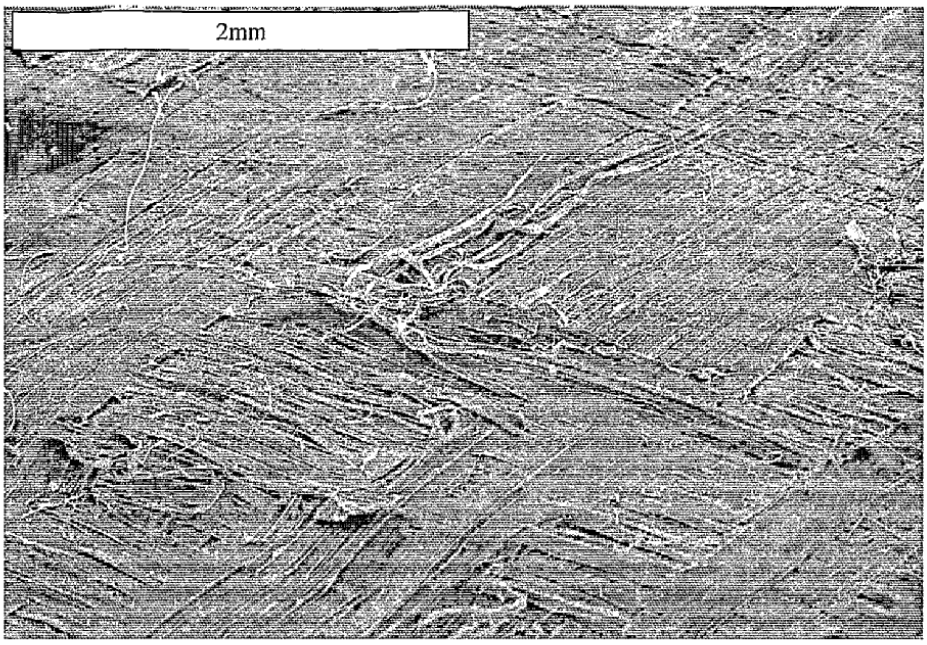

Fig. 29

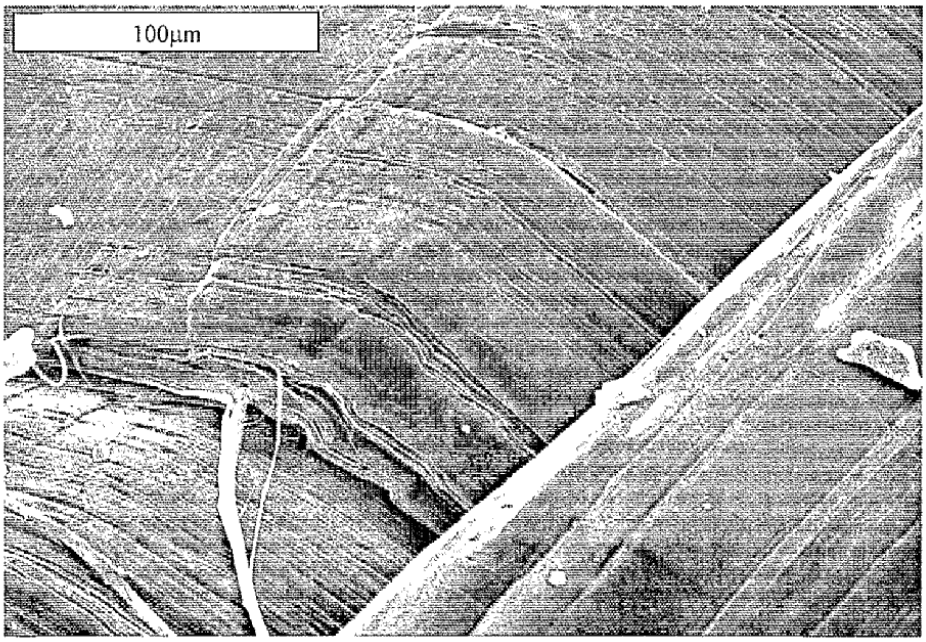

Fig. 30

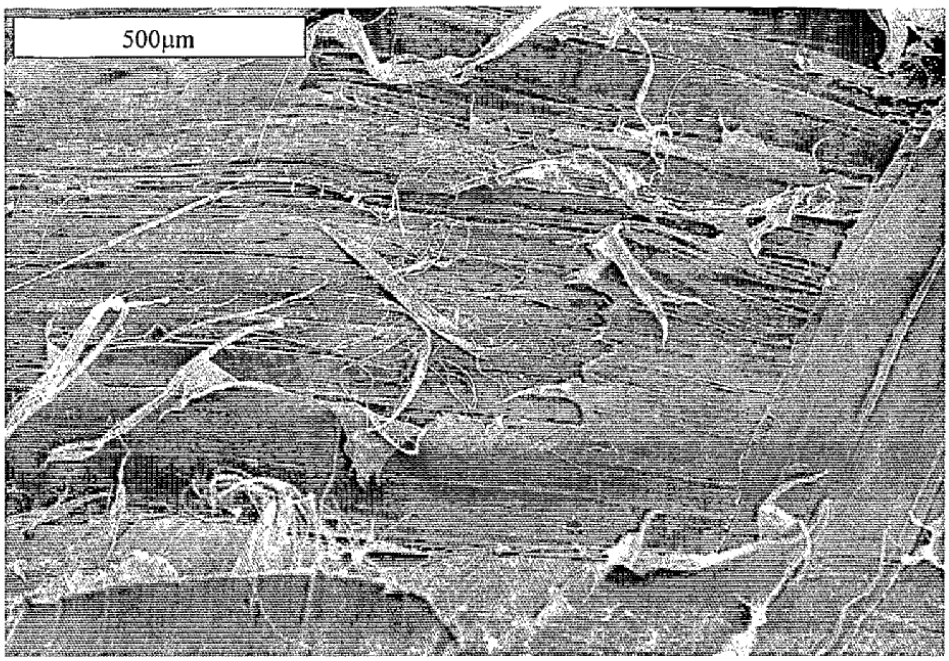

Fig. 31

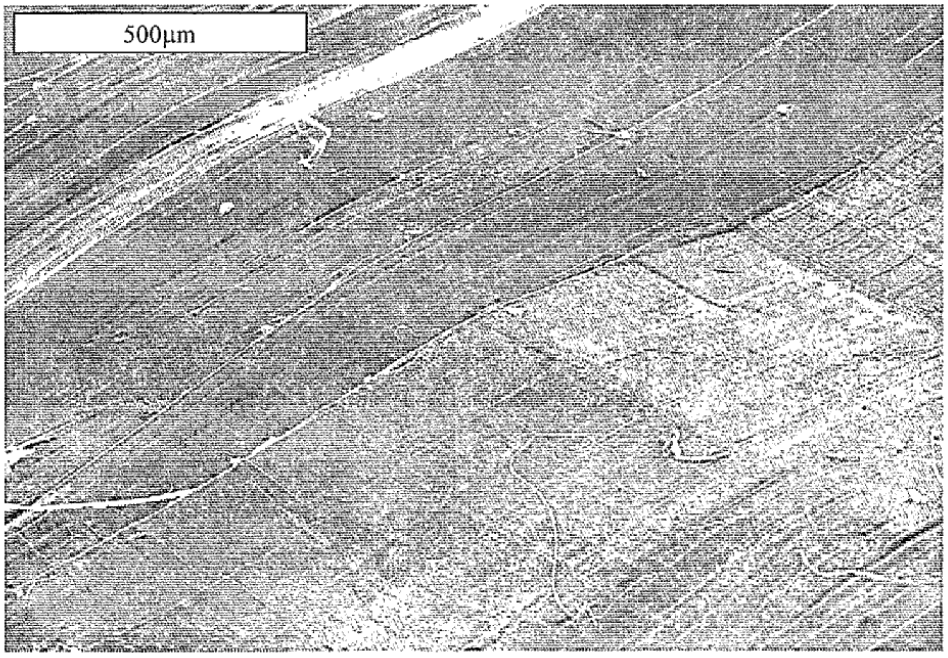

Fig. 32

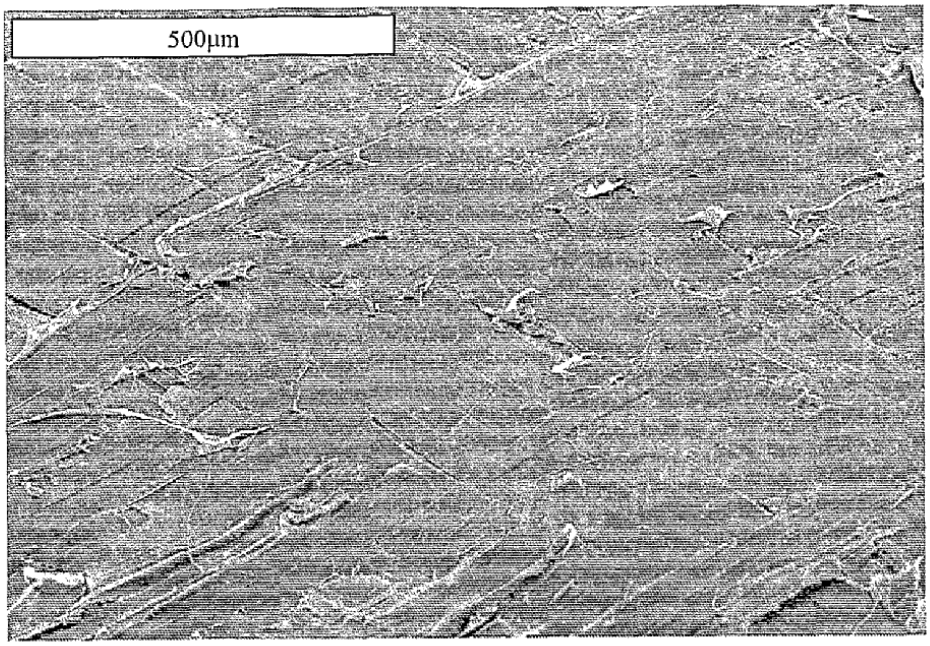

Fig. 33

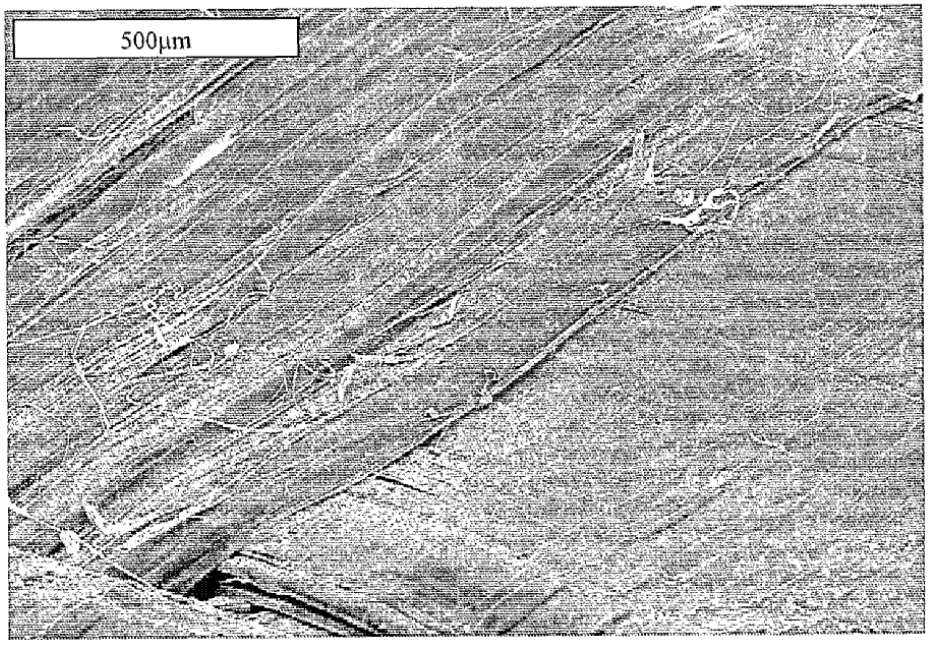

Fig. 34

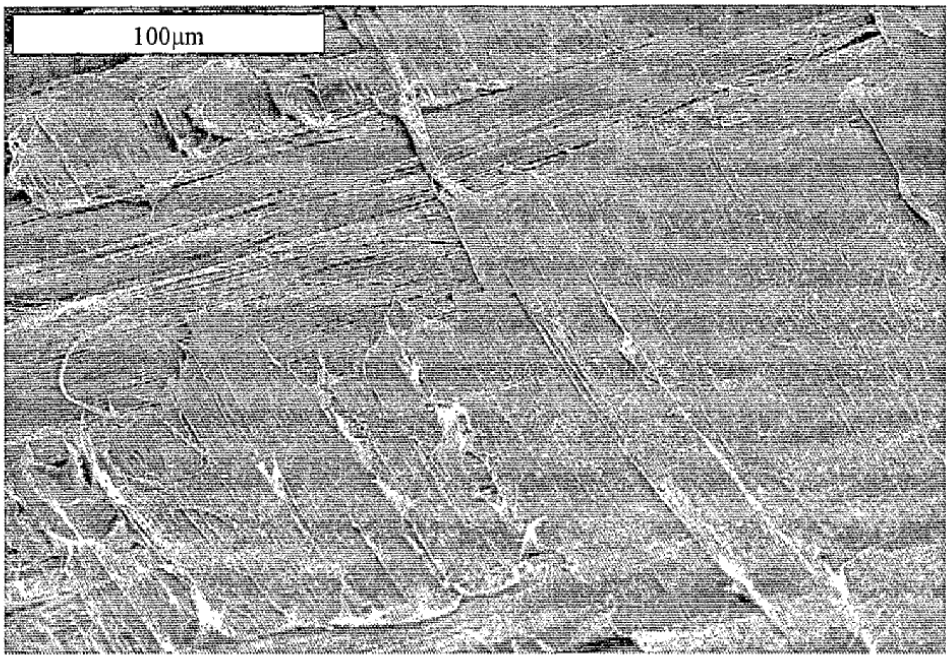

Fig. 35

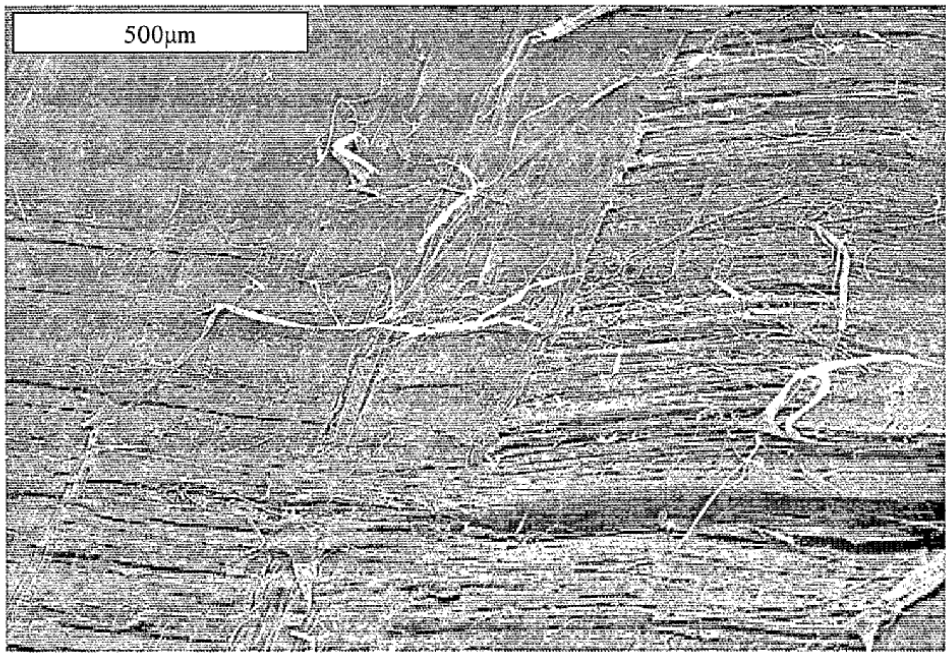

Fig. 36

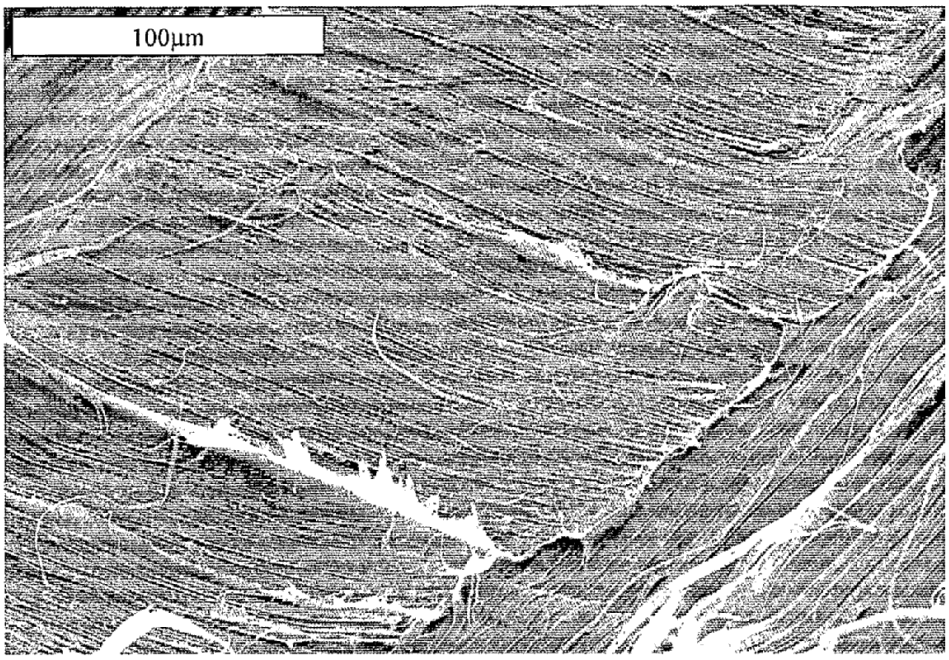

Fig. 37