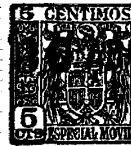


227825

227825

10 ABR 1956



1956

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N
en
E S P A Ñ A
por DIEZ años

a nombre de ELASTOMER CHEMICAL CORPORATION., entidad norteamericana, establecida en 212 Wright Street Newark, Nueva Jersey, Estados Unidos de América, por:

"UN METODO DE PRODUCCION DE UNA ESTRUCTURA
CELULAR EN UN MATERIAL POLIMERIZADO"

=====

Esta invención se refiere a métodos de producción de una estructura celular en una resina de ester vinílico plastificada, sin curar, que se puede emplear para obtener un producto curado final que posee



227825

una estructura celular semejante en ciertos aspectos a la de los productos de caucho celular que se conocen popularmente por "caucho esponjoso" o "caucho espumoso", pero que tienen ciertas ventajas sobre éstos.

5 Un objeto de la presente invención es proporcionar métodos de producción de una resina de ester venílico, sin curar, plastificada que tiene una estructura celular, la cual resina está en un estado fluido libremente fluyente que permite echarla en moldes o
10 extenderla sobre superficies para su posterior curado y que conserva su estructura celular mientras se echa o extiende y, posteriormente, mientras se cura.

Otros objetos y ventajas de la invención aparecerán más adelante.

15 Una realización preferida de aparato adecuado para realizar el método de la invención se representa en los dibujos anejos, en los que,

La Figura 1 es un corte vertical de un recipiente, y

20 La Figura 2 es un corte por la línea 2-2 de la Figura 1.

De acuerdo con la presente invención, se combina con la resina una cantidad suficiente de plastificante para proporcionar una mezcla fluida no viscosa.
25 Preferiblemente, se combina también con la resina una pequeña cantidad de una sal metálica insoluble en el agua de un ácido graso que contenga de 12 a 22 átomos de car-



227825

bono en la molécula.

Esta resina plastificada se coloca luego en un recipiente cerrado que tenga una resistencia suficiente para resistir presiones de 70 Kg./cm² o más. Preferiblemente, la capacidad del recipiente debe ser por lo menos doble del volumen de la resina contenida en él. Mientras está en el recipiente, la resina plastificada se somete a un gas inerte tal como bióxido de carbono, óxido nitroso, helio o mezclas de éstos que carezcan de afinidad química para la resina y que no reaccionen con ella. El gas se mantiene a una presión comprendida entre 7 Kg./cm² y 56 Kg./cm² y a estas presiones parece ser que el gas es absorbido en la resina. En general, cuanto mas alta es la presión del gas, más rápida y completa es la absorción, más fina es la estructura celular y más baja es la densidad del producto. Por esto, las presiones preferidas están comprendidas entre 21 Kg./cm² y 35 Kg./cm².

Durante el tratamiento de la resina con el gas es importante proporcionar grandes extensiones superficiales de exposición al gas y es conveniente hacer que la resina se mueva dentro del recipiente con objeto de exponer repetidamente nuevas zonas superficiales al gas. Por ejemplo, el gas se puede introducir por el fondo del recipiente de manera que el gas ascienda burbujeando por la resina. Cuando se introduce de esta forma, se requiere poca agitación más o no se requiere ninguna para



227825

asegurar una dispersión y una absorción completas del gas en toda la resina. Si el gas se introduce por la parte superior del recipiente por encima del nivel del contenido, éste debe agitarse para lograr la dispersión.

5 Esto se puede hacer agitando el contenido con miembros rotatorios adecuados o volteando el recipiente, o de cualquiera otra manera capaz de exponer superficies frescas de la resina al gas.

10 Una manera que hemos encontrado que es muy sencilla y conveniente se ilustra en los dibujos en los que el recipiente 1 está provisto de un tubo de entrada 2 que ingresa en el recipiente por la placa superior 3, por el cual se puede introducir la resina plastificada en el recipiente. Se admite gas en el recipiente por el tubo 4 que se puede conectar con cualquier fuente apropiada de gas tal como los cilindros de gas ordinarios que contienen gas licuado a presiones muy altas.

15 La resina se bombea en el recipiente por el tubo 2 y se descarga por una tobera 5 que distribuye la resina sobre superficies adaptadas para exponer grandes superficies de la resina al gas. En la incorporación preferida representada, estas superficies comprenden una serie de pantallas agujereadas 6, 7 y 8 de forma cilíndrica dispuestas concéntricamente. Estas pantallas se pueden suspender de la placa superior 3 mediante
20 tiras 9. La resina descargada sobre dichas pantallas fluye lentamente hacia abajo en capas relativamente del-



227825

gadas, cuyas dos superficies cambian constantemente y quedan expuestas constantemente al gas contenido en el recipiente. La resina gotea de los bordes del fondo de las pantallas y se recoge en el fondo del tanque desde el cual puede fluir por el tubo flexible 10 a la tobera de descarga 11.

El método de la invención se puede realizar bien como proceso discontinuo o bien como proceso continuo. Para un proceso discontinuo, se puede introducir la cantidad deseada de resina en el recipiente y éste puede cerrarse luego. Después se introduce gas hasta que la presión en el recipiente alcance el nivel deseado, después de lo cual el contenido de preferencia se agita como se ha descrito anteriormente. Luego, la resina se descarga a presión por una tobera apropiada. La resina se debe descargar a una temperatura inferior a su temperatura de gelificación de manera que salga en estado no gelificado en forma de una espuma cremosa, dilatada. Si las resinas se mantienen a temperaturas inferiores a 32,2°C. es muy improbable que se produzca la gelificación.

Para un proceso continuo, el tubo de entrada 2 se une a una bomba capaz de entregar resina plastificada al recipiente mientras se mantiene en él la presión deseada. A este fin se puede usar cualquier tipo adecuado de bomba de presión positiva, pero se prefiere usar una bomba de engranaje helicoidal del tipo expuesto



227825

en la patente norteamericana 2.028.407, de 21 de enero de 1936, pues estas bombas pueden proporcionar altas presiones sin calentar las resinas excesivamente a su paso por la bomba. Se admite gas por el tubo 4 y se puede emplear un regulador apropiado de la presión para mantener una presión gaseosa uniforme dentro del recipiente. El efecto combinado de la descarga de la resina por la tobera 5 y del lento movimiento de la resina a lo largo de las pantallas es suficiente para permitir la deseada absorción de gas.

Ordinariamente la velocidad de salida de espuma por la tobera será sustancialmente uniforme y la velocidad de entrega de resina al recipiente será asimismo uniforme. En los casos en que pueda ser conveniente interrumpir la salida de espuma de vez en cuando, se tomarán disposiciones para interrumpir simultáneamente la entrega de resina al recipiente, por ejemplo mediante un interruptor en la línea del motor de la bomba que se controla por el funcionamiento de la válvula de la tobera.

Tanto en el proceso discontinuo como en el continuo, la espuma que sale de la tobera se puede dirigir a un molde si se desea formar un producto moldeado, o se puede extender en una capa sobre una superficie. La espuma descargada permanecerá estable durante una hora o más si no se la perturba mecánicamente.

Como se ha dicho anteriormente, la espuma se puede curar a temperaturas relativamente bajas, obteniéndose resultados excelentes a temperaturas comprendidas en-



227825

tre 104 y 110°C. A estas temperaturas se ha encontrado adecuado un período de curado de cinco minutos por 0,32 cm. de grosor del producto.

5 El producto curado final tiene una densidad y una estructura celular que dependen grandemente de la presión gaseosa empleada y de la minuciosidad de la absorción del gas. Las presiones bajas o la absorción insuficiente conducen a un producto pesado con una estructura celular más bien gruesa. Las presiones más altas y la buena absorción conducen a un producto más ligero que
10 tiene una estructura celular más fina. En todos los casos, el producto es extremadamente clásico y resiliente, no es inflamable y resiste la deterioración cuando se le somete a la acción de aceites minerales de hidrocarburo, de ácidos y álcalis.
15

El método que aquí se describe es aplicable al cloruro de polivinilo y a los copolímeros de cloruro de vinilo y de acetato de vinilo.

20 Estas resinas se pueden plastificar mediante plastificantes del tipo de ester, tales como fosfatos, ftalatos, adipatos, sebacatos, azaleatos, glicolatos, etc. o pueden plastificarse de la manera que se describe en la patente norteamericana N.º. 2.515.382 mediante un aceite mineral de hidrocarburo de un tipo conocido y
25 existente en el comercio bajo el nombre registrado de Sovaloid C. Este aceite mineral, producto de la Socony Vacuum Oil Company, es por lo menos 90% aromático y se carac-



227825

teriza por el predominio de moléculas de tres y cuatro anillos que contienen dos a cuatro cortas cadenas laterales alquílicas. Posee un peso específico mayor de uno, una temperatura de solución de punto crítico de anilina mixta de entre 18,3° y 21,1°C. y una zona de ebullición de entre aproximadamente 304,4° y 404,4°C.

La sal insoluble en el agua de un ácido graso que contengan 12 a 22 átomos de carbono en la molécula se combina con el plastificante en proporciones que varían desde un máximo de una parte de sal de ácido graso por 50 partes de plastificante hasta un mínimo de una parte de sal de ácido graso por doscientas partes de plastificante. En el caso de plastificantes de tipo ester las proporciones permisibles son algo más restringidas que en el caso del plastificante de hidrocarburo aromático y varían desde un máximo de una parte de sal de ácido graso por setenta y cinco partes de plastificante hasta un mínimo de una parte de sal de ácido graso por ciento veinticinco partes de plastificante.

Como sal de ácido graso, se prefiere usar estearato de aluminio que tenga un contenido de ácido graso libre comprendido entre 7,5% y 10%, usando aproximadamente una parte de estearato por cien partes de plastificante (1).

(1) Existen varias calces de estearato de aluminio que poseen contenidos diferentes de ácido graso libre. Si el contenido de ácido graso libre es superior a 10% se debe usar una proporción de estearato más elevada; si es inferior a 7,5% se puede usar una proporción inferior.

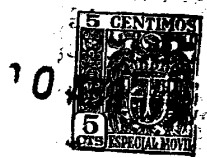


227825

Al combinar la sal de ácido graso con el plastificante, es importante observar que la sal de ácido graso debe fundirse en el plastificante y no dispersarse simplemente en él. Preferiblemente, al combinar la sal de ácido graso con el plastificante, la sal de ácido graso se funde primero en una pequeña cantidad de plastificante, en proporciones, por ejemplo, de una parte de sal de ácido graso por de cinco a quince partes de plastificante y luego el plastificante restante se añade posteriormente. En el caso de plastificantes del tipo éster, es conveniente fundir la sal de ácido graso en una pequeña cantidad de un plastificante de tipo de éster orgánico tal como ftalato de dioctilo, por ejemplo, y añadir luego una cantidad mayor de un plastificante de tipo de ester inorgánico tal como fosfato de tricresilo, por ejemplo.

Para fundir la sal de ácido graso en el plastificante, se mezclan los dos componentes y se calientan con lentitud hasta aproximadamente 110°C. al tiempo que se agita constantemente y se mantienen a esta temperatura hasta que la sal de ácido graso esté completamente fundida, lo cual viene indicado por el hecho de que la mezcla se vuelve clara y transparente. La mezcla se deja luego enfriar a la temperatura ambiente a la cual se encontrará en forma de un gel más bien pesado. Este gel puede mezclarse luego con más plastificante y después el plastificante con la sal de ácido graso incorporada se puede mez-

227828



clar con la resina vinílica. En el caso de plastifi-
cantes de tipo de ester, las proporciones que varían
desde una parte de plastificante por una parte de re-
sina proporcionan una mezcla fluida no viscosa apropia-
5 da para la formación de espuma de acuerdo con la presen-
te invención. En el caso de plastificantes de hidrocar-
buros aromáticos, las proporciones que varían desde u-
na parte de plastificante por una parte de resina has-
ta dos partes y media de plastificante por una parte
10 de resina proporcionan una mezcla fluida no viscosa a-
decuada para formar espuma de acuerdo con el método de
la presente invención.

Ejemplo I.

		Partes
15	Estearato de aluminio (contenido de ácido graso libre 7,5 a 10%)	2
	Sovaloid C (o hidrocarburo aromático equi- valente)	200
20	Resina (85% de cloruro de polivinilo y 15% de acetato de polivinilo).	100

Se dispersa primeramente el estearato
de aluminio en veinte partes de Sovaloid C y la mezcla
se calienta lentamente a 110°C. al tiempo que se agita
constantemente. A esta temperatura el estearato funde
25 y se mezcla completamente con el plastificante y si la
mezcla se deja a esta temperatura durante un período de

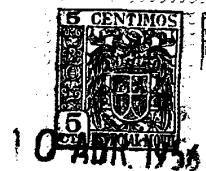


227825

diez a quince minutos, se logra un mezclado concienzudo. La mezcla se deja después enfriar a la temperatura ambiente. Mientras se enfria se desarrolla una estructura de gel en la mezcla y a la temperatura ambiente la mezcla adquiere la forma de un gel pesado. Este gel se mezcla luego con 180 partes de Sovaloid C y la mezcla resultante se combina después con la resina. Para estas operaciones de mezclado se puede usar cualquier tipo adecuado de equipo de mezclado o de amasado. El producto resultante será un líquido cremoso, no viscoso, que es fácilmente trasvasable. En el proceso discontinuo, esta mezcla se coloca luego en un recipiente cerrado según se ha descrito anteriormente y se introduce bióxido de carbono a presión hasta que la presión en el recipiente alcance aproximadamente 7 a 56 Kg./cm²., según las propiedades que se deseen. El contenido del recipiente puede agitarse ahora por ejemplo volteando el recipiente, manteniendo al mismo tiempo el material siempre a una temperatura inferior a la temperatura de gelificación. Después de esto, la resina se puede descargar por una tobera adecuada de la que sale en estado no gelificado en forma de una espuma cremosa, dilatada que es estable.

En el proceso continuo la mezcla se bombea continuamente en el recipiente en el que se mantienen la presión de gas y la temperatura deseadas. Una vez que se ha acumulado una cantidad suficiente en el fondo del recipiente después de escurrir las superficies

227825



líquido cremoso, no viscoso que es fácilmente trasvasable. En el proceso discontinuo, esta mezcla se coloca después de un recipiente cerrado como se ha descrito anteriormente y se introduce óxido nítrico o bióxido de carbono a presión hasta que la presión en el recipiente alcance aproximadamente 7 a 56 Kg./cm²., según las propiedades deseadas. El contenido del recipiente puede agitarse ahora por ejemplo volteando el recipiente, al tiempo que se mantiene el material siempre a una temperatura inferior a la temperatura de gelificación. Después de esto, la resina se puede descargar por una tobera adecuada de la cual sale en estado no gelificado en forma de una espuma cremosa, dilatada, que es estable.

En el proceso continuo, la mezcla se bombea continuamente en el recipiente en el que se mantienen la presión de gas y la temperatura deseadas. Luego que se ha acumulado una cantidad suficiente en el fondo del recipiente después de escurrir las superficies de las pantallas, se puede descargar la espuma continua o intermitentemente por la tobera de descarga.

Se comprenderá que la invención se puede modificar y formular de diversas maneras dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

227825

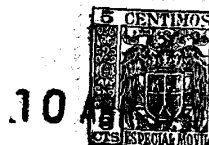


- N O T A -

Los puntos de invención, propia no nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud, de Patente de Introducción en España, por DIEZ años, son los siguientes:

5 1º.- Un método de producción de una estructura celular en un material polimerizado del grupo constituido por el cloruro de polivinilo y los copolímeros de cloruro de vinilo y acetato de vinilo dispersados en suficiente plastificante para proporcionar una masa
10 no viscosa, que consiste en dispersar un gas inerte por toda esta masa no viscosa en un recipiente cerrado al tiempo que se mantiene dentro de dicho recipiente una presión que exceda de 7 Kg./cm². y descargar dicha masa en dicho recipiente bajo la influencia de la presión mantenida en el citado recipiente y a una temperatura inferior
15 a la temperatura de gelificación de dicha masa, descargándose esta masa en estado no gelificado en forma de una espuma cremosa, dilatada.

20 2º.- El método de producción de una estructura celular en un material polimerizado del grupo constituido por el cloruro de polivinilo y los copolíme-



ros de cloruro de vinilo y acetato de vinilo, que consiste en fundir una sal metálica insoluble en agua de un ácido graso que contenga de 12 a 22 átomos de carbono en la molécula en un plastificante, mezclar el plastificante y la sal de ácido graso con la resina en proporciones suficientes para proporcionar una mezcla fluída no viscosa, dispersar un gas inerte por toda la citada mezcla en un recipiente cerrado al tiempo que se mantiene dentro de dicho recipiente una presión que exceda de 7 Kg./cm². y descargar dicha mezcla de dicho recipiente bajo la influencia de la presión mantenida en el citado recipiente y a una temperatura inferior a la temperatura de gelificación de la mezcla, descargándose dicha masa en estado no gelificado en forma de una espuma cremosa, dilatada.

3º.- El método reivindicado en la reivindicación 2, en el cual la proporción de sal de ácido graso a plastificante varía desde un máximo de una parte de sal de ácido graso por 50 partes de plastificante a un mínimo de una parte de sal de ácido graso por doscientas partes de plastificante.

4º.- El método reivindicado en la reivindicación 2, en el cual la sal de ácido graso es estearato de aluminio.

5º.- El método reivindicado en la reivindicación 2, en el cual la sal de ácido es estearato de aluminio y una parte de estearato de aluminio se combina con de 50 a 200 partes de plastificante.



10 AB 6

5 6º.- El método reivindicado en la reivindicación 2, en el cual la sal de ácido graso se funde en el plastificante dispersándola en una pequeña cantidad de plastificante, calentado luego dicho plastificante lentamente hasta una temperatura de 110°C., manteniendo el plastificante a esta temperatura hasta que se funda la sal, enfriando luego la mezcla a la temperatura ambiente y añadiendo después más plastificante.

10 7º.- El método de producción de una estructura celular en un material polimerizado del grupo constituido por el cloruro de polivinilo y los copolímeros de cloruro de vinilo y acetato de vinilo dispersados en suficiente plastificante para proporcionar una masa no viscosa, que consiste en descargar dicha resina en un recipiente cerrado en el que se mantiene una atmósfera de gas inerte a una presión que exceda de 7 Kg./cm²., hacer correr capas delgadas de dicha resina a lo largo de superficies extendidas dentro de dicho recipiente y descargar 15 la resina del mencionado recipiente bajo la influencia de la presión mantenida en dicho recipiente y a una temperatura inferior a la temperatura de gelificación de dicha resina, descargándose la citada resina en estado no gelificado en forma de una espuma cremosa, dilatada.

20 8º.- El método reivindicado en la reivindicación 7, en el cual dicha resina se descarga continuamente en dicho recipiente y se descarga continuamente de dicho recipiente.

10 ABR



5
10
15
9º.- El método de producción de una estructura celular en un material polimerizado del grupo constituido por el cloruro de polivinilo y los copolímeros del cloruro de vinilo y de acetato de vinilo, que consiste en mezclar un plastificante con la resina en proporciones suficientes para formar una mezcla fluida no viscosa que es fácilmente trasvasable, introducir dicha mezcla en un recipiente cerrado, dispersar un gas inerte por la totalidad de dicha mezcla sometiendo la mezcla a una presión de gas que exceda de 7 Kg./cm². y descargar dicha mezcla en dicho recipiente bajo la influencia de la presión de gas mantenida en dicho recipiente, descargándose dicha mezcla en estado no gelificado en forma de una espuma cremosa, dilatada.

15
10º.- Un método de producción de una estructura celular en un material polimerizado.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede representado por el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

20
La presente Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10 ABR 1956

P. A.

Alberto de Ezabarte

Pro. Pater



10 ABR

227825

Fig. 1.

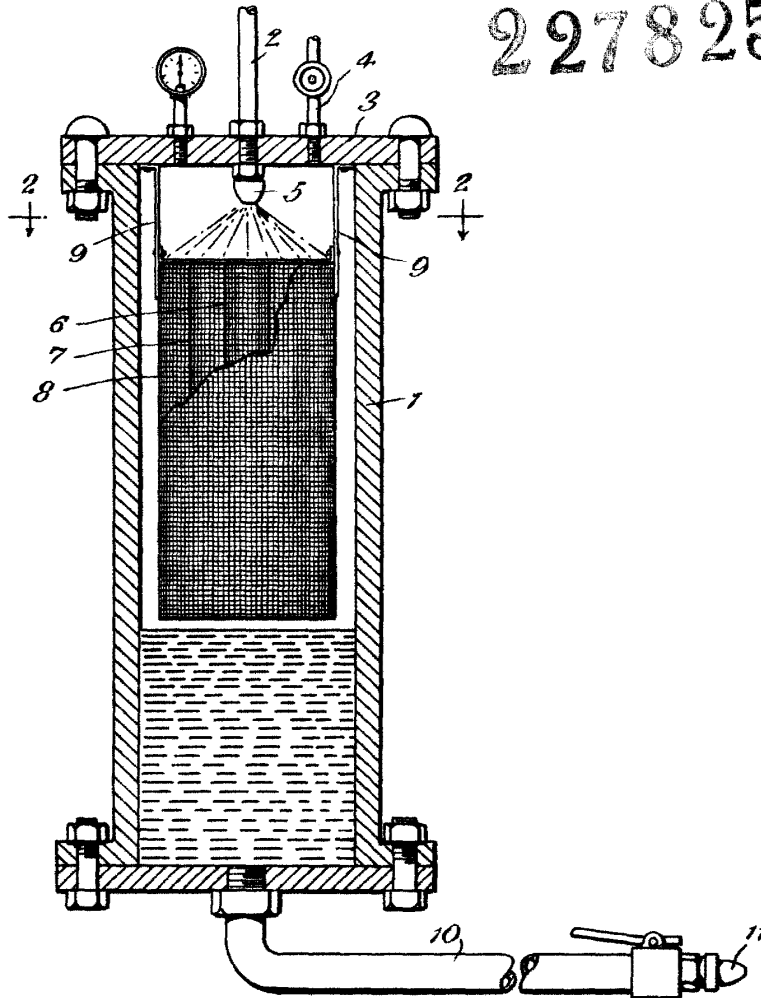
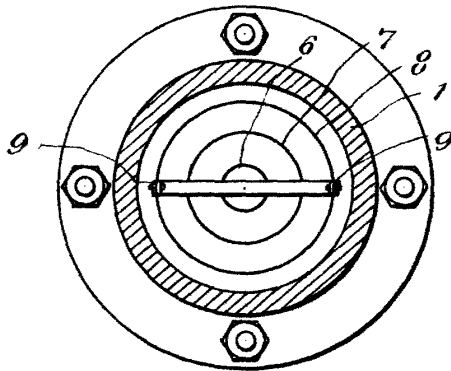


Fig. 2.



[Handwritten signature]