

228196

PATENTE DE INVENCION



I.C.I. Case 11808.

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE MATERIAL

"PLASTICO DILATADO".

SOLICITANTES: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
domiciliada en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, Inglaterra.

La presente invención se relaciona con la obtención de materiales plásticos dilatados y particularmente con la producción de materiales plásticos dilatados que comprenden polimeros de cloruro de vinilo.

5. Ya se ha propuesto con anterioridad, preparar polimeros de cloruro de polivinilo estirados, mediante dispersión de polímero de cloruro de polivinilo en forma de polvo finísimo y en un plastificante no volátil junto con un agente de insuflación y después calentar la
10. composición a una temperatura en la cual el agente de



- insuflación se descompone y el polimero de cloruro de vinilo se gelatiniza. El material dilatado así obtenido es blando y esponjoso. Hasta ahora ha sido muy difícil preparar polímeros de cloruro de polivinilo dilatado
15. rígidos o semi-rígidos, debido a que si se omitía el plastificante en la composición, la temperatura requerida para la fase de incorporar el agente de insuflado en el polimero de cloruro de vinilo, es decir, por molido en caliente, es con frecuencia tan elevada que produce
20. la descomposición prematura del agente de insuflado.

- La presente invención abarca igualmente la obtención de una composición que comprende un polimero de cloruro de vinilo, que al calentarse dá un material poroso rígido dilatado, mediante el método o procedimiento que se describe a continuación.
- 25.

- Según esta invención se obtiene una composición dilatada en caliente que comprende una mayor cantidad en peso de polimero de cloruro de vinilo, una menor cantidad en peso de un copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo y un agente insuflador.
- 30.

- De acuerdo igualmente con la presente invención, el procedimiento para la obtención de dicha composición comprende trabajar en caliente un butadieno-1,3 y metacrilato de metilo mezclando intimamente con ella una mayor cantidad en peso de un polímero de cloruro de vinilo y un agente de insuflado a una temperatura inferior a la temperatura del agente de insuflado.
- 35.

- Abarca asimismo la obtención de un material poroso dilatado de una composición que comprende una mayor cantidad en peso de un polimero de cloruro de vinilo, una
- 40.



menor cantidad en peso de un copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo y un agente insuflador, calentando dicha composición a una temperatura superior a la temperatura de descomposición del agente de insuflación.

45.

Por lo general, debería disponerse justamente de la suficiente cantidad del copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo para fundir en las condiciones de mezcla, de modo que el polímero de cloruro de vinilo puede dispersarse fácilmente en él. Cuando se precise

50.

un material menos rígido, se empleará más de esta cantidad mínima de copolímero. La composición del copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo pueden variar entre límites muy amplios que dependen de la naturaleza del material dilatado que se requiere. El orden de los

55.

copolímeros en propiedades de blandos a duros así como la proporción de metil metacrilato a butadieno-1,3 aumenta; consiguientemente, la rigidez del material final dilatado puede también determinarse por la naturaleza, así como

60.

la cantidad del copolímero, dando los copolímeros duros elevada rigidez, mientras que los copolímeros blandos dan una menor rigidez del material dilatado. Si se desea pueden intercalarse agentes de vulcanización en la composición de modo que el componente de butadieno pueda vulcanizarse para aumentar la estabilidad dimensional del material

65.

dilatado.

Para obtener un material dilatado rígido, preferimos emplear un copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo obtenido mediante polimerización de una mezcla de monómeros que contengan una mayor proporción de metacrilato

70.

de metilo, preferentemente de 70% a 90% en peso del peso de



75. la mezcla del monomero polimerizable, y preferimos que el compuesto comprenda de 20 a 40 partes en peso del copolímero a 100 partes en peso de polimero de cloruro de polivinilo. Si la proporción del copolímero es demasiado elevada, las propiedades útiles del polimero de cloruro de polivinilo tenderán a desperdiciarse.

80. El presente procedimiento puede igualmente emplearse para obtener composiciones que den materiales menos rígidos, mezclando en una menor proporción un conocido plastificante para el polimero de cloruro de vinilo. Como ejemplos de plastificantes que incluyen ftalatos dialkilicos pueden citarse los siguientes: ftalato de dibutilo, ftalato de dioctilo, sebacato de dibutilo y fosfato tricresílico. Si se desea puede tambien añadirse un plastificante de dilatación, por ejemplo, ceras de parafina clorurada. La adición de una pequeña cantidad de plastificante, o sea hasta un 10% en peso del polimero de cloruro de polivinilo puede ser conveniente en algunos casos para obtener

85. el mejor efecto del agente insuflador y obtener un material dilatado que tenga una baja densidad; esto es debido a que las composiciones de esta invención no se insuflan al máximo con agentes insufladores conocidos si no contienen una pequeña proporción de plastificante.

95. Como ejemplos de agentes insufladores se incluyen: bicarbonato sódico, carbonato de amonio, carbamato de amonio, diaminoazobenceno, biurato, sales de urea con ácidos orgánicos, xenilotriacenos simetricos, es decir, 1,3 bis (o-xenilo)-triaceno, hidrazidas sulfonilo aromáticas, o sea, hidracida sulfonilo bencénica y

100.



p,p'oxibis (hidracida sulfonilo bencénica), di-N-nitroso pentametileno tetramina, bicarbonato de amino guanidina, α, α' azodisobutironitrilo, y azo-dicarbonamida.

Preferimos emplear los agentes insufladores orgánicos,

105. puesto que, por lo general, dán una estructura porosa más uniforme y son más eficaces que los agentes insuflados totalmente inorgánicos. En particular, preferimos emplear bicarbonato de amino guanidina porque además de dar una estructura porosa uniforme es un agente insuflador muy eficaz. Para ayudar a la operación del agente insuflador es necesaria una pequeña cantidad de un material ácido por ejemplo, ácido esteérico. La cantidad de agente insuflador utilizada, dependerá del agente particular, o sea, con bicarbonato de amino guanidina
110. de un 7% a 20% en peso del compuesto, se ha hallado que, por lo general, dá el efecto deseado.
- 115.

Cuando se dispone de todos los ingredientes sólidos en forma de polvo o en forma de pequeñas partículas, la composición objeto del presente invento, se prepara

120. de un modo más conveniente, elaborando primero una mezcla de ingredientes y después de trituración de esta mezcla en un triturador con dos rodillos calentados, continuando la trituración hasta que se obtiene una mezcla íntima de los ingredientes. Cuando no se dispone del copolímero en polvo preferimos añadir primero el copolímero a la mezcla
125. y triturarla hasta que forma una banda que rodea un rodillo, después añadir una mezcla de los restantes ingredientes y continuar la trituración hasta que se obtiene una mezcla íntima. Los rodillos se mantienen preferentemente a una temperatura en la proporción de
- 130.



70 a 90° C; por lo general, cuanto más elevada es la proporción de metacrilato de metilo en el copolímero, más elevada es la temperatura, dentro de la referida proporción.

135.

La composición objeto del presente invento, en forma de un crepé, se retira del triturador y puede extenderse colocando suficiente crepé en un molde hueco estanco para llenar dicho molde y calentando este último a temperatura más elevada que la temperatura de descom-

140.

posición del agente de insuflación, a la vez que bajo presión, o sea por encima de 0,5 tons. por pulgada cuadrada.

El molde preferentemente tiene unos lados ligeramente afilados para permitir la fácil extracción del material del molde. El material se dilata cuando se afloja del

145.

molde. Por lo general, los agentes de insuflación se descomponen a temperaturas superiores a 100° C.; el bicarbonato de amino guanidina se descompone de 165 a 170°. Es preferible que la temperatura a la cual se calienta el material no deberá exceder mucho de la tempe-

150.

ratura de descomposición del agente de insuflación para reducir en lo posible cualesquiera efectos perjudiciales que pudieran producirse en el polímero de cloruro vinílico o en el copolímero de metacrilato de metilo/butadieno por exceso de calor.

155.

Los productos dilatados tienen utilidades muy valiosas. Pueden obtenerse en forma de hojas rígidas que se utilizan como aislantes térmicos, y en salvavidas y otros equipos de flotación, por ejemplo redes flotantes. Estas hojas, a menos que sean vulcanizadas, son termo-

160.

plásticas y se las puede dar forma mediante calor para



formar estructuras de formas requeridas. Tales estructuras prefabricadas pueden utilizarse como "radomes".

Pueden utilizarse los materiales dilatados menos rígidos por ejemplo, en aplicaciones de antivibración y a prueba

165. de golpes, por ejemplo, en empaquetaduras y guarniciones.

La presente invención se ilustra, pero no se limita en los siguientes ejemplos, en los que todas las partes van expresadas en peso.

EJEMPLO I.

170. Se preparó una composición de la siguiente

fórmula:

	Polvo de cloruro de polivinilo	100 partes
175.	Copolímero de metacrilato de metilo/butadieno-1,3 (proporción 80/20 en peso)	30 "
	Acido esteárico	7 "
	Pasta de carbonato de plomo (7 : 1 en peso mezcla de carbonato de plomo y ftalato dibutílico)	12 "
180.	Ftalato dibutílico	10 "
	Agente de insuflación (bicarbonato amino guanidina)	10 "
	Pigmento	2 "

185. El copolímero utilizado se preparó mediante polimerización emulgada de una mezcla de monómeros que tenían una proporción de alimentación de metacrilato de metilo/butadieno-1,3, 80 : 20 partes y la conversión de copolímero fué de 93% en peso. El copolímero fué disponible en forma de hoja.

190. Los ingredientes, con excepción del copolímero, se mezclaron juntos en un mezclador de paletas para dar



- una mezcla pulverulenta seca. El copolímero se fué alimentando a un triturador o molino de rodillos, cuyos rodillos se mantuvieron a 85 a 90° C. Cuando el copolímero se habia fundido suficientemente para arrollarse alrededor de un rodillo, se añadió la mezcla de los restantes ingredientes y se continuó la molturación hasta que todos los ingredientes se dispersaron completamente por todo el copolímero; esto tuvo lugar en un periodo de 20 minutos. La composición se extrajo del triturador en forma de un crepé de aproximadamente 1/4" de espesor .
- 195.
- 200.

- Un molde hermético con un hueco de 9" x 6" x 1/4" se cargó con una pieza de crepé de aproximadamente 9" x 5 1/2" x 1/4". El molde se cerró a una presión de 0,5 toneladas por pulgada cuadrada, y se calentó durante 15 minutos a una temperatura de 165 a 170° C. Pasado este tiempo se refrigeró el molde a 65° C y se aflojó la presión y el material extraído del molde y colocado en un horno por el que circulaba aire caliente a 100° C. durante 10 minutos. El producto después de refrigerarse a la temperatura ambiente, midió 18" x 10" x 5/8", tenia una densidad de 0,2 gms./c.c. y tenia excelentes propiedades de aislamiento térmico.
- 205.
- 210.

EJEMPLO II.

- Se preparó una composición que tenía los ingredientes indicados en el Ejemplo I, empleando un copolímero elaborado con las mismas proporciones de metacrilato de metilo y butadieno-1,3, pero en forma de polvo. Todos los ingredientes se mezclaron juntos en un mezclador de paletas para dar una mezcla pulverulenta seca, y esta mezcla se fué alimentando a dos trituradores
- 215.
- 220



de rodillos, cuyos rodillos se mantenían a 85 a 90° C. Se continuó la trituración durante unos 20 minutos, después de lo cual la composición se retiró del triturador en forma de un crepé de aproximadamente 1/4" de espesor.

225. La composición se moldeó y se dilató exactamente como se describe en el Ejemplo I y se obtuvo un material dilatado rígido que tenía una densidad de 0,2 gms. c.c., y unas propiedades excelentes de aislamiento térmico.

230.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle,

235.

en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 27 de Abril de 1955, nº 12.126/55, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales

240.

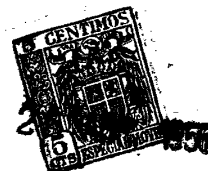
en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de material plástico dilatado"; caracterizándose por lo siguiente:

245.

1º.- Procedimiento para la obtención de material plástico dilatado, caracterizándose porque comprende una mayor cantidad de peso de un polímero de cloruro de vinilo, una menor cantidad en peso de un copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo y un agente insuflador.

250.

2º.- Procedimiento, según reivindicación 1ª,



caracterizándose porque el copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo se obtiene mediante polimerización de una mezcla de los monómeros que contienen una mayor proporción de metacrilato de metilo.

255. 3^a.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el copolímero de butadieno-1,3 y el metacrilato de metilo se obtiene mediante polimerización de una mezcla de los monómeros que contienen de 70% a 90% en peso de metacrilato de metilo.

260. 4^a.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque la composición dilatada caliente contiene de 20 a 40 partes en peso del copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo por cada 100 partes en peso de polímero de cloruro de vinilo.

265. 5^a.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque la composición contiene una menor proporción de un plastificante ^{para} el polímero de cloruro de vinilo.

270. 6^a.- Procedimiento, según reivindicación 5^a, caracterizándose porque la composición dilatada caliente tiene un plastificante para el polímero de cloruro de vinilo en una cantidad superior al 10% del peso del polímero del cloruro de vinilo.

275. 7^a.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el agente de insuflación es bicarbonato de amino guanidina, y la proporción del mismo es de 7% a 20% en peso de la composición.

280.



285. 8^o.- Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque se trabaja en caliente un copolímero de butadieno-1,3 y metacrilato de metilo y se mezcla íntimamente una mayor cantidad en peso de un polímero de cloruro de vinilo y un agente de insuflación, a una temperatura inferior a la temperatura de descomposición del agente de insuflación.

290. 9^o.- Procedimiento, según reivindicación 8^a, caracterizándose porque el copolímero de butadieno-1,3 y el metacrilato de metilo, el polímero de cloruro de vinilo y el agente de insuflación se trituran en un triturador de dos rodillos calentado, continuando la trituración hasta que se obtiene una mezcla íntima.

295. 10^o.- Procedimiento, según reivindicación 9^a, caracterizándose porque los rodillos del triturador se mantienen a una temperatura entre 70 a 90^o C.

300. 11^o.- Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el material poroso dilatado se calienta, para obtener una composición dilatada caliente, a una temperatura superior a la temperatura de descomposición del agente de insuflación.

305. 12^o.- Procedimiento, según reivindicación 11^a, caracterizándose porque la composición dilatada caliente se calienta en un molde que tiene una cavidad hermética a los gases mientras está a baja presión.

13^o.- Procedimiento para la obtención de material plástico dilatado; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 26 ABR 1966

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
P.P