



P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N **277030**

por "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COMPOSICIONES POLIMERAS DE ALTA RESISTENCIA AL CHOQUE, AL CALOR Y A ATAQUES QUÍMICOS", a favor de la firma estadounidense THE B. F. GOODRICH COMPANY, domiciliada en Akron, Ohio, Estados Unidos de América.

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de composiciones polimeras de alta resistencia al choque, al calor y a ataques químicos

5. Las nuevas mezclas polimeras a que esta invención concierne comprenden una mayor proporción de un cloruro de polivinile post-clorado y una menor proporción de una polielefina lineal homogéneamente clorada, y concierne asimismo a un procedimiento para preparar dichas mezclas polimeras.

10. Hay una necesidad para un material plástico que es la de ser servible a temperaturas que excedan de la del agua en ebullición. Hay también una necesidad para un material plástico cual es el que además de tener un alto punto de reblandecimiento y de estabilidad al calor sea resistente al choque y al golpe y también lo sea a la acción de líquidos corrosivos y agentes químicos.

15.

277030



5. Por lo tanto, un objeto de esta invención es proveer una nueva composición termoplástica que tenga excelente resistencia al golpe, alta temperatura de distorsión por el calor, y excepcionalmente buena resistencia a la degradación por el calor y líquidos corrosivos y químicos.

10. Todavía otros objetos y ventajas de la presente invención se pondrán de manifiesto en la más detallada descripción que se expone después, bien entendido que tal descripción detallada se da a título de ilustración y explicación solamente, y no en modo alguno limitativo, dado que pueden ser hechos en ella varios cambios por los expertos en el arte sin salirse del alcance y espíritu de la presente invención.

15. En esta invención se ha descubierto una nueva composición que comprende una mezcla de una mayor proporción de un cloruro de polivinilo post-clorado y una menor proporción de una poliolerina homogéneamente clorada.

20. Los cloruros de polivinilo post-clorados más útiles en la presente invención son aquellos que tienen densidades del orden de desde alrededor de 1,53 hasta alrededor de 1,59 (es decir, los que contienen desde por encima de un 64% hasta un 68% en peso de cloro), distorsión ASTM al calor a temperaturas de desde alrededor de 90 hasta alrededor de 125°C, y que son sustancialmente insolubles en acetona y completamente solubles en tetrahidrofurano. Los más preferidos son aquellos cloruros de polivinilo post-clorados que tienen densidades desde 1,55 a 25. 1,58 g./cc. a 25°C. Los cloruros de polivinilo post-clorados que aquí se tratan no son degradados en situación inestabilizada cuando se calientan al aire durante diez minutos a 375°F. La dependiente solicitud de patente estadounidense/Serial Núm. 707.672 de Mark L. Dannis y Floyd L. Ramp, depositada en 8 de



277030

Enero de 1958 y otra de Joseph G. Sheckney, describen estas resinas de claruro de polivinilo post-cloradas y los procedimientos para prepararlas, con más detalle.

5. Las poliolefinas halogenadas útiles en esta invención son las preparadas desde las llamadas "poliolefinas de alta presión", como se establecen, por ejemplo, en las patentes estadounidenses 2.183,556; 2.398,803; 2.481,188; 2.422,919; 2.592,763; 2.695,899; 2.784,105, y en el libro "politeno, The Technology and uses of Ethylene Polymers" por Kenfrew y Morgan, segunda edición, Interscience Publishers, New York, 1960, pág. 391-396.

10. Aun más preferidas son las poliolefinas halogenadas preparadas desde las llamadas poliolefinas de alta densidad y "baja presión" tales como las preparadas a presiones por debajo de alrededor de 500 atmósferas, como se describen en las patentes estadounidenses 2.890,213; 2.913,499; 2.920,062; 2.920,064; 2.959,562 y 2.964,514, así como en las patentes inglesas 828,379 y 834,824.

15. Son preferidas las poliolefinas que son normalmente polímeros y copolímeros sólidos de etileno, propileno y otras olefinas alfa alifáticas con longitud de cadena máxima de 8 átomos de carbono y sin cadena ramificada más cerca del doble enlace que en la posición 4. Para los fines de esta invención son más preferidas los polietilenos lineales de "baja presión", homogéneamente clorados, de alta densidad y peso molecular relativamente alto, descritos en las antedichas patentes y en otra de M. Peter Dreyfuss y Floyd L. Ramp.

20. Generalmente hablando, polietilenos de baja presión y alta densidad usados como materiales de partida para los polietilenos clorados preferidos de la presente invención son los preparados a presiones de menos que 500 atmósferas.

25. El polietileno clorado que es más preferido en la presente

30.

277030



- invencción es el resultante desde cloración homogénea de un polietileno macromolecular que tiene estructura molecular sustancialmente lineal y no ramificada y un alto peso molecular aparente (conforme puede ser determinado desde observación de sus propiedades intrínsecas como índice de fusión ASTM D 1238-57T) en el indicado grado y preferiblemente los que tienen valores de índice de fusión por encima de alrededor de 0.05. Mas preferidos son polietilenos lineales que tienen índice de fusión de desde 0.05 hasta alrededor de 7.
5. Tales distintas especies y variedades de polietileno pueden ser preparadas, por ejemplo, desde etileno de acuerdo con el proceso primeramente descrito por el Dr. Karl Ziegler y sus asociados en Alemania. En este procedimiento, una realización del cual ha sido descrita en la memoria de una patente belga,
10. es conducida la polimerización bajo la influencia de sistemas catalíticos que como catalizadores comprenden mezclas de compuestos del Grupo IV-A, V-A y VI-A de metales del sistema Periódico de acuerdo con Mendeleef, especialmente titanio y zirconio y agentes reductores de los mismos, tales como álcalis de aluminio. Pueden ser empleadas bajas presiones, relativamente, del grado desde 1 a 100 atmósferas cuando se utilizan sistemas catalizadores Ziegler para la polimerización de etileno.
15. Otros procedimientos conocidos para la manufactura de polietileno no ramificado, sustancialmente lineal y macromolecular pueden ser empleados en la preparación de polietilenos homogéneamente clorados de los que los descritos aquí son aquellos polietilenos preparados con catalizadores tales como óxido de cromo en alumina silicatada, compuestos de molibdeno hexavalente y carbón de leña como soporte de níquel-cebalto.
- 20.
- 25.
- 30.

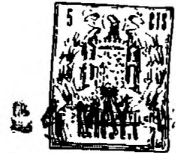


5 - 277030

La patente belga N° 530,617 y la patente estadounidense N° 2,825,712 así como el precitado libro de Renirew y Morgan, especialmente en las páginas 8-10 y 17-40 son representativos de otro arte relativo a los polietilenos lineales macromoleculares que recientemente se han vuelto aprovechables.

5. El preferido polietileno lineal macromolecular desde el cual puede ser derivado el polietileno clorado para uso en la presente invención tiene generalmente un peso molecular aparente que es significativamente mayor que cuando se prepara por procedimientos conocidos de alta presión antiguos (tales como aquellos en los que etileno monómero es polimerizado en presencia de cantidades de oxígeno y agua favorecedoras de polimerización teniendo un pH mayor que 7 bajo una presión de a lo menos 500 y, más usualmente, 1000 atmósferas y a temperaturas de desde 150 a 275°C.). La densidad (ASTM D 1505-57A) del polietileno lineal macromolecular está usualmente en la vecindad de desde alrededor de 0.926 a 0.965 y preferiblemente desde 0.941 a 0.965 gramos por centímetro cúbico y su punto de fusión es usualmente de 125 a 130°C. Es, como ha sido mencionado, polímero lineal sustancialmente no ramificado y puede ser generalmente hecho para contener menos de 3 y aun menos de 0.03 grupos metil por 100 grupos metileno en la molécula polimera. El polietileno lineal macromolecular se ha encontrado también ser más cristalino que el polietileno preparado por procedimientos antiguos convencionales de alta presión. Ejemplos de polietilenos comercialmente aprovechables útiles para esta invención pueden encontrarse en los "Plastics Properties Chart, Part. 1, Thermoplastics" bajo "Polyethylene" en "Modern Plastics Encyclopedia" emisión 1960.

30. El polietileno homogéneamente clorado que es mezclado con



277030

el cloruro de polivinilo post-clorado en la composición a la que aquí nos referimos podrá contener desde alrededor de un 5 hasta un 50%, y más preferiblemente desde alrededor de un 30 hasta un 40%, en peso de cloro.

5. La composición de que trata esta invención comprende mezclas de desde alrededor de 2 hasta menos de 10 partes en peso de polietileno clorado para cada 100 partes en peso de cloruro de polivinilo post-clorado. Mas preferiblemente son las composiciones que comprenden de 5 a 8 partes en peso de polietileno homogéneamente clorado para cada 100 partes de cloruro de polivinilo post-clorado. Es en realidad inesperado que tan pequeñas cantidades de polietileno homogéneamente clorado sean útiles como mejorador de impacto y coadyuve en ayuda del proceso de la presente invención. Composiciones que contienen menos que la cantidad preferida de polietileno clorado son de difícil proceso y tienen resistencia al golpe menor, mientras que las que tienen más que la cantidad preferida resultan con puntos de reblandecimiento más bajos, más bajas temperaturas de distorsión por el calor y más pobre resistencia química que la de las composiciones preferidas.
- 10.
- 15.
- 20.

- Las composiciones aquí tratadas preferiblemente, están libres de plasticizadores convencionales, coadyuvadores de proceso y perfeccionadores de impacto a causa de que pueden ser moldeadas, extrusionadas y calandradas tal como son. Deben ser evitados plasticizadores convencionales a causa de que bajan la temperatura de distorsión por el calor cuando se usan en estas composiciones. Sin embargo es a menudo deseable incluir en la mezcla de polietileno homogéneamente clorado y cloruro de polivinilo post-clorado aquí consideradas pequeñas cantidades de compuestos útiles como estabilizadores para el
- 25.
- 30.

277030



calor y la luz. Pueden ser tambien incluidos en las composiciones aquí consideradas pigmentos convencionales y henchidos bien conocidos en el arte de los materiales termoplásticos.

5. Las composiciones de esta invención resistentes al choque, calor y ataques químicos pueden ser preparadas mezclando los ingredientes en un molino, calandria o en un Banbury u otro tipo de mezclador interno a una temperatura de desde alrededor de 300 hasta alrededor de 400°F. Es tambien a menudo conveniente mezclar el cloruro de polivinilo post-clorado y el polietileno clorado como ingredientes en solución o dispersión seguido de precipitación, coagulación o reciado secador del producto mezclado. Un mínimo de melido adicional o mezclador es entonces requerido para la producción de mezclas homogéneas.
- 10.
- 15.

Las composiciones aquí consideradas tienen excelentes propiedades estructurales que pueden hacerlas útiles en depósitos, tuberías, conductos y similares y en particular en tuberías y contenedores usados para trasvasar e almacenar líquidos corrosivos y químicos calientes. De hecho, las composiciones de esta invención son útiles en muchas aplicaciones en las que un artículo que debe tener buena resistencia excepcional al choque, calor y corrosión, sea requerido.

- 20.
25. La invención será en adelante descrita con los siguientes ejemplos específicos en los que las cantidades de los varios ingredientes está expresadas en partes en peso, a menos que se indique otra cosa. Sin embargo, se entenderá que, aunque estos ejemplos sean describiendo en detalle algunas de las más específicas características de la invención, son dados primordialmente para fines ilustrativos, estando definido
- 30.

277030



el alcance de la invención por las reivindicaciones que se acompañan.

Poliétileno Homogéneamente Clorado

5. Un reactor de vidrio equipado con un agitador, una válvula de seguridad de apertura rápida y una puerta de admisión de cloro fué cargado con 55 partes de tetracloruro de carbono de grado técnico, 2.75 partes de poliétileno y 15 partes de agua destilada. Se cerró el reactor, se puso en marcha el agitador y se aplicó vacío durante 30 minutos, aproximadamente, para separar el oxígeno del sistema. La temperatura de reacción fué traída entonces a 130°C. y mantenida así alrededor de 1.5 horas. En este punto la presión del reactor era de alrededor de 75 libras por pulgada cuadrada.

10. Una pizca de peróxido di-t-butil fué entonces añadida a la mezcla de reacción y seguidamente se admitió cloro de manera de mantener en el reactor una presión de alrededor de 80 p.s.i. durante el curso de la reacción. Durante la cloración la temperatura fué mantenida entre 125 y 130°C. Debido a la exotermicidad de la reacción, fué necesario proveer alguna refrigeración para mantener la temperatura deseada.

15. La extensión de cloración fué controlada por instrucción del peso de cloro admitido en el reactor. Después de haber sido admitida la deseada cantidad de cloro, se cerró la válvula de admisión de cloro y se mantuvo el reactor a 125°C. durante unos 30 minutos adicionales de suerte que pudiera reaccionar el cloro residual. Dado que la reacción implica el reemplazo de átomos de hidrógeno del polímero por átomos de cloro y la formación de HCl como un sub-producto, la cantidad teórica de cloro usada es dos veces la a introducir en el polímero y la cantidad de cloro puede ser prontamente calcula-

20.

25.

30.

277030



da a priori por el experto en el arte.

5. El cemento de polietileno clorado en tetracloruro de carbono fué separado de la mezcla agua-HCl, se lavó con agua fresca y se añadió entonces a un exceso de metanol para precipitar el producto. El producto fué lavado en metanol y secado al vacío, quedando entonces listo para ser mezclado con el cloruro de polivinilo post-clorado. Mediante la precitada manera varios polietilenos que a continuación se relacionan fueron clorados a niveles de desde alrededor de 30 hasta un 45% en peso de cloro.

10. A. "Marlex 50" suministrado por la Phillips Chemical Company, un tipo Phillips de polietileno de baja presión que tiene una densidad de 0.96 (ASTM D 1505-57T), índice de fusión de 5.0 (ASTM D 1238-57T), una temperatura de reblandecimiento de 260°F. (ASTM D 1525-58T) y una dureza Shore "D" de 68.

15. E. "Marlex 2" suministrado por Phillips Chemical Company, un polietileno que tiene una densidad de 0.96, índice de fusión de 0.2, temperatura de reblandecimiento de 260°F. y una dureza Shore "D" de 68.

20. G. "Marlex 65" suministrado por PHILLIPS CHEMICAL Company, un copolimero de baja presión de alrededor de 95% de etileno y 5% de butano teniendo una densidad de 0.95, índice de fusión de 6.5, temperatura de reblandecimiento de 255°F. y dureza Shore "D" de 67.

25. D. "Marlex 3" suministrado por Phillips Chemical Company, un copolimero de alrededor de 95% de etileno y 5% de butano teniendo una densidad de 0.95, índice de fusión de 0.3, temperatura de reblandecimiento de 255°F. y dureza Shore "D" de 67.

30.

277030



E. "Alathon 78X" suministrado por duPont Company, un polietileno de baja presión teniendo una densidad de 0.954 y un índice de fusión de 5.0.

5. F. "DYND3" suministrado por Union Carbide Company, un polietileno de baja presión teniendo una densidad de 0.916 y un índice de fusión de alrededor de 4.5.

G. "Hifax 1600E" suministrado por la Hercules Powder Company, un polietileno tipo Ziegler teniendo un índice de fusión de 0.05.

10. H. "Super Dylan 6060M" suministrado por Koppers Company, Inc., un polietileno tipo Ziegler teniendo una densidad de 0.953 y un índice de fusión de 6.0.

15. I. Un polietileno tipo Ziegler teniendo una densidad de 0.955, un índice de fusión de 0.3 y una viscosidad intrínseca en naftalina alfa-cloro, a 130°C., de 1.58.

Cloruro de Polivinilo Post-Clorado.

20. En un reactor de vidrio equipado con un manantial de luz ultravioleta se cargaron 500 partes en peso de un cloruro de polivinilo de alto peso molecular y grado comercial ("Geon 101 EP", un fácil procesotipo de resina de fines generales teniendo una viscosidad específica de alrededor de 0.54 hecho por The B. F. Goodrich Chemical Company, de Cleveland, Ohio), 1200 partes de agua destilada y 160 partes de cloroformo. Preferiblemente, la pasta agua-cloruro de polivinilo se hace primero y se le permite reposar durante 25. unas pocas horas para asegurar completa humectación de las partículas de cloruro de polivinilo. Se usó la agitación durante la carga y en toda la reacción de cloración. Se cerró el reactor y se purgó el sistema de aire mediante nitrógeno. Entonces fué evacuado por succión. 30.

277030



La cloración fué llevada a cabo introduciendo cloro (siempre manteniendo una ligera presión positiva y un exceso de cloro en la superficie donde la reacción estaba prosiguiendo) en el reactor mientras la mezcla de reacción era mantenida en la presencia de luz ultravioleta a una temperatura de 40°C. La cantidad teórica de cloro necesaria para una densidad dada de producto, fué usada. La cantidad de cloro necesaria para que la reacción produjera un producto que tuviera una densidad de alrededor de 1.57, requirió 310 partes de cloro y alrededor de 7 horas de reacción en tiempo después de lo cual se extinguió la luz ultravioleta y la mezcla de reacción fué entonces rápidamente enriada bajo presión de cloro. El cloro en exceso fué inmediatamente purgado desde el reactor con nitrógeno y la pasta resultante fué neutralizada con bicarbonato de sodio a un pH de 7.2. El producto sólido, que fué prontamente aislado por filtración y secado, se encontró entonces que tenía una densidad de 1.57 gramos por centímetro cúbico a 25°C, y era insoluble en acetona y soluble en tetrahidrofurano.

20.

#### EJEMPLO I

Una dispersión de cloruro de polivinilo clorado, antes descrito, y un cemento de polietileno clorado (A) en tetracloruro de carbono, como se describió antes, fueron co-aislados mediante suficiente adición del cemento a la dispersión para producir una mezcla conteniendo 5 partes de polietileno clorado por 100 partes del cloruro de polivinilo clorado. (Es a veces conveniente, si el cemento de polietileno clorado es enteramente viscoso, emulsionar el cemento en agua con un agente emulsificante y añadir después la emulsión de cemento a la suspensión acuosa del cloruro de

30.

277030

24 MAY.



- polivinilo clorado). La pasta resultante fué calentada a 100°C. para separar el tetracloruro de carbono, y después enfriada y filtrada y el producto sólido resultante fué lavado varias veces con agua destilada para separar las últimas trazas de ácido. La mezcla de resina fué secada al aire a 150°F. durante 24 horas en una columna de vidrio (2 pulgadas de diámetro y 5 pies de longitud) bajo condiciones de fluidificación. El producto seco fué un polvo libremente suelto ligeramente tostado.
- 5.
10. Las antedichas mezclas fueron entonces compuestas como sigue:
- Mezcla de cloruro de polivinilo clorado y polietileno clorado 105 ; Sal Ba-Ca mezclada de ácidos grasos más altos (con marca Ferre 1827 hecha por Ferre Chemical Corp.) 3; Estearato de Calcio, 0.75. Las precitadas mezclas fueron mezcladas en botella en un tambor durante 30 minutos.
15. Cada muestra fué molida a 310°F. Las muestras conjuntas después de 2 a 3 minutos aproximadamente se les permitió mezclarse a otra temperatura 2 o 3 minutos antes de ser separadas.
- 20.
25. Dos planchas midiendo 5 1/2" x 2 1/4" x 1/8" fueron toscamente cortadas del almacenamiento para distorsión por el calor y pruebas Izod, mientras que el resto de las almacenadas era vuelto a trabajar a un espesor aproximado de 0.030" de suerte que podían ser cortada tiras de 6" x 1/4" para las pruebas de estabilidad al calor. Las planchas fueron insertadas en una prensa, precalentadas durante 5 minutos, aproximadamente, y después moldeadas durante alrededor de 3 minutos a 355°F. Barras de distorsión por el calor que medían 5 1/2" x 2 1/4" x 1/8" fueron cortadas desde las planchas y
- 30.

277030



probadas de canto a 264 p.s.i. g. de tensión de fibra en soportes de 4 in. La temperatura fué aumentada 2°C. por minuto y la temperatura de distorsión por el calor fué registrada en el punto donde la barra se combó 0.01 in. (ASTM 648).

5. Las muestras Izod teniendo las dimensiones 2 1/2 in x 1/2 in x 1/8 in fueron también cortadas desde las planchas.

Las tiras de 6 in x 1/2 in fueron cortadas en 6 partes y envejecidas al calor en un horno de aire circulante a 400°F. Las muestras fueron separadas a los 10, 20, 30, 40, 50 y 60 minutos. El valor de la estabilidad al calor de una muestra dada se basó en la longitud de tiempo al cual la muestra podía ser expuesta a 400°F. antes de ocurrir ennegrecimiento apreciable.

Los resultados de las precitadas pruebas son dados a continuación. El récipe de control fué preparado como se describió antes con la sola excepción de que estaba ausente el polietileno clorado. El récipe de control manejado pobremente en el molino. El polietileno usado como material de partida en cada caso está dado en las designaciones (A-I) de letras usadas antes.

	<u>Poli-etileno Clorado</u>	<u>Nivel de Cloro (wt. %)</u>	<u>Estabilidad al Calor a 400°F. (min.)</u>	<u>Distorsión al Calor °C</u>	<u>Impacto Izod</u>
	PVU Clorado (control)		35	114,5	0,94
25.	A	30	40	112	2,13
		35	40	112	4,46
		46	30	109	2,25
	B	31	30	108,5	2,46
		35	30	110	5,46
30.		46	35	111,3	1,77



277030

	<u>Poli etileno Clorado</u>	<u>Nivel de Cloro (wt. %)</u>	<u>Estabilidad al calor a 400°F. (min.)</u>	<u>Ditorsi3n al Calor °C.</u>	<u>Impacto Izod</u>
	D	34	35+	109.5	3.27
		35	35+	111.0	2.34
5.		48	40	108.0	1.24
	C	29	40	110.0	4.76
		34	35+	109.3	1.95
		42	35+	108.5	3.87
	E	33	40	113	3.40
10.		37	30	111.5	3.38
		47	30	110.5	2.62
	I	31	30	113.5	2.77
		35	35	112.8	3.47
		49	30	108.0	1.15
15.	G	30	30	109.0	2.01
		34.5	30	107.5	1.75
		45	30	107.5	0.91
	H	32	35	110.5	3.08
		35	30	107.8	1.82
20.		47	30	105.5	0.94
	F	32	30	107.3	1.93
		35.5	30	107.3	0.95
		47	30	106.8	0.56

25. La "extrusionabilidad", que es la velocidad con la que el material extrusiona a una temperatura establecida a traves de una matriz standard cuando es aplicada una presi3n standard, asi como la apariencia de la superficie de lo extrusionado, fu3 determinada para numerosos compuestos de los tipos antes relacionados. En general la mejor extrusionabilidad fu3 encontrada para compuestos que tenian alrededor

30.

277030-4



de 7 partes del polietileno clorado, en ellos. Compuestos de este tipo en los que la densidad del cloruro de polivinilo clorado era de alrededor de 1.55 a 1.58 tenían la mejor extrusionabilidad. Composiciones del precitado tipo conteniendo cloruro de polivinilo clorado que tienen densidades por encima de alrededor de 1.60 tenían muy baja velocidad de extrusión. El polietileno clorado F dió composiciones que eran más pobres en la realización de extrusionabilidad. Similarmente, el uso de polietileno homogéneamente clorado, en las mencionadas composiciones, condujo a pobre extrusionabilidad.

Una mezcla de 5 partes del polietileno homogéneamente clorado (A) conteniendo 35% en peso de cloro y 100 partes de cloruro de polivinilo (Geon 101 EP) preparado de la precitada manera, con los antes mencionados estabilizadores, tuvo una deformación al calor de 72,5°C. y un impacto Izod de 1,49.

EJEMPLO II

Mezclas co-aisladas de polietileno clorado y cloruro de polivinilo clorado, teniendo varios niveles del polietileno clorado, en ellos, fueron evaluados para impacto Izod de la manera descrita en el Ejemplo I. Los resultados se relacionan a continuación:

277030



Poli-etileno Clorado

Valores Izod

Partes de polietileno cloradas homogéneamente, por cien partes de Cloruro de Polivinilo Clorado

		5	7.5
5.	A (35% Cl)	4.5	7.1
	(37% Cl)	3.4	8.3
	B (35% Cl)	5.5	8.3
	D (34% Cl)	3.3	8.8
10.	C (29% Cl)	4.8	7.5
	(42% Cl)	3.8	5.9
	E (33% Cl)	3.4	8.7
	(37% Cl)	3.4	9.0
	I (35% Cl)	3.5	8.7
15.	H (32% Cl)	3.1	7.6

Niveles de 10 partes de polietileno homogéneamente clorado y superiores muestran buenos valores Izod pero la resistencia de las mezclas a temperaturas de deformación al calor y ataques químicos cambia marcadamente

EJEMPLO III

Una mezcla de 100 partes de cloruro de polivinilo post-clorado teniendo una densidad de 1.57 g./cc. (a 25°C.) que fué prehecha de la antedicha manera, 7 partes de polietileno de alta densidad homogéneamente clorado (A) conteniendo 35% en peso de cloro, y 3.75 partes de los estabilizadores relacionados en el ejemplo I, se mezclaron a 310°F. y se laminaron fuera del molino. Muestras de la lámina resultante fueron sumergidas en varios tipos de líquido de acuerdo con la prueba ASTM D 541. Todas las inmersiones duraron 28 días a la

- 17 - 277030



temperatura indicada en las siguientes tabla-s. La mezcla antes de la inmersión tenía las propiedades siguientes:

<u>Fuerza de Tensión</u> <u>P.S.i.</u>	<u>Módulo de Tensión</u> <u>P.S.i.</u>	<u>Dureza "D" en</u> <u>marómetro</u>
7600	389,000	83

5.

Tabla 1

ASTM D-541 Prueba de Inmersión

28 días, a 25°C.

	<u>Reactivo</u>	<u>cambio</u> <u>% wt.</u>	<u>cambio</u> <u>% vol.</u>	<u>Tensión</u> <u>P.S.i.</u>	<u>Módulo</u> <u>Tensión</u> <u>P.S.i.</u>	<u>Dureza</u> <u>"D" en</u> <u>marómetro</u>
10.	Alcohol Butílico	-0.125	-0.475	7865	394,000	83
	Hexano	-0.075	-0.625	7875	383,500	83
	Etanol	+0.185	+0.13	7670	396,750	82
15.	NaCl acuosa saturada	+0.51	+0.445	7625	380.000	82
	aceite #3 ASTM	+0.03	-0.405	7805	376.750	83
	ácido acético glacial	+0.48	+0.25	7685	428.000	84
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 98%	-0.115	-0.14	7740	398.000	84
20.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 93 y medio %	-0.14	-0.12	7880	395,500	84
	Glicerina	-0.07	-0.605	8100	389.500	83
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 20%	+0.455	+0.505	7895	403,500	82
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 80%	-0.155	+0.315	7995	378.500	84
25.	ácido acético 20%	+0.54	+0.59	7840	371,500	84
	ácido crómico 50%	+0.225	-0.015	7850	390.000	84
	ácido Hidroclórico conc.	+0.36	+0.355	7850	406,500	83
	CCl <sub>4</sub>	+0.435	+0.415	7580	403,500	83
	ácido Nítrico 70%	+0.295	+0.25	7750	400.500	83
30.	NaOH acuosa 50%	-0.09	-0.075	7770	417,500	84



277030

Table 1 (continuación)

Reactivo	cambio % wt.	cambio % vol.	Tension p.s.i.	Módulo Tensión p.s.i.	Dureza "Du en Durometro
5. NaOH acuosa 10%	+0.445	+0.36	7765	374,500	85
Agua destilada	+0.71	+0.685	7795	388,500	83
=====					

Table 2

ASTM D-541 Prueba de Inmersión

28 dias, a 140°F.

10.

Alcohol butilico +0.37 +0.62 7490 401.500 83

Acido acético glacial +7.37 +9.28 6075 322.000 78

Glicerina -0.015 +0.035 7905 401.000 83

15.

Acido crómico 50% +0.50 +0.63 7915 368,500 83

Acido hidrocórico conc. +1.41 +1.63 7850 366,500 83

Acido nítrico 70% +1.915 +1.63 7780 369,000 83

20.

NaOH acuosa 10% +0.785 +1.025 8220 397,500 83

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 93 1/2 % +0.06 +0.105 7930 393,000 84

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 80% -0.025 +0.15 7930 438,200 83

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 98% +0.50 +0.52 8135 419,500 85

Acido acético 20% +1.18 +1.68 8130 426,750 85

25.

Etancl +0.85 +1.30 7635 387,000 82

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 20% +0.80 +1.05 7905 394,250 83

NaCl acuosa saturada +0.775 +0.74 8090 397,500 82

aceite #3 ASTM -0.045 +0.135 7835 419,250 83

Hexano +1.30 +3.015 7175 405,000 78

30.

Agua destilada +1.405 +1.56 7910 381,500 80

277030-4



Table 3

ASTM D-541 Prueba de Inmersión

28 días, a 185°F.

	<u>Reactivo</u>	<u>cambio % wt.</u>	<u>cambio % vol.</u>	<u>Tensión p.s.i.</u>	<u>Módulo Tensión p.s.i.</u>	<u>Dureza "D" en durometro</u>
5.	Aceite #3 ASTM	-0.065	+0.38	8125	394.000	83
	Glicerina	-0.11	+0.23	8030	415.750	84
	Alcohol butílico	+7.12	+12.56	6235	360.000	75
10.	NaCl acuosa saturada	+0.64	+0.85	8260	389.500	83
	Acido acético glacial	+12.22	+15.415	4930	312.000	78
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 20%	+0.985	+1.30	8370	389.750	84
	Acido nítrico 70%	+4.995	+3.35	8245	392.500	83
15.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 93 1/2 %	+2.55	+3.09	6680	360.000	84
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 80%	-0.12	+0.065	8135	375.000	83
	Acido crómico 50%	+0.43	+0.83	8295	393.000	83
	Acido acético 20%	+3.65	+4.955	8025	374.500	82
20.	NaOH acuosa 20%	+1.91	+2.30	8380	387.500	83
	NaOH acuosa 50%	-0.005	+0.57	7450	369.000	84
	Agua destilada	+2.05	+2.72	8460	402.500	82

=====

Table 4

ASTM D-541 Prueba de Inmersión

28 días, a 212°F.

25.	Aceite #3 ASTM	+1.195	+2.425	8310	406.500	84
	NaCl acuosa saturada	+1.21	+1.52	8305	371.000	84
30.	Acido acético glacial	+12.67	+16.015	4190	300.500	77

277030



Tabla 4 (continuación)

Reactivo	Cambio % wt.	Cambio % vol.	Tensión p.s.i.	Módulo Tensión p. s. i.	Dureza "D" en du- rómetro
5. Acido nítri- co 70%	+0.765	+0.355	1990	379.000	85
Glicerina	-0.14	+0.44	8335	409.500	84
Acido cró- mico 50%	+0.38	+0.735	8500	376.000	83
NaOH acuosa 50%	-0.07	+0.55	8430	479.000	83
Acido acéti- co 20%	+6.58	+9.34	7725	446.000	80
10. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 20%	+1.555	+2.145	8815	436.500	82
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 93 1/2 %	+4.585	+8.205	6090	300.000	80
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 80%	-0.16	+0.165	8500	432.000	84
NaOH acuosa 10%	+2.645	+3.24	8480	436.500	83

15. Una mezcla de 7 partes de polietileno (A) homogéneamente clorado y 100 partes de cloruro de polivinilo (Geon 101 EP) preparada y estabilizada como se describió en el ejemplo 1, tiene una tensión de 6000 p.s.i. Cuando esta composición fué sumergida en líquidos oxidantes fuertes, tales como ácido nítrico al 70%, ácido crómico al 50% y ácido sulfúrico al 98% a 140°r. durante 14 días ocurrieron considerables hinchazones y degradaciones lo cual demuestra la decidida superioridad de las composiciones a que esta invención se refiere.

20.



N O T A

277030

Hecha la descripción del presente invento se hace constatar, que esta solicitud de patente se acoge a la prioridad de la solicitud de patente estadounidense Serial N° 107.929, depositada el 5 de Mayo de 1961, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

5.

1.- Procedimiento de obtención de composiciones polimeras de alta resistencia al choque, al calor y a ataques químicos, caracterizado porque se mezclan 100 partes en peso de un cloruro de polivinilo postclorado, con desde 2 hasta menos de 10 partes en peso de una poliolefina clorada.

10.

2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se mezclan 100 partes en peso de un cloruro de polivinilo postclorado, teniendo una densidad de desde 1.53 a 1.59, con desde 5 hasta 8 partes en peso de un polimero de etileno homogéneamente clorado, realizándose dicha mezcla a una temperatura que oscila entre los 300 y los 400°F., aproximadamente.

15.

3.- Procedimiento, según la reivindicación 1, mediante el cual se obtiene una composición consistente en una mezcla de 100 partes en peso de un cloruro de polivinilo post-clorado y desde 2 hasta menos de 10 partes en peso de una poliolefina clorada.

20.

4.- Procedimiento, según la reivindicación 2, mediante el cual se obtiene una composición consistente en una mezcla de 100 partes en peso de un cloruro de polivinilo post-clorado y desde 5 hasta 8 partes en peso de un polimero de etileno homogéneamente clorado.

25.

5.- Procedimiento, según la reivindicación 2, mediante el

277030

4 MAY.



5. cual se obtiene una composición consistente en una mezcla de 100 partes en peso de un cloruro de polivinilo post-clorado, teniendo una densidad de desde 1.53 a 1.59, y desde 5 hasta 8 partes en peso, basado en el peso de dicho cloruro de polivinilo post-clorado, de un polietileno clorado que contiene desde 25 a 50% en peso de cloro.

10. 6.- Procedimiento, según la reivindicación 2, mediante el cual se obtiene una composición consistente en una mezcla de 100 partes en peso de un cloruro de polivinilo post-clorado, teniendo una densidad de desde 1.53 a 1.59, y desde 5 hasta 8 partes en peso, basado en el peso de dicho cloruro de polivinilo post-clorado, de un polietileno de alta densidad, de baja presión, homogéneamente clorado, conteniendo desde 25 hasta 50% en peso de cloro.

15. 7.- Procedimiento, según la reivindicación 2, mediante el cual se obtiene una composición consistente en una mezcla de 100 partes en peso de un cloruro de polivinilo post-clorado, teniendo una densidad de desde 1.53 a 1.59, y desde 5 hasta 8 partes en peso, basado en el peso de dicho cloruro de polivinilo post-clorado, de un polietileno de baja presión homogéneamente clorado, conteniendo desde 30 hasta 40% en peso de cloro, teniendo el referido polietileno una densidad inicial de desde 0.926 a 0.965.

20. 8.- Procedimiento, según la reivindicación 2, mediante el cual se obtiene una composición consistente en una mezcla de 100 partes en peso de un cloruro de polivinilo post-clorado, teniendo una densidad de desde 1.55 a 1.58, y desde 5 hasta 8 partes en peso de un polietileno de baja presión homogéneamente clorado, conteniendo desde 30 hasta 40% en peso de cloro, teniendo el referido polietileno una densidad inicial de desde

25.

30.



277030

0.941 a 0.965.

9.- Procedimiento de obtención de composiciones polímeras de alta resistencia al choque, al calor y a ataques químicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintitrés hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 4 de Mayo de 1962.

THE B. F. GOODRICH COMPANY.

P. a.

JAIMÉ BERN MIRALLES  
P. F.