

284124.



- 1.-

284124

Memoria Descriptiva

para

una patente de invención
por veinte años en España

a favor de

R.T. Vanderbilt Company, Inc
(sociedad estadounidense)

residente en

230 Park Avenue
New York N.Y. (EE.UU.)

por:

"PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UNA ESPUMA FINA, UNIFORME,
DE CELULA ABIERTA, DE CLORURO DE POLIVINILO".

Inventores: Raymond R. Waterman,
Kenneth M. Deal,
Peter A. Whitman.
Todos con la nacionalidad de los EE. UU.

Prioridad: Solicitud patente EE.UU. Serial 167.424
del 19 de enero de 1962. Y patente Serial
Nº 242.652 del 6 de diciembre de 1962.



284124

El presente invento se refiere a un procedimiento para producir espuma de polivinilo.

5 La espuma o esponja de cloruro de polivinilo, bien sea de célula abierta o cerrada, se produce de un plastisol por expansión o espumando el plastisol y calentando después hasta el estado de gel y fundiendo la estructura expansio-
10 da o celular. La espuma generalmente se produce por uno de tres métodos. En el método de gas comprimido, un gas, tal como dióxido de carbono o nitrógeno se disuelve en el plastisol bajo presión. Después de soltar la presión, el gas disuelto se expande en el plastisol para formar el mismo convirtiéndole en esponja de vinilo de célula cerrada. Otro procedimiento comprende el uso de agentes químicos hinchadores que se descomponen en el plastisol para desprender un gas,
15 tal como nitrógeno, en el plastisol para formar la espuma o esponja. El restante método principal para formar espuma de cloruro de polivinilo comprende el batido mecánico o espumado de un plastisol para incorporar aire en el mismo.

20 El principal inconveniente del método de gas comprimido es que requiere el uso de gases embotellados relativamente costosos, equipos de refrigeración caros para el control preciso de temperatura baja y complicada maquinaria de alta presión. El uso de agentes químicos hinchadores es des-
25 ventajoso porque estos agentes son costosos y el procedimiento es difícil de controlar, resultando por ello productos de espuma que no son uniformes en la estructura celular, en la



284124

5 densidad y en el grosor. El procedimiento presente de batido mecánico es insatisfactorio para espumas de densidad ligera porque el plastisol espumado tiende a sufrir derrumbamiento antes o durante la fusión del mismo de modo que la espuma resultante no es uniforme en sección transversal y las células varían de tamaño.

10 Por lo tanto, un objeto del presente invento es procurar una espuma única de cloruro de polivinilo por un nuevo procedimiento mecánico de espumado o batido de modo que no habrá ningún derrumbamiento de la espuma y de modo que la espuma resultante tendrá una estructura de célula abierta, fina, y uniforme. Otro objeto consiste en procurar tal producto de espuma y procedimiento y compuestos para el uso en el mismo tales que la espuma de cloruro de polivinilo fina, 15 uniforme, de célula abierta tenga una amplia gama de densidades variando entre alrededor de 5 hasta 50 libras por pie cúbico y un amplio alcance de compresión RMA variando desde alrededor de 6 a 200 libras.

20 Estos objetos del presente invento se alcanzan a condición de que se observen cuidadosamente varios factores críticos. Así, cierta cantidad crítica de jabón y agua tiene que estar presente en el plastisol de cloruro de polivinilo antes del espumado o batido del mismo para formar la espuma. Se ha hallado que tiene que estar presente en el plastisol, 25 antes de espumar o batir, un jabón de metal de álcali con el fin de evitar el derrumbamiento de la espuma y de procurar

284124



5 en la misma una estructura fina, uniforme de célula abierta, incorporándose el jabón en el plastisol sin espumar, bien sea por adición directa al plastificante o preferentemente formando el jabón in situ en el plastificante. Especialmente se
10 5 prefiere que el jabón sea formado in situ en una pequeña porción solamente del plastificante total usado. Los ingredientes formadores de jabón tienen que haber reaccionado completamente antes del espumado mecánico del plastisol. Se ha hallado además que la cantidad de agua presente en el plastisol
15 10 tiene que mantenerse a un mínimo con el fin de evitar la perturbación de la formación de gel y de la fusión de la espuma y que se estropee la estructura de la espuma.

15 15 Un plastisol de cloruro de polivinilo es una dispersión finamente dividida de partículas de resina de cloruro de polivinilo en plastificante líquido para la resina de cloruro de polivinilo. Las típicas resinas de cloruro de polivinilo útiles del tipo de grado de plastisol o del tipo de dispersión para batir dentro, incluyen Geon 121 (una resina de plastisol del tipo para batir dentro de cloruro de polivinilo
20 20 de alto peso molecular, vendida por la B.F. Goodrich Chemical Company), Exon 654 (una resina similar vendida por la Firestone Plastic Company) Marvinol VR-50 y VR-53 (resinas de plastisol de cloruro de polivinilo para uso general vendidas por la Naugatuck Chemical Company) y Opalon 410 (una resina de
25 25 cloruro de polivinilo del grado de plastisol vendida por la Monsanto Chemical Company). Cuando se desee reducir la tempe-



284124

5 ratura de fusión, una porción, tal como una cantidad hasta
alrededor de 30% de peso de la resina homopolímera de cloru-
ro de vinilo puede remplazarse por una resina de plastisol
de copolímero de cloruro de vinilo o puede mezclarse con la
misma, por ejemplo Geon 135 vendida por la B.F. Goodrich
Chemical Company.

10 El plastificante líquido, presente en el plastisol
como un medio de dispersión para las partículas de resina de
cloruro de polivinilo se emplea en cantidades variables de-
pendientes de la naturaleza del plastificante y de la resina
de cloruro de polivinilo. En general, el plastificante es
empleado en una cantidad desde alrededor de 35 hasta alrede-
dor de 400 partes de peso por 100 partes de peso de resina
de cloruro de polivinilo. Usualmente el plastisol contendrá
15 desde alrededor de 54 hasta alrededor de 95 partes de peso
del plastificante por 100 partes de peso de la resina de clo-
ruro de polivinilo. Los típicos plastificantes adecuados in-
cluyen dioctil ftalato o di-(2-etilhexil) ftalato; butil de-
cil ftalato; dicapril ftalato; butil bencil ftalato; dioctil
20 adipato; dioctil sebacato; tricresil fosfato; trioctil fosfa-
to; cresil difenil fosfato; acetiltributil citrato; dipropi-
leno glicol dibenzoato; plastificantes del tipo epoxi, tales
como Monoplex S-73 (Röhm & Haas); plastificante polimérico,
tal como Paraplex G-50 (Röhm & Haas); y copolímeros de buta-
25 dieno-acrilonitrilo, tal como Hycar 1312 (B.F. Goodrich Che-
mical Company). Generalmente estos plastificantes se utilizan



284124

junto con otros para formar sistemas compuestos de plastificantes.

5 La elección del plastificante deberá tomar en consideración su efecto en la reología del plastisol y su capacidad de retener o soltar aire. La experiencia ha demostrado que una viscosidad de plastisol de 1500 a 10.000 cps. según se mide en viscosímetro de Brookfield a 30 rpm. con un husillo del Nº 4, puede emplearse satisfactoriamente en el procedimiento según el invento. Por debajo de esta viscosidad interior, se reduce la eficacia del plastisol para retener 10 aire. Por encima de esta viscosidad superior, se aumenta materialmente el problema de transferir el plastisol.

15 El plastisol empleado tiene que tener la propiedad de adelgazar con la agitación. Empleando un viscosímetro Brookfield, pueden comprobarse las propiedades de flujo por mediciones a dos velocidades de husillo. Los plastisoles tixotrópicos mostrarán una reducción de viscosidad a la más alta velocidad del husillo. Los plastisoles Newtonianos darán aproximadamente lecturas iguales a cualquier velocidad. Am- 20 bos plastisoles tixotrópicos y newtonianos son satisfactorios para el uso en el procedimiento del presente invento. Sin embargo, los plastisoles dilatantes muestran un aumento de viscosidad a la mayor velocidad del husillo y son difíciles de usar en el procedimiento.

25 Un plastificante que suelte bien el aire, requerido para muchas aplicaciones de plastisol, no es deseable



284124

para el uso en el presente procedimiento, porque el procedimiento del invento funciona por la retención mecánica de aire en el plastisol. Sin embargo, pequeñas cantidades de excelentes plastificantes que sueltan aire, pueden emplearse donde se deseen propiedades específicas en la espuma terminada.

En adición a la fase dispersa, es decir la resina de cloruro de polivinilo del grado de plastisol, y el medio de dispersión, es decir el plastificante líquido, los plastisoles de cloruro de polivinilo pueden contener, si se desea, varios aditivos convencionales. Usualmente están presentes estabilizadores de calor y luz, que son compuestos de plomo, estaño, cinc, cadmio y bario o complejos tales como aquellos estabilizadores vendidos bajo las marcas comerciales Vanstay Rz 25, Vanstay HIA, Vanstay SA y Vanstay RR-Z (R.T.Vanderbilt Co.). Los estabilizadores de calor y luz están normalmente presentes en el plástisol en una cantidad desde alrededor de 0,5 a alrededor de 6 partes de peso por 100 partes de peso de la resina de cloruro de polivinilo, y más usualmente en una cantidad desde alrededor de 1 hasta alrededor de 4 partes de peso por 100 partes de peso de la resina de cloruro de polivinilo.

Rellenadores del tipo de baja absorción de aceite se emplean frecuentemente en los plastisoles para rebajar el coste de la espuma terminada y para modificar sus propiedades, siendo rellenos típicos carbonato cálcico y talco o silicato hidratado de magnesio. Cuando se emplean rellenos en



284124

el plastisol, están generalmente presentes en una cantidad hasta alrededor de 10 partes de peso del relleno por 100 partes de peso de la resina de cloruro de polivinilo.

5 Cuando se desee una espuma de cloruro de polivinilo coloreada o teñida, se incorporarán colorantes o pigmentos de coloración fija en el plastisol. Los colorantes o pigmentos están usualmente presentes en el plastisol en una cantidad de alrededor de 1 parte de peso por 100 partes de peso de la resina de cloruro de polivinilo.

10 No necesitan estar presentes en el plastisol agentes para soltar moldes. Frecuentemente los plastisoles contendrán surfactantes orgánicos que no son jabonosos para servir como reguladores de viscosidad. Los típicos surfactantes orgánicos no jabonosos incluyen los surfactantes orgánicos
15 no jabonosos, no iónicos, aniónicos y catiónicos, tales como monolaurato de polietileno glicol 400, un éster de alcohol polihídrico vendido por la Glico Products Company; Ethomeen S-15, un producto de condensación de óxido terciario de amina de etileno con una amina grasa primaria (semilla de soja)
20 vendido por la Armour Company; y Solar 25, una combinación de condensado de amina de ácido graso de coco y un sulfonato de amina de tipo especial vendido por Swif & Company. Si se utilizan, estos surfactantes no jabonosos o reguladores de viscosidad están ordinariamente presentes en el plastisol
25 en una cantidad desde alrededor de 12 partes de peso por 100 partes de peso de la resina de cloruro de polivinilo, y más

284124



usualmente en una cantidad desde alrededor de 1 a alrededor de 4 partes de peso por 100 partes de peso de la resina.

Como se ha observado arriba, un componente esencial del plastisol de acuerdo con el presente invento es un jabón de metal de álcali, es decir, una sal de metal de álcali de ácido graso saturado o insaturado o mezclas de los mismos, teniendo de 12 a 24 átomos de carbono y preferentemente teniendo 18 átomos de carbono. Ejemplos típicos de esto incluyen las sales de potasio y sodio de los ácidos, láurico, mirístico, palmítico, esteárico, oléico, linoléico y linoleínico. El jabón está presente en el plastisol en una cantidad desde alrededor 1 hasta alrededor de 8 partes de peso por 100 partes de peso del plastisol. El jabón se incorpora en el plastisol mezclándole primero con todo o preferentemente con una pequeña porción del plastificante, mezclando después el conjunto de jabón-plastificante más cualquier ulterior cantidad necesaria de plastificante, con la resina de cloruro de polivinilo. El jabón puede ser incorporado en el plastificante por adición directa al mismo, aunque se prefiere por mayor conveniencia y comodidad al preparar la combinación de plastificante, el formar el jabón in situ mezclando todo o preferentemente una pequeña porción del plastificante con un ácido graso y un equivalente estequiométrico de una solución acuosa saturada de una base formadora de jabón, tal como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, carbonato de sodio y carbonato de potasio. El jabón que sirve como promotor de espuma o como ayuda



284124 421482

espumante y estabiliza o evita el colapso de la espuma, tiene que estar presente en el plastisol antes de batir o espumar el mismo y por lo tanto no puede añadirse o formarse in situ durante o después del espumado o batido del plastisol.

5 El agua está presente en la combinación plastificante o en el formador de espuma del invento, y, por lo tanto, en el plastisol preparado del mismo, sólo en virtud del hecho de que es necesaria como medio para incorporar convenientemente o para mezclar el jabón en sí o la base formadora de jabón en el plastificante. El contenido de agua del
10 plastisol, sin embargo, tiene que mantenerse en el valor más bajo posible, es decir desde alrededor de 0,2 a alrededor de 1,8 partes de peso por 100 partes de peso del plastisol. La presencia de cantidades mayores de agua en el plastisol
15 daña a la estructura de la espuma y trastorna la formación de gel de la espuma. Cualquier agua presente en el plastisol tiene que ser eliminada de la espuma por destilación y la evaporación de las cantidades excesivas de agua, particularmente de las secciones espesas de la espuma, rasga abriendo
20 sus células de aire y destruye la estructura de espuma dentro de la espuma.

Así el compuesto de emulsión de agua en aceite de dos fases preferida como ayuda espumante o estabilizador de espuma según el invento comprende desde alrededor de 2 hasta
25 alrededor de 16 partes de peso de un jabón de metal de álcali y desde 0,4 hasta alrededor de 3,6 partes de peso de agua,

284124



5 disolviéndose el jabón y dispersándose el agua en una canti-
dad desde 1 hasta 4 partes aproximadamente de peso de un
plastificante. Si se desea hacer estable esta fase de compues-
to líquido, puede incorporarse en la misma desde alrededor
de 1 hasta alrededor de 4 partes de peso de un surfactante
orgánico no jabonoso arriba mencionado. El compuesto prefe-
rentemente también contiene desde alrededor de 1 hasta alre-
dedor de 4 partes de peso de un estabilizador de calor y luz
arriba mencionado. Este líquido o emulsión libremente fluyen-
10 te, en oposición a un producto de viscoso a semi-sólido, di-
fícil de mezclar y de utilizar, se prepara mezclando primero
el plastificante, más surfactante no jabonoso, si se utiliza,
con la solución acuosa saturada de base formadora de jabón
y añadiendo después la mezcla al ácido graso o agregando el
15 ácido graso a la mezcla, formándose por ello el jabón in
situ. Este compuesto se utiliza en el procedimiento del in-
vento mezclando desde alrededor de 6 hasta alrededor de 30
partes de peso del mismo con alrededor de 54 hasta alrededor
de 95 partes de peso de plastificante y después mezclando
20 desde alrededor de 60 hasta alrededor de 125 partes de peso
de la combinación resultante de jabón-plastificante con alre-
dedor de 100 partes de peso de una resina de cloruro de poli-
vinilo para formar un plastisol.

25 En el procedimiento del presente invento, todo o
preferentemente una pequeña porción del plastificante conte-
niendo el jabón de metal de álcali y agua se mezcla hasta

284124



que el producto mixto sea suave y uniforme y hasta que la base formadora de jabón y el ácido graso hayan reaccionado para formar el jabón in situ en el plastificante. La mezcla puede ser realizada en mezcladores de tipo marino, de hélice de impulso descendente o de empuje ascendente y con agitación adecuada para asegurar una mezcla uniforme. El plastisol es formado añadiendo la combinación de plastificante-jabón más cualquier otro plastificante necesario a la resina de cloruro de polivinilo o viceversa, mezclando hasta obtener uniformidad con un mezclador de lote Hobart o con otro mezclador de empuje ascendente de tipo similar. Los plastisoles preparados de esta manera pueden utilizarse inmediatamente o, si se desea, pueden almacenarse hasta siete semanas o todavía durante más tiempo, porque tienen características durante el almacenaje sustancialmente constantes de flujo libre de gel.

El plastisol es mecánicamente batido o espumado para incorporar aire al mismo utilizando un mezclador de lote Hobart o preferentemente un mezclador continuo de Oakes o equipo similar para formar una espuma líquida. La temperatura normal de espumado es desde alrededor de 18°C hasta alrededor de 45°C. Después de la formación de la espuma a la forma deseada extendiendo o vaciando en un molde, se calienta a una temperatura desde alrededor de 143°C. hasta alrededor de 185°C. durante un tiempo desde alrededor de 30 segundos hasta alrededor de 4 horas para formar gel y fundirla.



284124

La formación de gel puede efectuarse como operación separada calentando a una temperatura desde alrededor de 60°C. hasta 88°C. durante un tiempo desde alrededor de 10 segundos hasta alrededor de 2 horas. Durante el periodo de formación de gel, la espuma líquida se hincha ligeramente (10-12%) ya que el calor dilata el aire dentro de la estructura desunida o de célula cerrada y la espuma líquida se solidifica para formar un gel blando. Puede obtenerse fusión como una operación separada calentando ulteriormente a una temperatura desde alrededor de 143°C. hasta alrededor de 185°C. durante un tiempo desde alrededor de 20 segundos hasta alrededor de 4 horas. Cuando ocurre la fusión, las células separadas o cerradas se convierten en interconectadas o de célula abierta y la espuma dilatada vuelve a sus dimensiones originales. Son adecuados para el procedimiento de formación de gel y fusión el calentamiento por radiofrecuencia o dieléctrico, el calor radiante y el calentamiento por aire caliente circulante. La temperatura y el tiempo de calentamiento, naturalmente varían con la naturaleza de los componentes presentes en el plastisol y el grosor y la densidad de la espuma. Después de calentar, la espuma fundida es enfriada a la temperatura ambiente.

Los compuestos y el procedimiento según el invento se ilustran por los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 1.

En un ejemplo típico de un compuesto y procedimien-



284124

to del invento se mezclaron cuidadosamente los siguientes tres plastificantes, regulador de viscosidad (surfactante no jabonoso) y estabilizador, respectivamente, con un mezclador "Lightnin" teniendo una hélice de tipo marino para formar una mezcla de plastificante:

Mezcla de plastificante

<u>Componentes</u>	<u>Partes de peso</u>
Butil bencil ftalato	50,0
Dicapril ftalato	20,0
10 Monoplex S-73 ¹	20,0
Monolaurato de polietileno glicol 400	2,0
Vanstay RZ 25 ²	2,5
Total	94,5

(1) Monoplex S-73 = plastificante del tipo epoxi (Röhm & Haas)

15 (2) Vanstay RZ 25 = una mezcla compleja de compuestos órgano-metálicos de bario, cadmio y zinc con agentes formadores de gel y disolventes orgánicos seleccionados, un estabilizador de calor y luz (R.T. Vanderbilt Co., Inc.).

20 Una base formadora de jabón (hidróxido de potasio) y después un ácido graso (ácido oléico) se añadieron a la mezcla de plastificante y se mezcló con el mezclador Lightnin hasta que el jabón se había formado in situ.

Concentrado de plastificante

Componentes



284124

Mezcla plastificante (arriba)	94,5
hidróxido de potasio (solución acuosa 50%)	2,8
Acido oléico	7,0
	<hr/>
	104,3

5

El concentrado plastificante resultante fué agregado lentamente a una cantidad igual de resina de cloruro de polivinilo con grado de plastisol (Geon 121) mezclada en un mezclador Hobart empleando la velocidad No. 1 y un aspa B y se continuó la operación de mezclar hasta que el lote estuvo liso y uniforme.

10

<u>Componentes</u>	<u>Plastisol</u>	<u>Partes de peso</u>
Geon 121		100,0
Concentrado de plastificante (arriba)		100,0
		<hr/>
	Total	200,0

15

La mezcla resultante de plastisol se espumó en un mezclador 4-M Oakes a una velocidad de bomba de 160 r.p.m. (1 lb./min.), con una velocidad de rotor de 500 r.p.m, con un ajuste de regulador de presión de 80 psi, un ajuste de rotámetro de aire de 15 y una presión de retroceso de 55 psi, que se obtuvo por manipulación de la válvula de sonda en la salida de la cabeza mezcladora. La espuma se entregó a través de una tubería flexible de 15 pies de $\frac{1}{2}$ " de diámetro interior. El tiempo de formación de gr1 para un trozo de 1" de grueso fué de una hora a 70°C. El trozo fué fundido durante dos ho-

20

25



284124

ras a 160°C. y después se enfrió a temperatura ambiente.

La densidad final de la espuma terminada fué de 10,7 lb./por pie cúbico. La espuma se caracterizaba por su estructura fina, uniforme, predominantemente de célula abierta. La compresión RMA (el número de libras de peso requerido para comprimir una muestra de espuma de 25% sobre un área de 50 pulgadas cuadradas) fué de 30,8 libras.

EJEMPLO 2

Para demostrar el uso de plastificantes típicos en el plastisol de cloruro de polivinilo, se hicieron espumas empleando el método y la formulación del Ejemplo 1, pero variando las proporciones y clases de plastificantes utilizados para formar otras mezclas plastificantes como sigue:

Combinaciones de plastificantes

Componentes	PC1	PC2	PC3	PC4	Partes de Peso		
					PC6	PC6	PC7
Butil bencil ftalato	50	50	50	50	50	50	48
Monoplex S-73 ¹	10	--	--	--	20	--	19
Dicapril ftalato	30	20	30	10	20	35	19
Tricresil fosfato	--	20	10	30	--	5	--
Hycar 1312 ²	--	--	--	--	--	--	10

Propiedades de la espuma terminada

Densidad (lb./pies cúbicos)	(3)	12,9	13,9	11,3	10,7	(3)	14,4
RMA Compresión	--	39,9	76,4	39,6	30,8	--	66,2

(1) Monoplex S-73 = plastificante del tipo epoxi(Röhm & Haas)

(2) Hycar 1312 = plastificante polimérico líquido, un copo-



284124

límnero de butadieno acrilonitrilo de contenido de acrilonitrilo medianamente alto (B.F. Goodrich Chemical Company).

(3) Estas dos espumas fueron preparadas en un mezclador Hobart, pero no se fundieron.

Todas estas combinaciones de plastificantes produjeron espumas terminadas satisfactorias, de estructura fina, uniforme, de célula abierta para la combinación de tres plastificantes en la mezcla de plastificantes del Ejemplo 1.

Ejemplo 3

Varias combinaciones formadoras de jabón sustituyeron al ácido oléico y al hidróxido potásico empleados en el procedimiento y formulación dados en el Ejemplo 1.

Combinaciones formadoras de jabón

Partes de peso

Componentes	SFC1	SFC2	SFC3	SFC4	SFC5	SFC6	SFC7	SFC8	SFC9
KOH(50% solución acuosa)	0,7	1,4	2,8	2,8	4,2	5,6	—	11,4	22,8
NaOH (50 solución acuosa)	—	—	—	—	—	—	2,8	—	—
Acido oléico	1,75	3,5	5,2	7,0	20,5	14,0	7,0	—	—
Acido esteárico	—	—	—	—	—	—	—	—	7,0
Neofat 42-12 ¹	—	—	—	—	—	—	—	1,4	—

Propiedades de la espuma terminada

Densidad (lb./ pie cúbico)	13,8	15,0	16,4	12,9	12,0	13,3	15,1	11,9	10,8
RMA Compresión (lbs.)	73,5	73,6	98,7	39,9	47,3	47,5	82,1	46,7	31,1



284124

¹Neofat 42-12 = aceite sebáceo fraccionado (46% oléico, 39% linoléico, .3% linoléico y 12% ácidos de rosina, Armour & Co.)

Todas estas combinaciones formadoras de jabón dieron espumas terminadas satisfactoriamente de estructura fina, uniforme de célula abierta.

5

EJEMPLO 4

Para ilustrar el efecto de variar la naturaleza y la cantidad de surfactante no jabonoso, el procedimiento y la formulación del Ejemplo 1 se modificaron sustituyendo cuatro diferentes sistemas formadores de jabón y cuatro diferentes surfactantes no jabonosos en los mismos. En la siguiente Tabla I las cantidades de jabón, agua y regulador de viscosidad (surfactante no jabonoso) se expresan como partes de peso por 100 partes de peso plastisol.

10

284124

T A B L A I

Operación No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Agua, total	0,48	0,95	0,245	1,81	0,94	0,48	0,94	0,95	0,94
Jabón, tipo K oletato	2,08	4,08	1,06	7,77	3,83	2,07	4,04	4,07	4,04
Jabón, total									
Surfactante no jabonoso tipo	—	—	No iónico ²	No iónico ²	No iónico ²	No iónico ²	No iónico ²	Catiónico ³	No iónico Aniónico ⁴
Surfactante no jabonoso total	—	—	1,07	0,98	1,02	1,04	1,02	0,26	6,02

Propiedades de la espuma terminada

Densidad (lb./pie cúbico)	14,4	14,0	13,8	13,3	15,1	11,9	10,8	13,9	13,6
RMA compresión (lbs.)	62,2	58,4	73,3	47,5	82,1	46,7	31,1	58,3	69,3

¹ Neofat 42-12 = aceite sebáceo fraccionado (46% oléico, 39% linoléico, 3% linolénico y 13 ácidos de rosina (Armour & Co.)

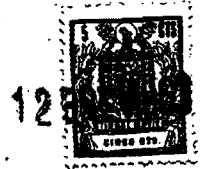
² Surfactante no iónico = monolaurato de glicol de polietileno 400, un éster de alcohol polihídrico (Glyco Products Co.)

³ Surfactante catiónico = Ethomeen S-15, un producto de condensación de 5 moles de óxido terciario de amina de etileno con amina grasa primaria (grano de soja) (Armour & Co.)

⁴ Combinación no iónica / aniónica = Soler 25, combinación de condensado de amina de ácido graso de coco con tipo especial de sulfonato de amina. (Swift and. Co.)



19. 284124



284124

Estos datos muestran que no se requieren surfactantes no jabonosos para la producción de una estructura fina, uniforme, de célula abierta. Pueden emplearse surfactantes no iónicos, aniónicos o catiónicos para regular la viscosidad si se desea.

EJEMPLO 5

Los rellenos son compatibles con el sistema plastificante del invento. El procedimiento del Ejemplo 1 fué modificado incorporando 10 partes de peso de relleno (Atomite y Nytal 200 L) por 100 partes de peso de resina. Atomite es un carbonato de calcio natural molido, suministrado por Thompson-Weiman and Company que tiene un peso específico de 2,71, un tamaño de partículas del alcance de 0,5-10 micras y 2,5 micras de promedio, y un pH de 9,3. Nytal 200 L es un talco de baja absorción de aceite, suministrado por la R.T. Vanderbilt Company, Inc. teniendo un peso específico de 2,85-[±]0,03, una finura de 97,5% pasando por una criba de malla 325, y un contenido máximo de humedad de 0,5% determinado a 100-105°C.

Relleno	Atomite	Nytal 200 L
---------	---------	-------------

Propiedades de la espuma terminada

Densidad (lb./pie cúbico)	16,1	16,1
RMA Compresión (lbs.)	59,5	42,5

Las espumas terminadas tuvieron todas una estructura fina, uniforme de célula abierta.

EJEMPLO 6

Para demostrar la compatibilidad de diferentes ti-

127



284124

pos de estabilizadores de cloruro de polivinilo en la composición del invento, el estabilizador Vanstay RZ 25 en el procedimiento del Ejemplo 1 fué remplazado por una serie adicional de espumas por otros estabilizadores de calor y luz, especialmente por Vanstay HTA (una mezcla compleja de compuestos de bario y cadmio de la R.T. Vanderbilt Co., Inc.), 1,5 partes de peso por 100 partes de peso de plastisol; por 0,25 partes de peso por 100 partes de peso de plastisol de Vanstay S.A:(una mezcla compleja de compuestos de fosfito y fenólicos en vehículos seleccionados de la R.T. Vanderbilt Co., Inc.); y por 3,0 partes de peso por 100 partes de peso de plastisol, de Vanstay RR-Z (una mezcla de compuestos de bario, cadmio y zinc en disolventes orgánicos seleccionados de la R.T. Vanderbilt Co., Inc.). Las espumas terminadas tuvieron una estructura fina, uniforme, de célula abierta y el color blanco original se retuvo durante el calor de la elaboración. (gelación y fusión).

EJEMPLO 7

El procedimiento del Ejemplo 1 fué modificado formando el plastisol de acuerdo con el siguiente procedimiento:

Los materiales expuestos abajo fueron mezclados entre sí en el orden que figura en lista, con un mezclador Lightnin para formar una emulsión A de fase estable, líquida de ayuda espumante y estabilizadora de espuma,

Emulsión A



284124

<u>Componentes</u>	<u>Partes de peso</u>
Butil bencil ftalato	2,0
Monolaurato de glicol de polietileno 400	2,0
Hidróxido de potasio (50% de solución acuosa)	2,8
Acido oléico	7,0
Vanstay HTA	1,5
Vanstay SA	0,25
Total	15,55

La Emulsión A fué mezclada con varios plastificantes y las mezclas resultantes se mezclaron con resina de dispersión de polímero de cloruro de vinilo para formar los siguientes plastisoles:

<u>Componentes</u>	<u>Plastisoles</u>			<u>Partes de peso</u>	
Resina de dispersión cloruro polivinilo (Geon 21)	100,0	100,0	100,0	100,0	85 70
Resina de dispersión cloruro polivinilo (Geon 135)	—	—	—	—	15 30
Dibenzoato de glicol dipropileno	46,4	—	36,7	—	46,4 46,4
Butil bencil ftalato	—	46,4	—	45,0	— —
Dicapril ftalato	19,3	19,3	—	9,8	19,3 19,3
Diocil ftalato	—	—	29,0	—	— —
Tricresil fosfato	—	—	—	29,4	— —
Plastificantes de tipo epoxi (Monoplex S-73)	19,3	19,3	19,3	—	19,3 19,3

(sigue)



1963

284124

<u>Componentes</u>	<u>Plastisoles</u>			<u>Partes de peso</u>		
	15,0	15,0	15,0	15,8	15,0	15,0
Emulsión A (arriba)	15,0	15,0	15,0	15,8	15,0	15,0
Total	200	200	200	200	200	200

EJEMPLO 8

5 La necesidad de tener presente el jabón de metal de
 álcali en el plastisol antes de batir o espumar el mismo para
 formar espuma se demostró por ensayos paralelos, en que se
 añadieron componentes formadores de jabón al plastificante
 de un plastisol con suficiente tiempo de antelación al espu-
 10 mado para asegurar la formación de jabón por una parte, y se
 añadieron poco antes del espumado, por otra parte.

Mezcla de plastificante

<u>Componentes</u>	<u>Partes de peso</u>
Butil bencil ftalato	50,0
15 Monoplex S-73	10,0
Dicarpil ftalato	30,0
Vanstay HZ-25	2,5
Polietileno glicol 400 monolaurato	2,0
Total	94,5

20 Los componentes arriba citados fueron mezclados con
 un mezclador Lightnin para formar una mezcla plastificante y
 se hizo la siguiente adición:

<u>Base formadora de jabón</u>	<u>Partes de peso</u>
25 Solución al 50% acuosa de hidróxido de potasio	1,4



284124

Después de mezclar cuidadosamente con un mezclador Lightnin, se añadió lo siguiente:

	<u>Acido graso y agua</u>	<u>Partes de peso</u>
5	Acido oléico } } previamente mezclados con espátula	2,6
	Agua del grifo }	1,5

El mezclado se continuó hasta que fué uniforme el concentrado de plastificante resultante.

	<u>Componentes</u>	<u>Plastisol</u>	<u>Partes de peso</u>
10	Exon 654 Resina		100,0
	Concentrado Plastificante (arriba)		100,0
			200,0

La cantidad requerida de resina de cloruro de polivinilo (Exon 654) se pesó en el depósito de 3 cuartos de galón de un mezclador Hobart. Utilizando el aspa B a la velocidad No. 1 se añadió el concentrado de plastificante a la resina lentamente hasta que se hizo uniforme la mezcla de plastisol. En el ensayo No. 1, el tiempo de mezclado se continuó durante 105 minutos para permitir la completa formación in situ del jabón. En el ensayo No. 2, sin embargo, el mezclado se continuó sólo durante 6 minutos, en cuyo tiempo la mezcla de plastisol estuvo uniformemente mezclada, pero no se había formado jabón in situ.

La cantidad requerida de plastisol se pesó en el depósito de la mezcladora Hobart de 3 cuartos de galón y se batió con el batidor de jaula, y subsiguientemente se calen-



284124

tó para gelación y fusión y después de enfrió. Se obtuvieron los siguientes resultados:

	<u>Ensayo No. 1</u>	<u>Ensayo No. 2</u>
5 Plastisol	200 gramos	200 gramos
Tiempo de espumación	5 minutos	20 minutos
Velocidad de espumación	No. 3	No. 3
Densidad de la espuma fundida o terminada	27,7 lbs./pie cúbico	No se formó espuma

10 En el Ensayo N° 1, en que se formó jabón in situ en el plastisol, antes de batir o espumar, la espuma terminada fué satisfactoria, pero en el Ensayo N° 2, donde el jabón no estuvo formado in situ en el plastisol, aún un extenso batido o espumado falló para formar una espuma estable, es decir que el plastisol batido se desplomó tan pronto que se detuvo la
15 agitación.

Se observará que todos los ejemplos ilustran que los compuestos utilizados y el procedimiento según el invento permiten la producción de espumas de cloruro de polivinilo finas, uniformes, de célula abierta, teniendo densidades graduadas
20 desde alrededor de 7 hasta alrededor de 50 libras por pie cúbico y con compresiones MRA que varían desde alrededor de 12 hasta alrededor de 200 libras. Se evitó completamente el desplome de la espuma.

El producto de espuma de vinilo de célula abierta, uniforme,
25 me, según el invento, es dimensionalmente estable y tiene todas las propiedades deseables generalmente asociadas con los



284124

5 productos de vinilo. Es blando al tacto y transmite la impresión de elasticidad sin rebote. Fueron excelentes la retención de color y el envejecimiento, Los ácidos inorgánicos y álcalis no tienen efectos dañinos. El producto de espuma de vinilo es resistente a hincharse en aceites, alcoholes e hidrocarburos alifáticos. Las grasas no le atacarán. Puede obtenerse resistencia a las llamas por selección del plastificante apropiado en la formulación de plastisol.

10 Los ensayos de lavado sobre laminados del producto de espuma de vinilo con telas dimensionalmente estables indicaron una buena vida de servicio para estos materiales compuestos. No ocurre ninguna decoloración de la espuma después de repetidos lavados a máquina con detergentes sintéticos, y de secado al aire libre a la luz del sol. La adherencia de la
15 espuma a algodón, rayón y nylon es excelente. Estas características indican usos como almohadillado para sostenes o aislamiento en una variedad de prendas de vestir extendiéndose estas aplicaciones desde plantillas interiores para calzado, confortables y de larga duración, hasta prendas para la cabeza protectoras contra agentes atmosféricos.
20

Los usos como material de almohadillado o tapizado incluyen asientos para el público en edificios, aviones, autobuses y coches de ferrocarriles subterráneos o de superficie, en que la resistencia al fuego puede ser una propiedad requerida. Sus buenas características de envejecimiento
25 al aire libre revelan su utilidad para equipos en patios, pis-



284124

5 cinas de natación, almohadillas para estadios y equipos de
camping. Al fabricar artículos para tal aplicación puede de-
positarse un revestimiento de plastisol no poroso sobre la
superficie del molde antes de la adición del material espuma-
do. Después de la fusión, el revestimiento protector se adhie-
re firmemente a la estructura celular situada debajo.

10 El producto de espuma de vinilo según el invento
se caracteriza por una colección única de propiedades que le
diferencian de todas las espumas de vinilo hasta ahora cono-
cidas e incluso de otras espumas convencionales hechas de di-
ferentes productos químicos como se muestra por la siguiente
tabla de propiedades comparativas.

284124

	Espuma Vinilo del invento	Espuma Vinilo de gas comprimido	Espuma Vinilo quimicamente hinchada	Espuma de poliuretano	Espuma de látex de caucho natural.
Apariencia de la superficie cortada de la espuma	Embotada	Embotada	Embotada	reluciente	Embotada
Forma de las celdillas	Esferooidal	irregular	irregular	poliedral	esferooidal
Contorno de sección transversal de las celdillas	orbicular	irregular	irregular	poligonal	obicular
Diámetro aparente de una celdilla típica (micras)	250	1120	850	1000	600
Uniformidad de tamaño de celdilla.	uniforme	no uniforme	no uniforme	no uniforme	no uniforme
Aspecto exterior de la superficie	célula porosa extremadamente fina.	capa relativa-mente gruesa impenetrable	Capa relativa-mente gruesa impenetrable	Capa relativamente gruesa impenetrable	Célula extremadamente fina generalmente porosa.
Densidad (lbs./pie cúbico)	5-50	4-70	4-70	1-2,5	4 - 50
Compresión RMA (lbs.)	6-200	4 ^{Generalmente no determinada}	4 ^{Generalmente no determinada}	10-40	8 - 200

(sigue)



2 Elasticidad (por ciento rebote)

50-70

20-30

10-40

40-55

5 Tacto

medio firme, sedoso

medio firme, áspero

firme, áspero

Rudo, áspero

Envejecimiento al aire libre

muy pobre

pobre

bueno

bueno

Envejecimiento a la luz solar

oscurece

oscurece

empalidece

empalidece

1 Diámetro aparente de una célula típica = la longitud en micras de la célula mayor (excluyendo los así llamados "vacíos") vista sobre una superficie cortada de la espuma.

2 Elasticidad (por ciento de rebote) = determinada en un elastómetro Nopoo utilizando el ensayo ASTN D-1564-59T.

3 Generalmente recortado.

4 Los valores de comprobación RMA usualmente no se determinan porque los valores obtenidos en espumas delgadas como éstas que necesitan ser plegadas, no son comparables con los obtenidos en muestras que tengan en su totalidad estructuras uniformes.

5 El uso está conforme con el de la técnica textil y de la goma de espuma.

Se apreciará que en el invento pueden introducirse muchas modificaciones y variaciones en adición a las arriba descritas sin apartarse de la idea del mismo y por lo tanto el invento se refiere solamente al alcance de las reivindicaciones adjuntas.



12

=====



284124

N O T A .-

=====

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para producir una espuma fina, uniforme, de célula abierta, de cloruro de polivinilo, caracterizado porque comprende las operaciones de mezclar un plastificante de cloruro de polivinilo proveyendo desde alrededor de 1 hasta alrededor de 8 partes de peso de un jabón de metal de álcali, por 100 partes de peso de plastisol y desde
10 alrededor de 0,2 hasta alrededor de 1,8 partes de peso de agua por 100 partes de peso de plastisol; mezclando la combinación resultante de jabón y plastificante, con resina de cloruro de polivinilo, para formar un plastisol, batiendo o haciendo espuma para introducir aire en el plastisol para
15 formar una espuma líquida; calentando la espuma líquida hasta el estado de gel y fundiéndola; y enfriando la espuma fundida hasta temperatura ambiente.

20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el jabón se forma "in situ" en la mezcla de plastificante antes de la formación de plastisol y de batir.

 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el jabón utilizado es oleato de potasio.

 4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el jabón utilizado es oleato de sodio.

25 5.- Procedimiento según la reivindicación 2 caracte-

284124



rizado porque el jabón utilizado es la sal potásica de ácidos grasos de aceite de sebo.

6.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el jabón utilizado es estearato de potasio.

5 7.-Procedimiento para producir una espuma fina, uniforme, de célula abierta, de cloruro de polivinilo, caracterizado por comprender las operaciones de mezclar desde alrededor de 54 hasta alrededor de 90 partes de peso de un plastificante para cloruro de polivinilo con alrededor de 6
10 hasta alrededor de 30 partes de peso de una emulsión líquida comprendiendo desde alrededor de 2 hasta alrededor de 16 partes de peso de un jabón de metal de álcali y desde alrededor de 0,4 hasta alrededor de 3,6 partes de peso de agua disolviéndose el jabón y dispersándose el agua en una cantidad
15 desde alrededor de 1 hasta alrededor de 4 partes de peso de un plastificante de cloruro de polivinilo; mezclando desde alrededor de 60 hasta alrededor de 125 partes de peso de la combinación resultante de jabón y plastificante con alrededor de 100 partes de peso de una resina de cloruro de polivinilo para formar un plastisol no dilatante teniendo una viscosidad de 1500-10.000 cps. (husillo Brookfield no. 4 a 30 rpm.) y conteniendo desde alrededor de 1 hasta alrededor de
20 8 partes de peso de un jabón de metal de álcali por 100 partes de peso de plastisol y desde alrededor de 0,2 hasta alrededor de 1,8 partes de peso de agua por 100 partes de peso
25 de plastisol; batiendo mecánicamente o espumando para intro-



1963

284124

ducir aire en el plastisol para formar una espuma líquida; calentando la espuma líquida a una temperatura desde alrededor de 143°C. hasta alrededor de 180°C. durante alrededor de 30 seg. hasta alrededor de 4 horas hasta el estado de gel y fundiéndola; y enfriando la espuma fundida, a temperatura ambiente.

8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la operación de calentamiento es una operación en 2 partes, es decir, calentando la espuma líquida a una temperatura desde alrededor de 60°C, hasta alrededor de 88°C., desde alrededor de 10 seg. hasta alrededor de 2 horas para formar gel y calentando ulteriormente la espuma en forma de gel a una temperatura desde alrededor de 143°C. hasta alrededor de 185°C., desde alrededor de 20 seg. hasta alrededor de 4 horas, para fundirla.

9.- Procedimiento para producir una espuma fina, uniforme, de célula abierta, de cloruro de polivinilo.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de treinta y dos hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 12 de enero de 1963

CARLOS ROEB
P.R.

=====