

P.- 27.743

13 OCT. 1964

Nº 2586
Case W.W. Cox 1
H L Case Nº 12.832



304882

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de HERCULES POWDER COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 910 Market Street, Wilmington, Delaware, Estados Unidos de América, por:

" EL PROCEDIMIENTO DE PREPARAR POLIMEROS TERMOPLASTICOS UNIDOS POR PUENTES "

5 Esta invención se relaciona con polipropileno conectado y con aleaciones de polipropileno-elastómero - conectadas de propiedades mejoradas. Más específicamente, esta invención se relaciona con polipropileno y aleaciones de polipropileno-elastómero conectadas con grupos de sulfonamida.

Los desarrollos recientes en el ramo de la polimerización han permitido la preparación de polímeros de propileno, incluyendo aleaciones con otros polímeros va-



5 liosos para una variedad de usos. Estos polímeros de pro
 pileno en el estado natural son deficientes en ciertas pro
 piedades tales como dureza, rigidez, resistencia al impac
 to, permeabilidad al gas, permeabilidad al solvente, te
 nacidad a temperatura baja, etc. Ya es conocido en el ra
 mo entrelazar estos polímeros a fin de cambiar sus propie
 dades. Dichos polímeros entrelazados son capaces de mol
 dearse por compresión y son extremadamente útiles en las
 aplicaciones en donde son importantes la resistencia a -
10 los solventes, y a las temperaturas elevadas. Sin embargo,
 son insolubles después del entrelazamiento y no pueden -
 considerarse como plásticos, capaces de extruirse, moldear
 se por inyección o tratarse mediante otros métodos que -
 requieren un flujo de fusión. Ahora se ha descubierto que
15 pueden prepararse polímeros de propileno conectados con -
 grupos de sulfonamida, que son completamente solubles en
 los solventes, para propileno usuales, que tienen mayor
 dureza, resistencia y rigidez, densidad más alta y permea
 bilidad más baja a los gases y a los líquidos. Estos polí
20 meros conectados se extruyen uniformemente con combadura
 reducida y pueden formarse técnicamente en una variedad
 de artículos útiles.

 Consecuentemente, esta invención se relaciona
 con un polímero de propileno termoplástico sólido que con
25 tiene desde aproximadamente 0.1 hasta aproximadamente 0.8
 moles equivalentes por mol de polipropileno de conexiones
 sulfonamida, que tiene la estructura



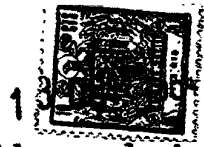
30 en donde P es polipropileno y Z es un radical orgánico -



13

exento de grupos de obstaculización. La expresión "exen-
to de grupos de obstaculización", indica que Z no contie-
ne un grupo que interfiere con la reacción de conexión.
Por ejemplo, Z puede contener uno o más grupos de sulfo
5 nazida libres, que no son grupos de obstaculización. El
polímero de propileno conectado de esta invención es com-
pletamente soluble en percloroetileno a una temperatura de
110°C., y puede extruirse uniformemente y formarse térmi-
camente a temperaturas sólo ligeramente más elevadas que
10 el pólmero no conectado. Los polímeros de propileno conec-
tados singulares de esta invención comienzan a cristalizar
se a una temperatura más elevada y la cristalización se
completa en una décima parte del tiempo requerido para -
cristalizar el polipropileno no conectado. El polímero
15 conectado cristalizado resultante contiene un número con-
siderablemente mayor de esferulitas de menos de una dé-
cima parte del tamaño de aquellas que se encuentran en -
el polipropileno no conectado y exhiben una claridad mejo-
rada.

20 Cualquier polímero de propileno estereoregular,
incluyendo las aleaciones de polipropileno esteoregular
con de aproximadamente 1 por ciento hasta aproximadamente
25 por ciento de un polímero de hidrocarburo elastomérico,
que contiene no más de aproximadamente 5 por ciento en -
25 peso de no saturación, puede usarse en la preparación de
los polímeros de propileno conectados de esta invención.
Los polímeros de hidrocarburo elastomérico ejemplarios -
que pueden alearse con polipropileno son el poliisobutile-
no, hule de butilo, copolímeros de etileno y propileno,
30 terpolímeros de etileno-propileno-ciclopentadieno, etc.



Puede usarse cualquier polisulfonazida, es decir, cualquier compuesto que tiene la fórmula general $R(SO_2N_3)_x$ en donde R es un radical orgánico inerte a las reacciones de conexión y X es de aproximadamente 2 hasta aproximadamente 8. De preferencia, X tendrá un promedio de aproximadamente 2 y R se seleccionará del grupo de los radicales orgánicos que consisten de radicales de alquileo, alquileo halogenado, arileno, aralquileo, y alcarileno. Las polisulfonazidas ejemplarias son las sulfonazidas de alquilo tales como bis(sulfonazida) de 1,5-pentano; bis(sulfonazida) de 1,8-cetano; bis(sulfonazida) de 1,10-decano; bis(sulfonazida) de 1,10-octadecano, etc., Las bis(sulfonazidas) de arilo tales como bis(sulfonazida) de 1,3-benceno; bis(sulfonazida) de 4,4'-difenil-metano; tris(sulfonazida) de 1-octil-2,4,6-benceno; éter-bis(sulfonazida) de 4,4'-difenilo; 1,6-bis(4'-sulfonazidofenil)pentano; bis(sulfonazida) de 2,7-naftaleno; etc., y las sulfonazidas mezcladas de hidrocarburos alifáticos clorados que contienen un promedio de aproximadamente 1 a 8 átomos de cloro, y de aproximadamente de 2 a 5 grupos de sulfonazida por molécula.

La reacción de conexión se lleva a cabo calentando el polímero de propileno en presencia de la polisulfonazida hasta una temperatura a la cual se descompone la sulfonazida, es decir, generalmente dentro de la escala de aproximadamente 100°C., hasta aproximadamente 250°C., La cantidad de polisulfonazida usada será suficiente para proporcionar un polímero que contiene desde aproximadamente 0.1 hasta aproximadamente 0.8 equivalentes molares por mol de polipropileno de las conexiones de sulfonazida.



La criticalidad de la cantidad de polisulfonamida usada, se muestra en el dibujo que se anexa. En el dibujo, los equivalentes molares por mol de polipropileno se trazan contra el flujo de fusión. Puede verse claramente de este dibujo que a concentraciones superiores a la escala empleada en la invención, ocurren cambios bruscos en las propiedades reológicas del polímero. Debe también señalarse que en el punto de rotura de la curva (entre aproximadamente 0.8 y 1.0) los polímeros cambian desde solubilidad completa en percloroetileno (a temperatura de 110°C.) hasta la insolubilidad.

El agente de conexión de la polisulfonazida puede incorporarse en el polímero de propileno mediante un número de métodos. Por ejemplo, puede mezclarse uniformemente, amasándose sencillamente en una máquina amasadora de hule convencional o disolverse en una solución o dispersión que contiene el polímero. Mediante cualesquiera de estos métodos, el agente de conexión se distribuye a través del polímero y se efectúa una conexión uniforme, cuando se calienta la mezcla.

Los polímeros de propileno conectados de esta invención pueden contener aditivos tales como, por ejemplo, diluyentes, cargas, pigmentos, estabilizadores, agentes ignífugos, etc. Sin embargo, hay muchos casos en los cuales no se requiere ni se desea un polímero de propileno no conectado, que contiene un aditivo, y se obtienen productos excelentes que no tienen cosa alguna añadida a los mismos, excepto el agente de conexión.

Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar los polímeros de propileno conectados singulares de



esta invención. Todas las partes y porcentajes son en peso a no ser que se indique lo contrario.

Ejemplos 1 a 8

5

10

Estos ejemplos ilustran el efecto de variar la cantidad de polisulfonazida sobre ciertas propiedades del polipropileno. En cada ejemplo, se usó como el agente de conexión una sulfonazida mezclada o un hidrocarburo de alquilo clorado que contenía un promedio de 11 átomos de carbono, 2 átomos de cloro y 2 grupos de sulfonazida por molécula.

15

20

25

30

En cada ejemplo, 100 partes de polipropileno finamente dividido, teniendo un peso molecular de aproximadamente 400,000, se humedecían con acetona que contenía la cantidad deseada de sulfonazida y 0.25 partes de un estabilizador de 4,4'-tiobis(3-metil-6-butilfenolterciario). La acetona se evaporó con la agitación y el polvo resultante, se secó a vacío a una temperatura de 60°C. Cada mezcla pulverizada se colocó en una máquina amasadora de dos cilindros y se amasó durante dos minutos a una temperatura de 171°C. Las hojas o láminas amasadas resultantes, se trituraron en partículas pequeñas y luego se extruyeron a través de un dispositivo de extrusión de un diámetro de 19.05 milímetros a una temperatura de 225°C. Los materiales extruidos resultantes, se examinaron para determinar su tersura, y luego se probaron para determinar su flujo de fusión y solubilidad en percloroetileno. Los moles de disulfonazida por mol de polímero, la tersura de los materiales extruidos, su flujo de fusión y solubilidad -



en percloroetileno, se tabulan en el Cuadro I.

CUADRO I

Ejemplo No.	Moles de Disulfonazida/mol de polipropileno	Flujo de Fusión a 230°C. carga de 10 Kgs.	Superficie del material extruido	Solubilidad en percloroetileno a 170°C.
5	0	56.0	Tersa	Soluble
	0.25	45.1	Tersa	Soluble
10	0.50	33.8	Tersa	Soluble
	0.75	22.1	Tersa	Soluble
	1.00	15.7	Aspera	Insoluble
	1.50	12.5	Aspera	Insoluble
	2.00	10.9	Muy áspera	Insoluble
15	3.00	9.1	Muy áspera	Insoluble

* Sociedad Americana para el Ensayo de Materiales - D1238-57 T.

A fin de mostrar más gráficamente el efecto de las varias cantidades de disulfonazida en el flujo de fusión del polipropileno, el flujo de fusión, se ha trazado como una función de la concentración, usando las cifras del Cuadro I en el dibujo que se acompaña. Se observará del dibujo que hay un punto de rotura en la curva a medida que aumenta la concentración de la disulfonazida a más de 0.8 moles de disulfonazida por mol de polipropileno. Este punto de rotura o inflexión en la curva indica un cambio del flujo viscoso al flujo elástico ocasionado mediante un cambio en la estructura molecular de la composición. La evidencia conclusiva de este cambio en la estructura se muestra mediante la insolubilidad en percloroetile

332



no y las extrusiones ásperas de las composiciones que con-
 tienen 1.0 ó más moles de disulfonazida, por mol de poli-
 propileno.

5

Ejemplos 9 a 24

10

15

Estos ejemplos ilustran el efecto de tratar va-
 rias muestras de polipropileno con diferentes polisulfona-
 zidas a concentraciones dentro de la escala de esta inven-
 ción (los ejemplos con número par) y a concentraciones su-
 periores a la escala de esta invención. En cada muestra,
 la polisulfonazida se incorporó en el polipropileno y la
 mezcla resultante se amasó y extruyó según se describe
 en los Ejemplos 1 a 8. Los materiales extruídos se exami-
 naron para determinar su tersura y se probaron para deter-
 minar la solubilidad en percloroetileno a temperatura de
 110°C. El polipropileno específico usado, las polisulfo-
 nazidas específicas usadas y los moles de polisulfonazida
 por mol de polímero, se tabulan en el Cuadro II.

20

CUADRO II

<u>Ejemplo</u> <u>Nº.</u>	<u>Peso Mole</u> <u>cular del</u> <u>polipropi-</u> <u>leno.</u>	<u>Polisulfonazida</u>	<u>Moles de Poli</u> <u>sulfonazida/</u> <u>mol de políme-</u> <u>ro.</u>	
25	9	400,000	bis(sulfonazida) de 1,10- decano	1.14
	10	"	"	0.57
	11	"	bis(sulfonazida) de 1,10- octadecano	0.87
	12	"	"	0.44
30	13	590,000	Sulfonazida mezclada ^m	1.47

1882



	14	590,000	Sulfonazida mezclada [Ⓜ]	0.74
	15	690,000	"	1.72
	16	"	"	0,51
	17	350,000	"	0.89
5	18	"	"	0.45
	19	300,000	bis(sulfonazida)de 1,8-octano	0.94
	20	"	"	0.47
	21	450,000	bis(sulfonazida)de 1,10-decano	1.29
10	22	"	"	0.65
	23	"	bis(sulfonazida)de 1,3-benceno	0.97
	24	"	"	0.47

[Ⓜ] Como se describe en los Ejemplos 1 a 8.

15 En cada ejemplo en el cual el polipropileno se trató con una cantidad de polisulfonazida dentro de la - escala de esta invención (los ejemplos de número par), el material extruído era terso y completamente soluble en -
 20 perclorotileno a temperatura de 110°C., mientras que en cada ejemplo en donde se usó una cantidad superior a la escala de esta invención (los ejemplos con el número impar), los materiales extruídos eran de ásperos a muy ásperos, en incompletamente solubles en perclorotileno, a temperatura de 110° C.

25

Ejemplo 25

Una muestra de polipropileno teniendo un peso molecular de 400,000 se humedeció con acetona conteniendo bis-(sulfonazida) de 1,10-decano, en una cantidad de 0.03

30

30 481



partes de disulfonazida por 100 partes de polipropileno de conformidad con el procedimiento de los Ejemplos 1 a 8. La acetona se evaporó a continuación, el polvo resultante se amasó, y se extruyó según se describe en los -
 5 ejemplos 1 a 8. El polímero extruído se trituró para formar gránulos y se moldeó por inyección en barras y pesos de muestra usando una pequeña máquina de moldeo por inyec-
 10 ción a una temperatura de 220° C., y 56.240 kilogramos por centímetro cuadrado de presión en el émbolo. Una mues-
 tra del polipropileno se trató exactamente de la misma manera excepto que se omitió la disulfonazida. Las barras y pesas de muestra de polipropileno conectado y sin co-
 nectar, se probaron para determinar sus distintas propie-
 15 dades físicas. Los resultados de estas pruebas se tabulan a continuación.

	<u>Polipropileno conectado</u>	<u>Polipropileno sin conectar</u>
Densidad	0.914	0.905
20 Dureza (Rockwell R)	104	95
Resistencia a la tensión (kilo-gramos por centímetro cuadrado)	456.950	400.710
Módulo de tensión (kilogramos por centímetro cuadrado)	17.575	14.060
25 Resistencia al impacto enmuesca do de Izod (muesca de 0.138 Kilo grámetros/2.54 centímetros) a 230C.	0.86	0.62

Ejemplo 26

30 Una muestra de polipropileno teniendo un peso

30 4882



5 molecular de 350,000 se humedeció con acetona conteniendo la sulfonazida mezclada descrita en los Ejemplos 1 a 8 - en una cantidad suficiente para rendir una composición - que contiene 0.25 moles de la sulfonazida por mol de poli
propileno. Esta mezcla se trató exactamente según se des
cribe en los Ejemplos 1 a 8, y luego se extruyó como una
película de un grueso de .0305 milímetros. Una muestra -
del polipropileno se trató exactamente de la misma manera
con la excepción de la adición de la sulfonazida y que -
10 las dos películas se probaron para determinar su permeabi
lidad al oxígeno. La película de polipropileno conectado
se encontró que tenía una permeabilidad al oxígeno de -
196 centímetros cúbicos por 645 centímetros cuadrados por
24 horas por atmósfera por 2.54 micrones a temperatura am
15 biente, en comparación con una permeabilidad de 248 cen
tímetros cúbicos por 645 centímetros cuadrados por 24 ho
ras por atmósfera por 2.54 micrones, a temperatura ambien
te, para el polipropileno sin conectar.

20 Ejemplo 27

Una muestra de polipropileno teniendo un peso
molecular de 400,000 se humedeció con acetona conteniendo
bis(sulfonazida)(de 1,10-decano en una cantidad suficiente
25 para rendir una composición que contenía 0.03 partes de
disulfonazida por 100 partes de polipropileno, de confor
midad con el procedimiento de los ejemplos 1 a 8. La com
posición se trató exactamente como se describe en los Ejem
plos 1 a 8, se extruyó y se cortó para formar gránulos.
30 Los gránulos resultantes, se extruyeron en preformas en

30 4882



un dispositivo de extruir de 31.75 milímetros a una temperatura de 200° C., y las preformas resultantes se soplaron en moldes de botella de 112 gramos del tipo redondo estandar Boston. Una muestra del polipropileno se trató exactamente de la misma manera, con la excepción de la adición de la disulfonazida. 5 botellas de cada uno del polipropileno conectado y del polipropileno sin conectar, se llenaron con 120 gramos de n-heptano, se taparon y se mantuvieron a temperatura ambiente. Las botellas se observaron para determinar la pérdida en peso después de 3, 4 y 5 días. La pérdida en peso promedio observada se tabula a continuación.

<u>Gramos en pérdida de n-heptano</u>		
<u>Días</u>	<u>Polipropileno conectado</u>	<u>Polipropileno sin conectar</u>
3	11.9	22.9
4	17.9	33.4
5	23.8	43.2

Ejemplo 28

Este ejemplo ilustra el efecto de una disulfonazida en la cristalización del polipropileno. Un espécimen del polipropileno conectado descrito en el Ejemplo 10, y un control sin conectar se fundieron simultáneamente a temperatura de 225°C. Después de 5 minutos, ambos especímenes se trasladaron rápidamente a un baño de aceite de silicio, mantenido a una temperatura de 118°C., y su comportamiento de cristalización se observó microscópicamente.



La iniciación de la cristalización del polímero conectado
ocurrió en aproximadamente 16 segundos y se completó en
60 segundos. La composición resultante tenía una densidad
de 0.312, y contenía una cantidad extremadamente grande de
5 esferulitas, cuyos diámetros eran predominantemente meno
res de 20 micrones. La iniciación de la cristalización -
del polipropileno sin conectar ocurrió en aproximadamente
50 segundos y se completó en 10 minutos. La composición
resultante tenía una densidad de 0.905 y contenía relati
10 vamente menor cantidad de esferulitas, todas las cuales
tenían diámetros predominantemente mayores de 200 micros.
nes.

Ejemplo 29

15 Los especímenes del polipropileno conectado del
Ejemplo 22, y un control de polipropileno sin conectar,
se probaron mediante análisis térmicas diferenciales (pa
ra una descripción de esta prueba véase el Diario de la
Ciencia Polimérica de Bacon Ke, Volumen 61, Páginas 47 a
20 59, 1962) para comparar su compartamiento durante el en
friamiento a un régimen de 6.5° por minuto, desde una tem
peratura de 200° C. Este análisis demostró que la inicia
ción de la cristalización del polipropileno conectado ocu
25 rrió a temperatura de 135° C., alcanzó un régimen máximo
a temperatura de 128° C., y un área bajo exotermo máximo
de .580 centímetros cuadrados. El análisis del polipropi
leno sin conectar mostró una iniciación de cristalización
a temperatura de 125° C., un régimen máximo de cristali
30 zación a temperatura de 118° C., y un área bajo el exoter

no máximo de 1.225 centímetros cuadrados.



Ejemplo 30

5 Este ejemplo ilustra el efecto de una polisul
fonazida en las propiedades de una aleación de polipropi
leno y poliisobutileno.

10 Una muestra que comprendía 90 partes de polipro
pileno finamente dividido, teniendo un peso molecular de
aproximadamente 425,000 se humedeció con acetona, conte
niendo 0.25 partes de un estabilizador de 4,4'-tiobis(3-
metil,6-butilfenolterciario). La acetona se evaporó con
agitación, y el polvo resultante se secó al vacío a tem
peratura de 60° C. La mezcla pulverizada se colocó en un
15 amasador de dos cilindros y se revolvió con 10 partes de
poliisobutileno teniendo un peso molecular de aproxima
mente 90,000 durante 15 minutos y a una temperatura de -
170° C. Luego 0.5 moles por mol de polipropileno de la -
sulfonazida mezclada descrita en los Ejemplos 1 a 8 se -
20 añadieron y se revolviéron en el amasador, durante 5 mi
nutos adicionales a temperatura de 170° C. Se preparó una
muestra de control exactamente de la misma manera con -
la excepción de que se omitió la sulfonazida. Las láminas
amasadas resultantes se trituraron en pequeñas partículas
25 y luego se extruyeron a temperatura de 225° C., para com
pletar la reacción de la sulfonazida. Los materiales ex
truidos entonces se moldearon por compresión a temperatu
ra de 215° C., durante 15 minutos, en láminas de prueba
de 15.24 por 15.24 por .102 centímetros. Las hojas o lá
30 minas resultantes se probaron para determinar la resisten



cia al impacto a la tensión, el flujo de fusión y la solubilidad en perclorotileno. Los resultados de estas pruebas se tabulan a continuación.

	<u>Control</u>	<u>Conectado</u>
5 Resistencia al Impacto a la tensión a -10° C. (0.138 kilogramos/6.45 centímetros cuadrados)	13	24
Fusión de flujo ² a 230° C., carga de 10 kilogramos.	6,7	3,3
10 Perclorotileno a 110° C., en solubilidad	Soluble	Soluble

² Asociación Americana para el Ensayo de Materiales - D1238-57T.

15 Ejemplos 31 a 34

Estos ejemplos ilustran la reducción de combadura de los materiales extruídos de polipropileno efectuados mediante diferentes cantidades de polisulfonazida. En cada ejemplo, la sulfonazida y el estabilizador de 4,4'-tio bis(3-metil-6-butil-fenol terciario) se incorporó en el polipropileno y la mezcla resultante se amasó y se extruyó exactamente como se describe en los Ejemplos 1 a 8. -

20 Cuando salieron cordones de exactamente 23.49 centímetros de longitud de la matriz, del dispositivo de extrusión, fueron sujetados por tenazas de acero con cuchillas de -

25 6.35 milímetros en la cara de la matriz y se colgaron verticalmente hasta que estuvieron fríos. El porcentaje de combadura se calculó de la longitud final del cordón -

30 frío en comparación con el cordón de 22.86 centímetros,



según se había extruido. El polipropileno usado en estos ejemplos tenía un peso molecular de aproximadamente - 400,000 y la sulfonazida usada era la sulfonazida mezclada descrita en los Ejemplos 1 a 8. Los moles de sulfonazida por mol de polímero y el porcentaje de combadura, se tabulan a continuación.

<u>Ejemplo No.</u>	<u>Moles de sulfonazida/ mol de polímero</u>	<u>porcentaje de combadura</u>
10	31	0
	32	90*
	33	0.25
	34	0.50
		25
		0.75
		11

* La muestra no conectada tenía una combadura de casi el doble y luego se rompió bajo su propio peso.

Ejemplos 35 y 36

Estos ejemplos ilustran el efecto de la polisulfonazida en las propiedades de las aleaciones de polipropileno y poliisobutileno. En el Ejemplo 36, la polisulfonazida se incorporó en el polipropileno, se añadió el poliisobutileno y la mezcla resultante se amasó y extruyó según se describe en el Ejemplo 30. En el Ejemplo 35, la polisulfonazida se omitió. El polipropileno usado tenía un peso molecular de aproximadamente 400,000 y el poliisobutileno un peso molecular de aproximadamente 90,000. La polisulfonazida empleada era la sulfonazida mezclada descrita en los Ejemplos 1 a 8. La composición de las aleaciones, los moles de sulfonazida por mol de polipropileno



y las propiedades resultantes se tabulan en el Cuadro III.

CUADRO III

5

	<u>Ejemplos</u>	<u>Números</u>
	<u>35</u>	<u>36</u>
Polipropileno	85	85
Poliisobutileno	15	15
10 Moles de sulfonazida/mol de polipropileno	-	0.2
Flujo de fusión (a 230° C., carga de 2 kilogramos)	1.40	1.07
Fragilidad de campana, °C.*	-5	-9
15 Resistencia al Impacto enmuescado de Izod (muesca de 0.38 Kilogrametros /2.54 centímetros)		
-10°C.	0.40	0.54
23°C.	1.43	1.87
Resistencia a la tensión, kilogramos por centímetro cuadrado	349.39	369.09

20

* Sociedad Americana del Ensayo de Materiales - D746-57T.

Como se ve del cuadro anterior, la conexión con la polisulfonazida mejora la tenacidad tanto a temperatura baja como a temperatura ambiente, así como la resistencia.

25

Ejemplos 37 y 38

30

Estos ejemplos ilustran el efecto de una polisulfonazida en las propiedades de una aleación de polipropileno (peso molecular aproximado de 400,000), y un



terpolímero de etileno-propileno-diciclohexadieno que -
 tiene un peso molecular de aproximadamente 240,000 y la
 siguiente composición:

5

- Porcentaje de etileno -64.8
- Porcentaje de propileno - 30.0
- Porcentaje de diciclohexadieno -5.2

10

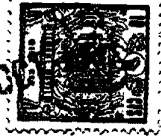
En el Ejemplo 37, la polisulfonazida se incor-
 poró en el polipropileno, el terpolímero se añadió y la
 mezcla resultante se amasó y se extruyó según se descri-
 be en el Ejemplo 30. En el Ejemplo 38, la polisulfonazi-
 da se omitió. La polisulfonazida empleada era la sulfona-
 zida mezclada descrita en los Ejemplos 1 a 8. La composi-
 ción de las aleaciones, los moles de polisulfonazida por
 mol de polipropileno y las propiedades resultantes, se
 tabulan a continuación:

15

	<u>37</u>	<u>38</u>
20 Polipropileno, partes por ciento	87.5	87.5
Terpolímero, partes por ciento	12.5	12.5
Moles de sulfonazida por mol de polipropileno	0.25	-
Dureza de Rockwell (escala R)	82	77
25 Resistencia a la tensión, kilogramos por centímetro cuadrado	5,886	5,370
Módulo de tensión, kilogramos por centímetro cuadrado	237,000	217,000
Densidad	0.8962	0.8845
Flujo de fusión (a 230° C., carga de 2 kilogramos)	1.33	1.40

3. 1332

Ejemplo 39



5 Una muestra de polipropileno que tiene un peso
molecular de aproximadamente 400,000 se humedeció con -
acetona conteniendo bis(sulfonazida) de 1,10-decano, en
una cantidad suficiente para rendir una composición con
10 conteniendo 0.03 partes de disulfonazida por 100 partes de
polipropileno siguiendo el procedimiento de los Ejemplos
1 a 8. La composición se trató exactamente como se descri
be en los Ejemplos 1 a 8, se extruyó y se trituró para -
formar gránulos. Los gránulos se moldearon por compresión
a una temperatura de 215° C., durante 12 minutos, (7 mi
15 nutos de precalentamiento), bajo presión de 56.240 kilo-
gramos por centímetro cuadrado para formar una lámina u
hoja de un grueso de .508 milímetros. La hoja o lámina -
resultante se comparó con una hoja de control preparada
exactamente de la misma manera excepto omitiendo la sul-
fonazida. Cada hoja se mantuvo a 3.81 centímetros encima
de una página de la sección blanca de un libro telefónico.
20 La invención era bastante clara y podía leerse fácilmente,
a través de la hoja conectada, mientras que no podía leer
se a través de la hoja que no estaba conectada.

25 La presente solicitud, que corresponde a la pre
sentada en Estados Unidos de América, con fecha 14 de oc
tubre de 1.963, bajo el número 316.002, se acoge a los be
neficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Pro-
piedad Industrial.

N O T A



5 Los puntos de invención, propia y nueva, que -
se presentan para que sean objeto de esta solicitud de -
Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los
siguientes:

10 1.- El procedimiento para preparar polímeros -
termoplásticos sólidos unidos por puentes, caracterizado
por calentar una mezcla de un polímero de propileno y de
aproximadamente 0.1 mol hasta aproximadamente 0.8 moles
por mol de polipropileno de una sulfonazida que tiene la
fórmula general $R(SO_2N_3)_x$ en donde R es un radical orgá
nico inerte a las reacciones de unión por puentes y x es
15 un entero desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente
8.

20 2.- El procedimiento para preparar polímeros -
termoplásticos sólidos unidos por puentes de conformidad
con lo reivindicado en la cláusula 1, en donde la mezcla
se calienta hasta una temperatura a la cual se descompone
la sulfonazida.

25 3.- El procedimiento para preparar polímeros -
termoplásticos sólidos unidos por puentes de conformidad
con lo reivindicado en la cláusula 1 ó en la cláusula 2,
caracterizado en que la mezcla se calienta a una tempera
tura de 100° C., hasta 250° C.

30 4.- El procedimiento de conformidad con lo rei
vindicado en cualesquiera de las cláusulas 1 a 3, carac
terizado en que el polímero de propileno, es polipropile
no estereoregular o una aleación de propileno estereoregu

3 4882

30 4882



lar con aproximadamente 1 por ciento a 25 por ciento en peso de un polímero de hidrocarburo elastomérico, tal - como el poliisobutileno o terpolímero de etileno-propileno-diciclopentadieno que contiene no más de 5 por ciento en peso de no saturación.

5

5.- El procedimiento de preparar polímeros teroplásticos unidos por puentes.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y - con los fines que se han especificado.

10

Esta Memoria consta de veintuna hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

13 OCT. 1909

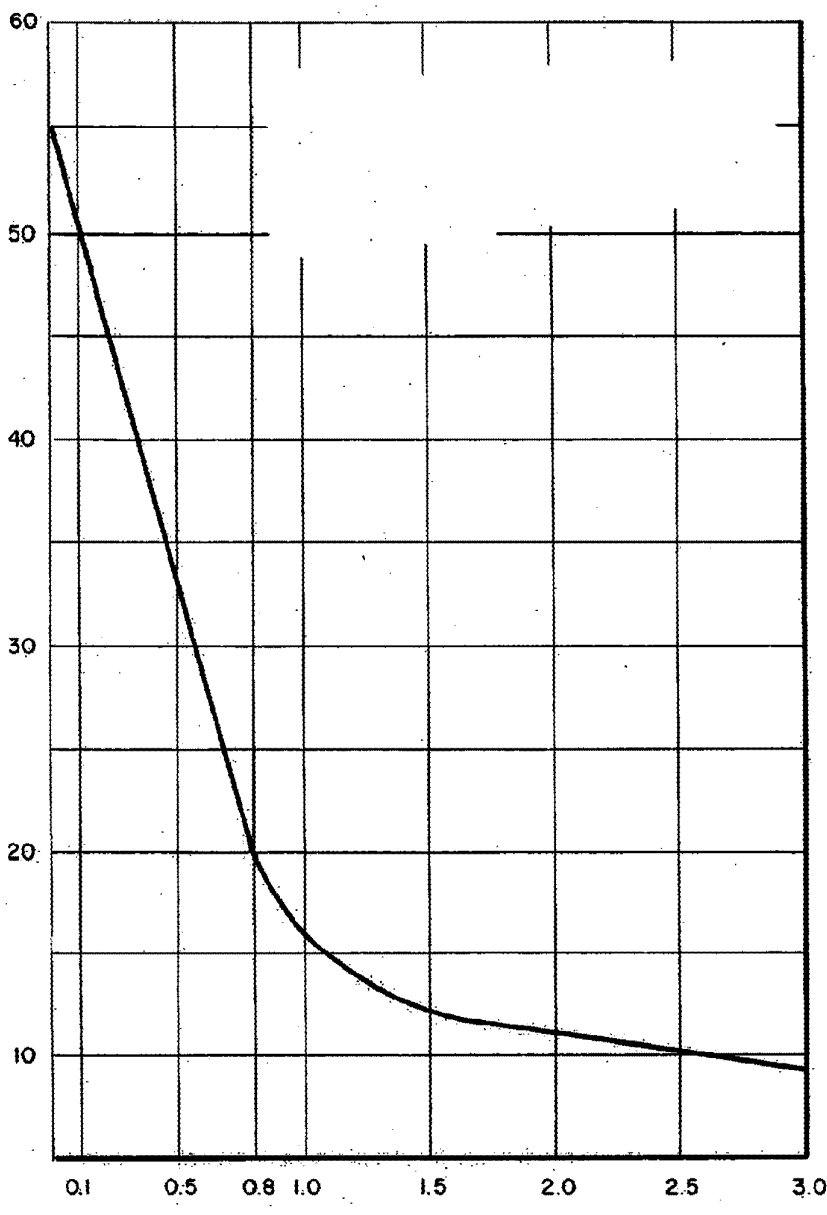
P.A.

Alberto de Elzabur
Por Poder.

ESCALA VARIABLE



30 4882



Alfonso de Eizabur
Por Poder