

P. 46.397

NOH-B-RRV/AMD
Cas S.69/26

386905



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C08</u>
SUBCLASE <u>F</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA por 20 años

a nombre de SOLVAY ET CIE.

entidad / ~~nacionalidad~~ belga

con domicilio en rue du Prince Albert 33, Bruselas, Bélgica

por: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR NUEVAS COMPOSICIONES DE
MATERIA PLASTICA A BASE DE POLIMEROS DE CLORURO DE
VINILO"

(Clase Internacional C08f)

23.12.70

386905



La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica a base de polímeros de cloruro de vinilo, transformables en productos manufacturados que poseen a la vez una temperatura de deformación por calor y unas propiedades mecánicas mejoradas. La presente invención se refiere también a productos ondulados bi-orientados fabricados a partir de resina a base de policloruro de vinilo, y que presentan características mecánicas excepcionales.

Se sabe que ciertos productos manufacturados con materia plástica, sobre todo placas para techumbres fabricadas con policloruro de vinilo, poseen para ciertas aplicaciones propiedades mecánicas insuficientes, en particular la resistencia al choque. En efecto, en este caso concreto de utilización, una caída violenta de granizo puede provocar deterioros irreparables.

Para paliar esta deficiencia, es bien conocida la incorporación, en el policloruro de vinilo, de pequeñas cantidades de ciertos aditivos que se llaman agentes antichoque. Estos agentes antichoque son generalmente polímeros de carácter elastómero, siendo los utilizados más corrientemente los polietilenos clorados (véase, por ejemplo, la patente francesa nº 1.170.768 del 3.1.1957, a nombre de Farbwerke Hoechst A.G.), o copolímeros de etileno con acetato de vinilo (véase, por ejemplo, la patente francesa 1.302.494 del 27.6.1961, a nombre de Imperial Chemical Industries Ltd.). Aunque confieren a los productos acabados unas propiedades mecánicas mejoradas, estos aditivos presentan el inconveniente de ejercer influencia desfavorable sobre ciertas otras propiedades del policloruro de vinilo.



Además, estos aditivos son generalmente costosos, y aumentan sensiblemente el precio de coste de los productos acabados.

Desde luego, también es bien conocida la mejora de las propiedades mecánicas de placas de policloruro de vinilo por estiramiento longitudinal y transversal. Este tratamiento presenta también un grave inconveniente. En efecto, la operación de estiramiento se efectúa en una zona de temperaturas, por ejemplo en los alrededores de 100°C, en que el policloruro de vinilo presenta carácter termoelástico. Tras estirar, la placa mantenida bajo tensión es enfriada hasta temperatura ambiente. La placa enfriada es dimensionalmente estable, pero si aumenta la temperatura ambiente, por ejemplo por acción de los rayos solares, se inicia un encogimiento de la placa y a 100°C la placa vuelve casi a sus dimensiones iniciales.

Para reducir al mínimo este encogimiento, hace falta que la placa resista sin deformarse a las temperaturas normales de utilización, por ejemplo a las temperaturas que se alcanzan en techumbres. Por tanto, es necesario que la placa posea una temperatura de deformación térmica superior a la temperatura de utilización.

Es conocida también la importancia que han adquirido en el campo de la obra civil las placas onduladas de materia plástica, y sobre todo las fabricadas a partir de resinas a base de policloruro de vinilo.

Estas placas onduladas, cuando están fabricadas correctamente, presentan propiedades mecánicas bien suficientes para resistir a las operaciones de transporte, mantenimiento e instalación. Además, resisten bien a los efectos

386905



tos de los agentes atmosféricos, bajo condiciones meteorológicas normales. Sin embargo, su resistencia a los choques, principalmente cuando han envejecido por acción de la intemperie, es generalmente insuficiente para permitir-
5 las resistir a las granizadas violentas, de carácter anormal o catastrófico.

Se ha intentado ya remediar esta debilidad incorporando agentes de refuerzo en las composiciones utilizadas para esta fabricación. Sin embargo, esta solución resulta ser en la práctica costosa y delicada.
10

Es sabido igualmente que las hojas y las placas planas producidas a partir de resinas a base de policloruro de vinilo pueden presentar propiedades mecánicas mejoradas cuando se les somete a un tratamiento de estiramiento biaxial en condiciones que provocan una orientación, pero hasta ahora no ha sido posible fabricar ondulados satisfactorios a partir de tales hojas o placas biorientadas.
15

En efecto, los procedimientos generalmente utilizados para fabricar tales hojas o placas de resinas a base de policloruro de vinilo consisten en calentar estas, para ablandarlas, y arrastrarlas luego entre elementos fijos para dar forma, enfriados por circulación de agua y que las fijan en la forma impuesta por la geometría de estos elementos para dar forma.
20

Si en este procedimiento se usan hojas o placas que hayan experimentado previamente un tratamiento de biorientación y mantenidas tendidas para combatir su gran elasticidad, se comprueba que las fuerzas de frotamiento entre los elementos que dan forma son tales que las hojas o placas se desgarran.
25
30



La presente invención tiene por objeto un procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica a base de polímeros de cloruro de vinilo, exentas de agentes antichoque, transformables en productos manufacturados que poseen a la vez una temperatura de deformación

5 térmica igual o superior a 70°C y propiedades mecánicas mejoradas, caracterizado por añadir, por cada 100 partes en peso de constituyente de base, que es un polímero de cloruro de vinilo que posee un índice K de Fikent-scher, medido

10 en 1,2-dicloroetano, igual o superior a 65,

1º) de 1 a 8 partes en peso de uno o varios estabilizantes sólidos cuyo punto de fusión es superior a la temperatura de deformación térmica del polímero de base;

2º) de 0,2 a 5 partes en peso de uno o varios lubricantes sólidos que tienen un punto de fusión superior a

15 la temperatura de deformación térmica del polímero de base.

Las composiciones resinosas pueden contener también, a título de agentes que facilitan la aplicación final, hasta 10 partes en peso de uno o de varios compuestos conocidos como tales.

20

En ocasión de la puesta a punto de las composiciones objeto de la presente invención, la solicitante debió elaborar un método de evaluación del encogimiento que son susceptibles de experimentar las placas estiradas fabricadas a partir de estas composiciones, cuando son puestas bajo condiciones equivalentes a las condiciones normales de

25 utilización como materiales para techumbres.

El método de evaluación puesto a punto es el siguiente:

30 A partir de la composición de resina se extruye

386905



una placa plana de 4 mm de espesor, que se estira un 100% en el sentido longitudinal y en el sentido transversal. En la placa estirada se cortan a troquel:

5 - 3 probetas rectangulares con dimensiones de 110 x 35 mm, y cuya dimensión de 110 mm está en el sentido longitudinal, es decir, en el sentido de la extrusión;

10 - 3 probetas rectangulares de iguales dimensiones que las mencionadas, pero en las que la dimensión de 110 mm es en el sentido transversal, es decir, en el sentido perpendicular al sentido de la extrusión.

Para la realización del ensayo de evaluación se debe disponer de una estufa ventilada, provista de un portaprobetas giratorio.

15 Se lleva a 70°C la temperatura de la estufa. Se suspenden las probetas antes citadas en el portaprobetas. Se introduce este último en la estufa, y se le pone en movimiento a una velocidad de rotación de 12 rpm.

20 Se le deja funcionar durante 24 horas, y luego se retira el portaprobetas de la estufa. Se dejan enfriar las probetas, que luego son medidas.

Si L es la longitud de la probeta antes de pasar por la estufa, y L_1 tras pasar por la estufa, el encogimiento, en tanto por ciento, viene dado por la relación

$$r = \frac{L - L_1}{L} \times 100.$$

25 El encogimiento anotado es la media aritmética de los valores hallados para las 6 probetas de partida.

30 Después de numerosos ensayos efectuados, la solicitante ha observado que, desde el punto de vista del encogimiento, las placas son ventajosamente convenientes como materiales para techumbres, si el encogimiento medido



por el método antes descrito es igual o inferior a 1%.

Las composiciones de materia plástica objeto de la presente invención son convenientes para la fabricación de placas estiradas que cumplen con la condición antes citada.

Para que ello sea así, es necesario que la composición de resina tenga una temperatura de deformación térmica de al menos 70°C, y que el polímero de cloruro de vinilo que constituye el elemento de base de las composiciones posea un índice K de Fikentscher, medido en 1,2-dicloroetano, de al menos 65, y comprendido preferiblemente entre 68 y 71.

La significación del índice K de un polímero, igual que el método para determinarlo, están descritos en detalle en Cellulose-Chemie, 1932, 13, pág. 160.

La temperatura de deformación térmica se determina por la norma ASTM D648-56, a una presión de 18,5 kg/cm².

En los polímeros de cloruro de vinilo están comprendidos sobre todo los homopolímeros de cloruro de vinilo. De todas formas, quede bien entendido que los copolímeros con contenido preponderante de cloruro de vinilo son igualmente convenientes, siempre que cumplan con las condiciones antes citadas.

El procedimiento de polimerización utilizado para preparar los polímeros de cloruro de vinilo tiene poca importancia en el ámbito de la presente invención. Así, estos polímeros pueden haber sido obtenidos por polimerización en emulsión acuosa, por ejemplo según la patente francesa 746.969 del 6.12.1932, de I.G. Farbenindustrie; por

386905



5 polimerización en suspensión acuosa, por ejemplo según la patente británica 427.494 del 25.10.1933, de Imperial Chemical Industries Ltd.; por polimerización en masa, por ejemplo según la patente alemana 579.048 del 15.6.1928, a nombre de I.G. Farbenindustrie; o, en fin, por polimerización en fase gaseosa, por ejemplo según la patente belga 686.088 del 20.8.1966, de la solicitante.

10 Los estabilizantes y los lubricantes presentes en las composiciones objeto de la presente invención deben ser, en la medida en que sea posible, sólidos que posean un punto de fusión superior a la temperatura de deformación térmica del polímero de base. En otras palabras, en las mejores condiciones sería conveniente excluir los aditivos líquidos y los aditivos sólidos de punto de fusión inferior a la temperatura de deformación térmica del polímero de base. De todas formas, la presencia en las composiciones de uno de estos aditivos, en cantidad inferior o igual a 1 parte en peso por 100 partes en peso de polímero, no ejerce influencia marcada sobre la temperatura de deformación térmica de la composición ni sobre el encogimiento de las placas estiradas fabricadas a partir de esta composición.

15 Las composiciones presentadas en los ejemplos 2 y 3, en las que intervienen 1 y 0,6 partes en peso de un estabilizante líquido, concretamente aceite de soja epoxidado, ilustran este aserto, mientras que el ejemplo 1 de comparación muestra que una composición que contiene 2 partes en peso de este estabilizante debe ser rechazada.

25 Dicho esto, el constituyente designado en (12) interviene de preferencia a razón de 2,5 a 4,5 partes en peso por 100 partes en peso del peso de polímero. Entre los



estabilizantes tomados en consideración se pueden citar sobre todo los jabones metálicos de ácidos grasos de C_6 a C_{20} , tales como los ácidos esteárico y láurico. Los estabilizantes preferidos están constituidos por un jabón de bario-cadmio asociado a estearato de plomo.

El constituyente designado en 2ª) interviene de preferencia a razón de 0,8 a 2,5 partes en peso por 100 partes en peso de polímero. Entre los lubricantes tomados en consideración se prefieren los ésteres y las amidas de ácidos grasos de C_{14} a C_{34} . Se eligen, por ejemplo, ésteres de etilenglicol con ácidos grasos de C_{16} a C_{30} , o bien las amidas grasas resultantes de la condensación de ácidos grasos saturados naturales de C_{10} a C_{20} , con etilendiamina.

Entre los agentes que facilitan la aplicación final, y que pueden intervenir en las composiciones objeto de la invención, se pueden citar sobre todo los copolímeros metacrilato de metilo/acrilato de etilo, los copolímeros resultantes del injerto de metacrilato de metilo y/o acrilato de etilo en policloruro de vinilo, o un copolímero butadieno/estireno, los copolímeros cloruro de vinilo/éter vinílico y alcohílico, y los copolímeros estireno/nitrilo acrílico.

Las composiciones según la invención pueden contener, evidentemente, otros ingredientes tales como colorantes, pigmentos, cargas, estabilizantes ópticos, agentes formadores de quelatos, etc.

Las placas estiradas fabricadas a partir de las composiciones objeto de la presente invención poseen propiedades mecánicas superiores a las de placas no estiradas fabricadas a partir de composiciones conocidas, que contie-

386905



nen un agente antichoque. Presentan además una estabilidad a la luz y una resistencia al envejecimiento netamente superiores a las de las fabricadas a partir de estas últimas composiciones.

5 El ejemplo 1 se presenta a título comparativo.

Los ejemplos 2 a 5 ilustran las composiciones a utilizar según la invención.

En los ejemplos, las cantidades se expresan siempre en partes en peso.

10 Ejemplo 1 (de comparación)

Se prepara la composición siguiente, por malaxado:

- | | |
|--|-----|
| - Policloruro de vinilo de índice K = 69 y temperatura de deformación térmica igual a 78,4°C | 100 |
| - Copolímero de metacrilato de metilo (90%) y acrilato de etilo (10%) | 1 |
| - Jabón de bario-cadmio (punto de fusión 142°C) | 1,5 |
| - Estearato neutro de plomo al 28% (punto de fusión 100°C) | 1,2 |
| - Aceite de soja epoxidado (líquido) | 2 |
| - Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 85°C) | 2 |
| - Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 135°C) | 0,2 |

25 La composición obtenida posee una temperatura de deformación térmica de 68°C.

30 Partiendo de esta composición, se fabrica por extrusión una placa de 4 mm de espesor que es estirada en un 100% en los sentidos longitudinal y transversal. Las propiedades mecánicas de esta placa son expuestas en la tabla siguiente.

Ejemplo 2

Se prepara la composición siguiente, por malaxado:

	- Policloruro de vinilo de índice K = 69 y temperatura de deformación térmica igual a 78,4°C	100
5	- Copolímero de metacrilato de metilo (90%) y acrilato de etilo (10%)	1
	- Jabón de bario-cadmio (punto de fusión 142°C)	1,5
	- Estearato neutro de plomo al 28% (punto de fusión 100°C)	1,2
10	- Aceite de soja epoxidado (líquido)	1
	- Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 85°C)	2
	- Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 135°C)	0,2

15 La composición obtenida posee una temperatura de deformación térmica igual a 70°C.

Partiendo de esta composición, se fabrica por extrusión una placa de 4 mm de espesor que es estirada un 100% en los sentidos longitudinal y transversal. Las propiedades mecánicas de esta placa son expuestas en la tabla siguiente.

20

Ejemplo 3

Se prepara la composición siguiente, por malaxado:

25	- Policloruro de vinilo de índice K = 69 y temperatura de deformación térmica igual a 78,4°C	100
	- Copolímero de metacrilato de metilo (90%) y acrilato de etilo (10%)	1
	- Jabón de bario-cadmio (punto de fusión 142°C)	1,5
30	- Estearato neutro de plomo al 28% (punto de fusión 100°C)	1,2

386905



- Aceite de soja epoxidado (líquido) 0,6
- Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 85°C) 2
- 5 - Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 135°C) 0,2

La composición obtenida posee una temperatura de deformación térmica de 71,5°C.

Partiendo de esta composición, se fabrica por extrusión una placa de 4 mm de espesor que es estirada un 100% en los sentidos longitudinal y transversal. Las propiedades mecánicas de esta placa son expuestas en la tabla siguiente.

Ejemplo 4

Se prepara por malaxado la composición siguiente según la invención:

- Policloruro de vinilo de índice K = 69 y temperatura de deformación térmica igual a 78,4°C 100
- Copolímero de metacrilato de metilo (90%) y acrilato de etilo (10%) 1
- 20 - Jabón de bario-cadmio (punto de fusión 142°C) 2
- Estearato de plomo (punto de fusión 100°C) 1,8
- Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 85°C) 1,5

La composición obtenida posee una temperatura de deformación térmica de 71°C.

Partiendo de esta composición, se extruye una placa de 4 mm de espesor, que es estirada un 100% en los sentidos longitudinal y transversal. Las propiedades mecánicas de esta placa son expuestas en la tabla siguiente.

30 Ejemplo 5

386905



Se prepara por malaxado la composición siguiente, según la invención:

- Policloruro de vinilo de índice K = 69 y temperatura de deformación térmica igual a 78,4°C 100
- 5 - Copolímero de estireno/nitrilo acrílico 5
- Jabón de bario-cadmio (punto de fusión 127°C) 2
- Estearato de plomo (punto de fusión 100°C) 0,8
- Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 104°C) 0,6
- 10 - Mezcla técnica de ésteres de ácidos grasos (punto de fusión 86°C) 0,5.

La composición obtenida posee una temperatura de deformación térmica igual a 73°C.

15 A partir de esta composición, se extruye una placa de 4 mm de espesor, que es estirada un 100% en los sentidos longitudinal y transversal. Las propiedades mecánicas de esta placa son expuestas en la tabla siguiente.

TABLA

Propiedades mecánicas	Placas estiradas derivadas de las composiciones del ejemplo				
	1	2	3	4	5
Módulo de elasticidad (1) a 20°C, kg/cm ²	35.400	35.400	35.400	37.410	37.510
Tensión elástica máxima (1) a 20°C, kg/cm ²	686	686	686	685	685
Tensión de rotura (1) a 20°C, kg/cm ²	1073	1073	1073	1164	1164
25 Alargamiento a la rotura (1) a 20°C, %	77	75	77	87	86
Resistencia a la tracción (2), kgcm/cm ²	1487	1487	1487	1865	1870
Encogimiento a 70°C (3), %	1,7	1	0,8	0,7	0,8
(1) Según norma ASTM D 638-58T (2) Según norma DIN 53 448 (resistencia al choque-tracción) (3) Según el método de evaluación descrito antes					

386905



5 Por examen de la tabla se observa que las placas estiradas fabricadas a partir de la composición expuesta en el ejemplo 1 (que contiene 2 partes en peso de un aditivo líquido) tienen propiedades mecánicas excelentes, equivalentes a las propiedades mecánicas de las placas estiradas que constituyen el objeto de la invención (ejemplos 2 a 5).

10 Por el contrario, son deficientes desde el punto de vista del encogimiento, y la temperatura de deformación térmica de la composición (68°C) es insuficiente.

15 Las ventajas de las composiciones objeto de la presente invención han sido ilustradas para una utilización concreta, que son placas estiradas para techumbres. De todas formas, es bien evidente que las composiciones pueden convenir también para cualquier otra utilización en la que sean criterios predominantes la temperatura de deformación térmica y las propiedades mecánicas.

20 La solicitante ha conseguido ahora producir ondulados de perfil muy regular y constante, a partir de hojas o placas biorientadas fabricadas con resinas a base de policloruro de vinilo.

25 Los ondulados biorientados así obtenidos presentan a 20°C una resiliencia por tracción superior a 650 cm kg f/cm², y una resiliencia por encogimiento previo superior a 300 kg/cm². Además, estos ondulados resisten a 4°C a los choques provocados por bolas de boj de 20 mm de diámetro, proyectadas perpendicularmente sobre su superficie a una velocidad tal que la energía de impacto sea 0,105 m kg f.

30 Hay que resaltar que los ondulados obtenidos a



partir de hojas o placas de resinas a base de policloruro de vinilo que no han experimentado ningún tratamiento previo de biorientación, y que son producidos por paso, en estado de ablandamiento, entre elementos para dar forma fijos y refrigerados, pueden presentar igualmente, tras la
5 ondulación, un cierto grado de biorientación. En efecto, la operación de dar forma a estas hojas o placas puede estar acompañada por un cierto estiramiento en el sentido longitudinal, debido a la tracción ejercida sobre ellas para imponerlas el paso entre los elementos que dan forma, y
10 por un estiramiento transversal cuya magnitud máxima está dada por la relación entre la longitud de una hoja plana y la anchura desarrollada de una hoja ondulada de igual longitud que la hoja plana. La magnitud del estiramiento transversal máximo viene dada entonces por el factor de sinuosidad del producto ondulado. Este factor puede variar entre
15 1,1 y 1,3, en función del perfil del ondulado, y por tanto el estiramiento transversal es demasiado pequeño para conferir a los ondulados propiedades mecánicas notablemente me
20 joradas y comparables a las de los ondulados objeto de la invención.

Esta pequeña magnitud de estiramiento comunicado a las hojas y placas cuando son onduladas por esta técnica puede ser puesta en evidencia por un ensayo de encogimiento térmico. En efecto, cuando tales hojas o placas onduladas son mantenidas durante 8 horas a una temperatura de
25 140°C, se observa que el encogimiento manifestado es netamente inferior a 25%. Por el contrario, cuando una muestra de un ondulado según la invención es sometida al mismo tratamiento, se observa que el encogimiento manifestado es su-
30

386905

30 Dic



perior al 30% según los dos ejes principales, aunque el en-
cogimiento acusado por el mismo producto sometido a la ac-
ción natural de los rayos solares sea despreciable.

5 Además, el estiramiento que resulta incidental-
mente por el paso entre elementos para dar forma refrigera-
dos no puede ser comparado, en cuanto a sus efectos, con el
estiramiento conseguido por la solicitante, en condiciones
de temperatura bien precisas, elegidas no para enfriar y
fijar el producto, sino para inducir en él una orientación
10 molecular importante.

Estas condiciones aparecen con más claridad en la
fig. 1 que se presenta como anexo, y que da la curva de es-
tirabilidad, en función de la temperatura, de una formula-
ción rígida a base de una resina de policloruro de vinilo
15 (Solvic 239, vendido por Solvic, S.A.).

Tal como se vé en esta figura, el estiramiento
durante el calibrado se efectúa siempre en la zona ABC, cu-
yo límite inferior, desde el punto de vista de la tempera-
tura, está fijado por la temperatura mínima a la que debe
20 llevarse la hoja o placa para poder darle forma por los
procedimientos clásicos.

Por el contrario, el estiramiento biaxial ejerci-
do sobre la hoja o placa plana, antes de la ondulación,
puede ser efectuado ventajosamente en la zona DEF, es decir,
25 no solamente en magnitudes mayores, sino además a tempera-
turas más bajas, lo que aumenta aún los efectos del estira-
miento sobre las propiedades mecánicas de las hojas o pla-
cas tratadas.

Las ventajas que se derivan de los ondulados bio-
30 orientados objeto de la presente invención son puestas en



evidencia, además, por los ejemplos siguientes, presentados a título puramente ilustrativo, y no limitativo.

Ejemplo 1

Se produce una placa plana de 4 mm de espesor, a partir de una composición que comprende, por un 100% de una resina de policloruro de vinilo vendida por Solvic, S.A., con la marca Solvic 239:

- 1% de estearato de plomo (con 28% de plomo);
- 1,5% de una sal de bario (7%) y cadmio (10%) de ácidos grasos C_{12} ;
- 2% de aceite de soja epoxidado con 6% de oxígeno oxiránico;
- 1% de un copolímero de metacrilato de metilo y acrilato de etilo, en proporción de 87 a 13.

Esta placa es llevada a una temperatura de 105°C, y es estirada un 100% en ambos sentidos. El estiramiento longitudinal se efectúa por paso sobre cilindros sucesivos que giran a velocidades cada vez mayores, y el estiramiento transversal por sujeción de los bordes mediante pinzas montadas sobre dos raíles que se separan uno del otro.

Esta placa estirada es transformada después en un ondulado de perfil trapezoidal, por paso entre elementos móviles para dar forma, constituidos por dos series de cadenas sin fin que soportan a unas estructuras en forma de U cuyas aristas superiores presentan unas entallas en las que se disponen hilos metálicos sin fin. Estas cadenas están dispuestas sobre dos platos de ondulación superpuestos, los cuales, cuando son aproximados el uno al otro, hacen que las estructuras queden imbricadas entre ellas, de manera tal que los hilos dispuestos en las entallas se sitúan

386905



5 en los lugares en que la placa debe ser plegada para realizar el ondulado deseado. De esta manera, la ondulación progresiva de la placa es realizada por los hilos metálicos continuos dispuestos y mantenidos en el espacio en los lugares de pliegue de la placa.

El procedimiento de ondulación antes descrito, permite ondular sin riesgo de desgarramiento, y además produce ondulados de perfil transversal constante, cuyas aristas son rectilíneas y sin defectos.

10 El dispositivo de ondulación, por otra parte, está descrito en detalle en una solicitud de patente presentada conjuntamente por la solicitante.

La hoja ondulada así obtenida tiene un espesor de 1 mm y un factor de sinuosidad de 1,27.

15 Si se corta de este ondulado un cuadrado de 1 m, de lado, y se le pone durante 8 horas en una estufa mantenida a 140°C, se observa que manifiesta un encogimiento del 50%, tanto en sentido transversal como en sentido longitudinal, y que su espesor pasa de 1 a 4 mm.

20 La siguiente Tabla I presenta las propiedades mecánicas a 20°C, medidas en el ondulado biorientado obtenido, y, a título de comparación, las mismas propiedades medidas en un ondulado producido a partir de la misma formulación, pero por paso de una hoja no estirada entre elementos fijos para dar forma.

25

30



Tabla I

Propiedades	Norma	Unidad	Ondulado clásico	Ondulado biorientado
5 Resiliencia por tracción	DIN 53448	cm.kg f/cm ²	538	1719
Resiliencia por encogimiento previo	(1)	kg f/cm ²	195	680
10	(1) La resiliencia por encogimiento previo ha sido medida según el método descrito en la revista francesa Plastiques Modernes et Elastomères, sept. 1968, pág. 134, y protegido por la patente belga 713.208, presentada el 4.4.1968, siendo la altura emergente de la lámina 0,6 mm, y la energía de choque 15,5 cm.kg f.			

15 Con el fin de poder evaluar la resistencia a los choques, y sobre todo la resistencia al granizo de los ondulados según la invención, y principalmente para poder efectuar un estudio comparativo respecto a la resistencia de los ondulados clásicos, la solicitante ha utilizado el método de ensayo siguiente, que proporciona una reproducibilidad excelente.

20 Unas probetas de placas onduladas, de 35 x 35 cm, son sometidas a una temperatura de 4°C al impacto de bolas de boj de densidad 0,97, próxima a la de los granizos naturales. Estas bolas son proyectadas perpendicularmente a la superficie de las probetas, a la misma velocidad que la velocidad de caída libre de los granizos naturales de igual diámetro, para reproducir las energías y las condiciones de impacto más parecidas a la realidad.

386905 30 DIC



5 Cada una de 10 placas de un lote de muestra es sometida al impacto repetido de bolas del mismo diámetro, hasta aparición de una rotura, pero sin pasar de 25 impactos por placa. La suma de los diez números de impactos antes de la rotura, llevada a 250 y expresada en tanto por ciento define el tanto por ciento de placas no perforadas, según las condiciones del ensayo.

10 Los ensayos han sido efectuados con ondulos biorientados preparados según el ejemplo 1, y de forma trapezoidal, llamado perfil "Greca", de paso igual a 70 mm y altura igual a 18 mm, y con ondulos de la misma forma, producidos a partir de la formulación del ejemplo 1, pero por paso de una hoja no estirada entre elementos fijos para dar forma.

15 Con bolas de 20 mm de diámetro, proyectadas a una velocidad tal que la energía de impacto sea 0,105 m.kgf, se observa que el tanto por ciento de placas no perforadas es 100% para los ondulos biorientados según la invención, y solo 77% para los ondulos clásicos. Estos ensayos muestran de forma perentoria la mejora conseguida en los ondulos en cuanto a la resistencia a los choques.

20 Ejemplos 2 a 8

25 Se preparan ondulos biorientados según la técnica descrita en el ejemplo 1, pero utilizando las diversas composiciones expuestas en la Tabla II.

30

386905



Tabla II

Componentes, % basado en la resina	Ej.2	Ej.3	Ej.4	Ej.5	Ej.6	Ej.7	Ej.8
5 SOLVIC 229	100	-	-	-	-	-	-
SOLVIC 239	-	100	-	-	-	-	-
SOLVIC P 265/110	-	-	100	-	-	-	-
VIPLA KLE	-	-	-	100	-	-	-
SOLVIC 237	-	-	-	-	100	-	-
LUCOVYL GB 1510	-	-	-	-	-	100	-
SOLVIC P 265/111	-	-	-	-	-	-	100
10 Dibutilmercaptida de estaño líquida mezclada con 25% de aceite de soja epoxidado	2	-	-	-	-	-	-
Dibutildilaurato de estaño	1	-	-	-	-	-	-
Palmitato de cetilo	0,5	-	-	-	-	-	-
Estearina	0,2	-	-	-	-	-	-
15 Alcohol cetílico-estearílico 50-50	1	-	-	-	-	-	-
Copolímero de metacrilato de metilo y acrilato de etilo (proporciones 87/13)	1,5	1	1	1	1	1	1
Estearato de plomo con 28% de plomo	-	1,2	1	1	1	1	1
20 Laurato de bario (1%) -cadmio (8%)	-	1,5	-	-	-	-	-
Aceite de soja epoxidado con 6% de oxígeno oxiránico	3	2	2	2	2	2	2
Trihidroxiestearato de glicerina	-	2	2	2	2	2	2
PE 421	-	0,2	-	-	-	-	-
25 Sales de bario (7%) y cadmio (10%) de ácidos grasos C ₁₂	-	-	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5

Los SOLVIC 229, 239, P 265/110, 237 y P 265/111 son policloruros de vinilo obtenidos en suspensión y producidos por la firma SOLVIC S.A.

30

El VIPLA KLE es un policloruro de vinilo obtenido

23.12.70

30
386905

igualmente en suspensión, y vendido por MONTECATINI-EDISON.

El LUCOVYL GB 1510 es un policloruro de vinilo obtenido por polimerización en masa, y vendido por la compañía PECHINEY.

5 El PE 421 es un polietileno en polvo comercializado por la solicitante.

La siguiente Tabla III da las propiedades mecánicas a 20°C, medidas respectivamente en los ondulados así obtenidos y en ondulados producidos a partir de las mismas composiciones, pero por el procedimiento clásico, es decir, por paso de una hoja no estirada entre elementos fijos para dar forma. Los métodos de ensayo utilizados son idénticos a los señalados en el ejemplo 1.

Tabla III

Ejemplo	Tipo de ondulado	Resiliencia por tracción, cm kg f/cm ²	Resiliencia por encogimiento, previo, kg f/cm ²
2	Clásico	148	135
	biorientado	1010	590
3	Clásico	457	175
	biorientado	1692	690
4	Clásico	488	170
	biorientado	1826	650
5	Clásico	452	170
	biorientado	1884	660
6	Clásico	499	180
	biorientado	1567	720
7	Clásico	544	190
	biorientado	1749	760
8	Clásico	448	180
	biorientado	1629	680

Basándose en los ejemplos 1 a 8, puede establecerse que, para los ondulados del tipo clásico, la resiliencia por tracción no llega a 650 cm kg f/cm², y la resiliencia por



encogimiento previo es siempre inferior a 300 kg f/cm^2 , mientras que para los ondulados según la invención estas dos magnitudes se sitúan siempre más allá de estos límites respectivos.

5

La presente solicitud, que corresponde a las presentadas en Bélgica, el 31 de Diciembre de 1.969, bajo los N^{os}. 83.421 y 83.423, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

10

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:

- 1.- Procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica a base de polímeros de cloruro de vinilo transformables en productos manufacturados que poseen a la vez una temperatura de deformación térmica igual o superior a 70°C , y propiedades mecánicas mejoradas, caracterizado porque se añaden, por cada 100 partes en peso de constituyente de base, que es un polímero de cloruro de vinilo que posee un índice K de Fikentscher, medido en 1,2-dicloroetano, igual o superior a 65°C : (1^o) de 1 a 8 partes en peso de uno o varios estabilizantes sólidos cuyo punto de fusión es superior a la temperatura de deformación térmica del polímero de base; (2^o) de 0,2 a 5 partes en peso de uno o varios lubricantes sólidos que tienen un punto de fusión superior a la temperatura de deformación

25

386905

12



térmica del polímero de base.

5 2. Procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica según la reivindicación 1, caracterizado porque se añaden además, a dichas composiciones, hasta 10 partes en peso de uno o varios agentes que facilita la aplicación final.

10 3. Procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica según la reivindicación 1, caracterizado porque el polímero de cloruro de vinilo posee un índice K de Fikentscher, medido en 1,2-dicloroetano, comprendido entre 68 y 71.

15 4. Procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica según la reivindicación 1, caracterizado porque se añaden, por cada 100 partes en peso de polímero de cloruro de vinilo: (1º) de 2,5 a 4,5 partes en peso de uno o varios estabilizantes sólidos que tienen un punto de fusión superior a la temperatura de deformación térmica del polímero de base; (2º) de 0,8 a 2,5 partes en peso de uno o de varios lubricantes sólidos que tienen un punto de fusión superior a la temperatura de deformación térmica del polímero de base.

20 5. Procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica según la reivindicación 1, caracterizado porque el aditivo mencionado en (1º) es un jabón de bario-cadmio de ácidos grasos de C_6 a C_{20} , asociado a estearato

10.5.73

- 24 -

mce



de plomo.

5 6. Procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica según la reivindicación 1, caracterizado porque el o los aditivos mencionados en (2^a) son elegidos del grupo que comprende los ésteres y las amidas de ácidos grasos de C₁₄ a C₃₄.

10 7. Procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica según la reivindicación 2, caracterizado porque el o los agentes que facilitan la aplicación final son elegidos del grupo que comprende los copolímeros de metacrilato de metilo/acrilato de etilo, los copolímeros resultantes de injertar metacrilatos de metilo y/o acrilato de etilo en policloruro de vinilo o un copolímero butadieno/estireno, los copolímeros de cloruro de vinilo/éter vinílico y alcohílico, y los copolímeros de estireno/nitrilo acrílico.

15 8. Procedimiento para preparar nuevas composiciones de materia plástica a base de polímeros de cloruro de vinilo.

20 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.

Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

12 MAYO 1973

25

Madrid,

P.A.

Alberto de Elzaburo
Pat. P. 386905

ME

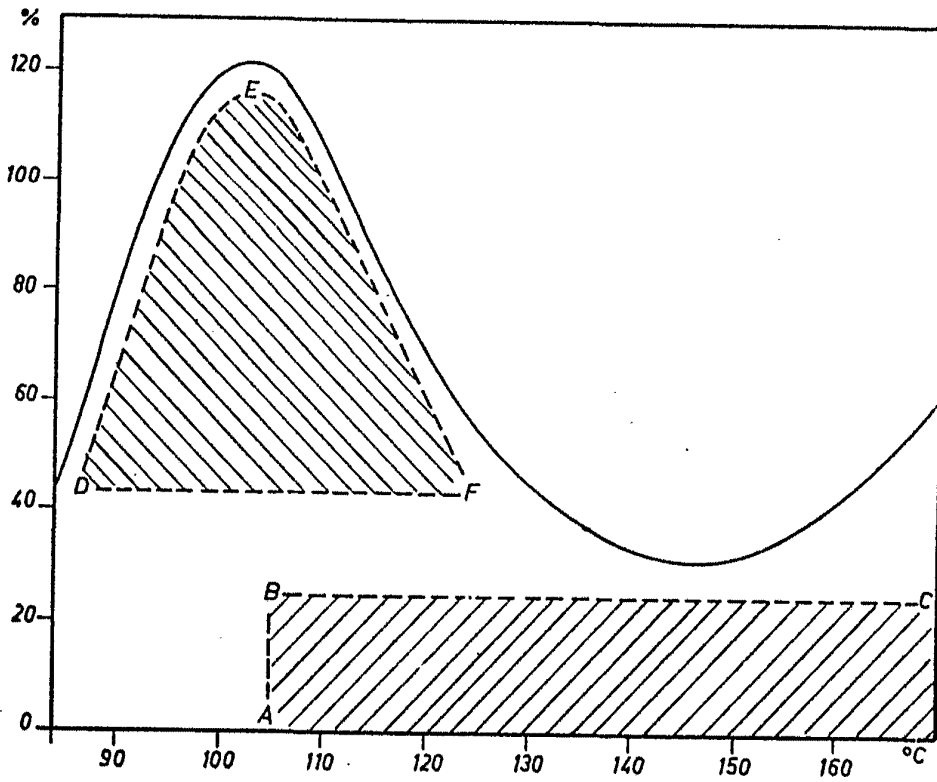
386905

PAR 3021

30012



FIG. 1



[Handwritten signature]