

409043



409043

PATENTE DE INVENCION

Ref: PG 1155.

## Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la preparación de perfiles de estructura celular.

=====

*Solicitante*

RHONE-PROGIL, entidad francesa, residente en 67, Boulevard du Château (92) Neuilly-sur-Seine, Francia.

=====

Int. Cl.: C08J, B29D

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación, por extrusión de composiciones polímeras termoplásticas expansibles, de perfiles de pequeña masa volúmica que comprenden una parte interna de estructura celular con células

5.



cerradas y una piel lisa y brillante de estructura compacta, así como los perfiles obtenidos por el citado procedimiento.

5. La extrusión de una composición polímera termoplástica expansible a través de una hilera presenta dificultades debido a que la citada composición, que contiene un agente de expansión capaz de crear, en el interior de la masa, una multitud de cavidades que dan lugar a un producto final de estructura celular rígida, semi-rígida o flexible, debe expandirse solamente un poco o incluso nada en el momento en que es forzada a través de la hilera. En efecto, una expansión en la hilera conduce generalmente, por una parte, a una estructura celular irregular y, por otra parte principalmente a una expansión en la superficie del material que entraña la ausencia de piel e incluso a veces provoca un desgarre de la citada superficie como consecuencia de bajas propiedades de flujo de la materia celular fundida en la hilera.
- 10.
- 15.

20. Para evitar esta expansión prematura en la hilera es preciso calentar menos fuertemente el material pero generalmente este, obtenido en estas condiciones, está entonces demasiado frío: es rápidamente fijado superficialmente y no puede sufrir una expansión normal.

25. Según otra técnica conocida se practica un espacio vacío de materia en el interior del perfil en el transcurso de la extrusión, sufriendo la citada materia su expansión hacia el interior del perfil llenando al menos parcialmente el vacío interno en este último. Sin embargo esta técnica no es fácil de realizar en el caso de perfiles poco gruesos y de perfiles huecos que presentan una piel superficial interna y externa.

30. El procedimiento según la invención no presenta los in-



convenientes enunciados anteriormente.

5. El procedimiento, objeto de la invención, de preparación de perfiles de pequeña masa volúmica comprende una parte interna de estructura celular con células cerradas y una piel lisa y brillante de estructura compacta, por extrusión, a través de una hilera, de composiciones polímeras termoplásticas que contienen al menos un agente de expansión, caracterizado porque se utilizan composiciones que contienen al menos una carga finamente dividida, que se mantiene la hilera a una temperatura inferior a la temperatura necesaria para provocar la descomposición del agente de expansión, en las proximidades de la superficie del perfil en contacto con la hilera, y superior a la temperatura a la cual el frotamiento de la materia sobre la hilera provoca un desgarre de la citada superficie y, que se realiza la extrusión con el fin de producir una expansión parcial de la citada materia en la hilera.

10. La solicitante ha comprobado en efecto de forma sorprendente que, en presencia de una carga finamente dividida, la expansión parcial en la hilera, mantenida a una temperatura conveniente, conduce a un perfil que posee una masa volúmica menor que en ausencia de carga y comprende una parte interna de estructura celular regular y una piel lisa y brillante de estructura compacta.

15. Igualmente ha comprobado de forma sorprendente que el perfil obtenido según la invención es más brillante que el perfil de estructura compacta obtenido, a temperatura de hilera igual, extruyendo las mismas composiciones en ausencia de agente de expansión.

20. Entre los polímeros termoplásticos, susceptibles de utilizarse según la invención, se pueden citar el cloruro de



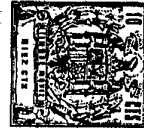
5. polivinilo, pastificado o no, los copolímeros del cloruro de vinilo, tales como los copolímeros de cloruro de vinilo y de acetato de vinilo, el poliestireno, los copolímeros del estireno tales como los copolímeros de acrilonitrilo y de estireno, los copolímeros de acrilonitrilo, de butadieno y de estireno, los copolímeros de metacrilato de metilo, de butadieno y de estireno.

10. Según la invención la carga debe ser inerte, en las condiciones de extrusión, frente a la materia polímera y el agente de expansión, infusible e insoluble en la materia polímera.

15. Entre las cargas susceptibles de utilizarse según la invención se pueden citar las cargas minerales tales como las sílices y los silicatos, las alúminas y los silicoaluminatos, los talcos, los sulfuros y los sulfatos como el sulfato de bari-  
rita o el sulfato de plomo, los carbonatos como los carbonatos de calcio, los óxidos minerales como los óxidos de titanio, la magnesia, cargas fibrosas tales como el amianto o la fibra de vidrio, las cargas orgánicas tales como las resinas termoendurecibles como la úrea formol, los poliésteres.

20. La masa volúmica del perfil obtenido y el grado de carga a utilizar para obtener una masa volúmica dada son, siendo por otra parte todas las condiciones idénticas, tanto menores cuanto menor sea el diámetro de las partículas.

25. Para cada carga existe, para una composición dada, un grado óptimo que permite obtener una masa volúmica mínima. Para grados de carga superiores a este grado óptimo el aspecto superficial del perfil comienza a degradarse y la piel se vuelve más rugosa. Se utilizan preferentemente grados de carga próximos al grado óptimo, eventualmente inferiores en el  
30. caso en que la masa volúmica deseada sea superior a la masa vo



lúmica mínima obtenida con la citada carga.

Para una buena realización del procedimiento de la invención se utilizan cargas formadas por partículas de diámetro medio comprendido entre 0,005 y 10 micras y, preferentemente, entre 0,01 y 1 micra a grados generalmente comprendidos entre 0,5 y 20 % y, preferentemente, entre 1 y 10 % en peso con relación a la materia polímera.

5.

Según la invención se utilizan agentes de expansión esencialmente de tipo sólido, que se descomponen por calentamiento liberando gases tales como el nitrógeno, el gas carbónico. Entre estos se pueden citar el bicarbonato sódico, el formiato amónico, los carbonatos y bicarbonatos de amonio, la azodicarbonamida, el azodiisobutironitrilo y, de una forma general, cualquier compuesto cuya temperatura de descomposición, con liberación de gas, sea mas o menos inferior a 180°C. Generalmente se utilizan grados de agentes de expansión de 0,1 a 10 % y, preferentemente, de 0,5 a 4 % en peso con relación a la materia polímera.

10.

15.

Una gran variedad de perfiles celulares puede obtenerse, que presentan una masa volúmica comprendida entre 0,3 y 1,0 g/cm<sup>3</sup> y un espesor comprendido entre 1 y 100 mm.

20.

La invención tiene igualmente por objeto las aplicaciones de los perfiles celulares a base de polímeros termoplásticos como aislantes térmicos y fónicos, juntas, junquillos murales, rodapiés, en la construcción y el amueblado.

25.

La presente invención se ilustra por medio de los ejemplos siguientes:

EJEMPLO 1

Este ejemplo está dado a título comparativo.

30.

Se utiliza una mezcla que tenga la composición siguiente



te en partes en peso:

	Cloruro de polivinilo - "Lucovyl RB 8010" (fabricado por la solicitante)	100
5.	Copolímero de cloruro de vinilo y de acetato de vinilo "Lucovyl MA 6028" (fabricado por la solicitante)	20
	Aceite de soja epoxidado	5
	Alfafenilindol	0,5
	Cera de Montan esterificada por glicerina	0,6
	Cera de polietileno	0,6
	Azodicarbonamida	0,5

10.

La mezcla se realiza en un mezclador a velocidad rápida, en 10 minutos, con elevación de la temperatura a 110°C, y refrigeración a continuación en una cuba fría a la temperatura de 35°C en 5 minutos.

15.

La mezcla obtenida sirve para la preparación de una banda por medio de una extrusora monotornillo provista de un tornillo de 30 mm de diámetro y de longitud igual a 20 veces su diámetro y de una hilera con banda, de sección rectangular, de dimensiones 24 x 4 mm.

20.

El cuerpo de la extrusora se lleva a 160°C y la hilera a 170°C.

Se introduce la mezcla en la tolva de alimentación de la extrusora y se aumenta progresivamente la velocidad de rotación del tornillo hasta 15 v/mn.

25.

El perfil obtenido no presenta ya piel. Su aspecto superficial es rugoso. La expansión es pequeña. Su masa volumétrica es de 1,20 g/cm<sup>3</sup>.

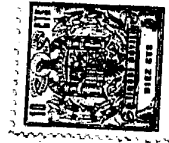
EJEMPLO 2

30.

Es similar al ejemplo 1 pero la composición de la mezcla utilizada comprende además, por cada 100 partes en peso de cloruro de polivinilo, 1 parte en peso de sílice coloidal

409043

- 7 -



cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,012 micras.

El perfil obtenido presenta una piel superficial lisa y brillante. La expansión es buena. Su masa volúmica es de 0,90 g/cm<sup>3</sup>.

5. EJEMPLO 3

Es similar al ejemplo 1 pero la composición de la mezcla utilizada comprende además, por cada 100 partes en peso de cloruro de polivinilo, 5 partes en peso de carbonato de calcio cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,075 micras.

10.

El perfil obtenido presenta una piel superficial lisa y brillante. La expansión es buena. Su masa volúmica es de 0,65 g/cm<sup>3</sup>.

EJEMPLO 4

15.

Es similar al ejemplo 1 pero la composición de la mezcla utilizada, comprende además, por cada 100 partes en peso de cloruro de polivinilo, 10 partes en peso de carbonato de calcio cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,075 micras y 1 parte en peso de sílice coloidal cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,016 micras.

20.

El perfil obtenido presenta una piel superficial lisa y brillante. La expansión es buena. Su masa volúmica es de 0,71 g/cm<sup>3</sup>.

EJEMPLO 5

25.

Este ejemplo está dado a título comparativo.

Es similar al ejemplo 1, pero la composición de la mezcla utilizada comprende además, por cada 100 partes en peso de cloruro de polivinilo, 5 partes en peso de talco cuyo diámetro medio de las partículas es de 15 micras.

30.

El perfil obtenido no presenta ya piel. Su aspecto su-



perifical es rugoso. La expansión es pequeña. Su masa volúmica es de 1,07 g/cm<sup>3</sup>.

EJEMPLOS 6, 7 y 8

Estos ejemplos estan dados a título comparativo.

5. Son similares al ejemplo 4, pero la temperatura de la hilera es respectivamente de 120°C, 130°C y 140°C.

El perfil obtenido no presenta ya piel. Su aspecto superficial es rugoso. La expansión es buena. Su masa volúmica es de 0,74 g/cm<sup>3</sup>.

10. EJEMPLOS 9 y 10

Son similares al ejemplo 4 pero la temperatura de la hilera es respectivamente de 150°C y 160°C.

Los resultados son idénticos a los del ejemplo 4.

EJEMPLO 11

15. Este ejemplo está dado a título comparativo.

Es similar al ejemplo 4, pero la temperatura de la hilera es de 190°C.

El perfil obtenido no presenta ya piel. Su aspecto superficial es rugoso. La expansión es heterogenea. Su masa volúmica es de 0,70 g/cm<sup>3</sup>.

- 20.

EJEMPLO 12

Este ejemplo está dado a título comparativo.

Se utiliza una mezcla que tenga la siguiente composición, en partes en peso:

- |     |   |     |
|-----|---|-----|
| 25. | Cloruro de polivinilo "Lucovyl RB 8010"<br>(fabricado por la solicitante) | 100 |
|     | Copolímero de metacrilato de metilo, de butadieno y de estireno           | 10  |
|     | Ftalato de dioctilo   | 20  |
|     | Aceite de soja epoxidado  | 1   |
| 30. | Alfafenilindol  | 0,6 |

409043

- 9 -



Cera de Montan esterificada con glicerina	0,6
Cera de polietileno	0,6
Azodicarbonamida	0,5

5. La mezcla se realiza y se extruye en las mismas condiciones que en el ejemplo 1.

El perfil obtenido no presenta ya piel. Su aspecto superficial es rugoso. La expansión es baja. Su masa volúmica es de  $1,25 \text{ g/cm}^3$ .

#### EJEMPLO 13

10. Es similar al ejemplo 12 pero la composición de la mezcla utilizada comprende además, por cada 100 partes en peso de cloruro de polivinilo, 3 partes en peso de carbonato de calcio cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,075 micras y 3 partes en peso de carbonato de calcio cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,7 micras.

15. El perfil obtenido presenta una piel superficial lisa y brillante. La expansión es buena. Su masa volúmica es de  $0,96 \text{ g/cm}^3$ .

#### EJEMPLO 14

20. Este ejemplo está dado a título comparativo.

Se utiliza una mezcla que tenga la composición siguiente en partes en peso:

25.	Copolímero de cloruro de vinilo y de acetato de vinilo "Lucovyl MA 6028" (fabricado por la solicitante)	100
	Copolímero de metacrilato de metilo, de butadieno y de estireno	10
	Aceite de soja epoxidado	1
	Alfafenilindol	0,6
	Cera de Montan esterificada con glicerina	0,6
	Cera de polietileno	0,6
30.	Azodicarbonamida	0,5



La mezcla se realiza y se extruye en las mismas condiciones que en el ejemplo 1.

El perfil obtenido no presenta ya piel. Su aspecto superficial es rugoso. La expansión es baja. Su masa volúmica es de 1,20 g/cm<sup>3</sup>.

5.

#### EJEMPLO 15

Es similar al ejemplo 14 pero la composición de la mezcla utilizada comprende además, por cada 100 partes en peso de copolímero de cloruro de vinilo y de acetato de vinilo, 3 partes en peso de carbonato de calcio cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,075 micras y 3 partes en peso de carbonato de calcio, cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,7 micras.

10.

El perfil obtenido presenta una piel superficial lisa y brillante. La expansión es buena. Su masa volúmica es de 0,91 g/cm<sup>3</sup>.

15.

#### EJEMPLO 16

Este ejemplo está dado a título comparativo.

Se utiliza una mezcla que tiene la composición siguiente en partes en peso:

20.

Cloruro de polivinilo "Lucovyl RB 8010" (fabricado por la solicitante)	100
Aceite de soja epoxidado	5
Alfafenilindol	0,5
Cera de Montan esterificada por glicerina	0,6
Cera de polietileno	0,6
Azodicarbonamida	0,5

25.

La mezcla se realiza en las mismas condiciones y se extruye en el mismo aparato que en el ejemplo 1. El cuerpo de la extrusora se lleva a 165°C y la hilera a 175°C. La ve-

30.

409043



locidad de rotación del tornillo es de 15 v/mn.

El perfil obtenido no presenta ya piel. Su aspecto superficial es rugoso. La expansión es baja. Su masa volúmica es de 1,20 g/cm<sup>3</sup>.

5. EJEMPLO 17

Es similar al ejemplo 16 pero la composición de la mezcla utilizada comprende además, por cada 100 partes en peso de cloruro de polivinilo, 1,5 partes en peso de sílice coloidal cuyo diámetro medio de las partículas es de 0,012 micras.

10.

El perfil obtenido presenta una piel superficial lisa y brillante. La expansión es buena. Su masa volúmica es de 0,98 g/cm<sup>3</sup>.

EJEMPLO 18

15.

Este ejemplo está dado a título comparativo.

Se utiliza una mezcla que tiene la composición siguiente en partes en peso:

Poliestireno "Alcolène 666" (fabricado por la solicitante)	100
--	-----

20.

Azodicarbonamida	0,5
------------------	-----

La mezcla se realiza y se extruye en las mismas condiciones que en el ejemplo 1.

25.

El perfil obtenido no presenta ya piel. Su aspecto superficial es rugoso. La expansión es baja. Su masa volúmica es de 0,95 g/cm<sup>3</sup>.

EJEMPLO 19

30.

Es similar al ejemplo 18 pero la composición de la mezcla utilizada comprende, además, por cada 100 partes en peso de poliestireno, 0,3 partes en peso de talco cuyo diámetro medio de las partículas es de 4 micras.



El perfil obtenido presenta una piel superficial lisa y brillante. La expansión es buena. Su masa volúmica es de  $0,62 \text{ g/cm}^3$ .

- N O T A -

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar, que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar
10. que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en francia, con fecha 29 de noviembre de 1971, bajo el número 71.42651, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo
15. que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PERFILES DE ESTRUCTURA CELULAR; caracterizándose por lo siguiente:
20. 1ª.- Procedimiento para la preparación de perfiles de estructura celular, de pequeña masa volúmica, del tipo que comprenden una parte interna de estructura celular con células cerradas y una piel lisa y brillante de estructura compacta, caracterizado porque se extruye a través de una hilera, una composición polímera termoplástica, que contiene al menos un agente de expansión, y al menos una carga finamente dividida;
25. manteniéndose la hilera a una temperatura inferior a la temperatura necesaria para provocar la descomposición del agente de expansión en las proximidades de la superficie del perfil en contacto con la hilera y superior a la temperatura a la cual el frotamiento de la materia, sobre la hilera, provoca un
30. desgarre de la citada superficie y se realiza la extrusión de

ME



manera que se produzca una expansión parcial de la citada materia en la hilera.

5. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los polímeros termoplásticos se eligen del grupo formado por el cloruro de polivinilo, plastificado o no, los copolímeros del cloruro de vinilo tales como los copolímeros de cloruro de vinilo y de acetato de vinilo, el poliestireno, los copolímeros del estireno tales como los copolímeros de acrilonitrilo y de estireno, los copolímeros de acrilonitrilo, el butadieno y de estireno, los copolímeros de metacrilato de metilo, de butadieno y de estireno.

10. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las cargas se eligen del grupo formado por las cargas minerales tales como las sílices y los silicatos, las alúminas y los silicoaluminatos, los talcos, los sulfuros y los sulfatos como el sulfato de barita, el sulfato de plomo, los carbonatos como los carbonatos de calcio, los óxidos como los óxidos de titanio, la magnesia, cargas fibrosas como el amianto o las fibras de vidrio, las cargas orgánicas tales como las resinas termoendurecibles como la úrea formol, los poliésteres.

20. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las cargas están formadas por partículas de diámetro medio comprendido entre 0,005 y 10 micras y, preferentemente, entre 0,01 y 1 micra.

25. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el grado de carga de las composiciones poliméricas termoplásticas está comprendido entre 0,5 y 20 %, preferentemente, entre 1 y 10 % en peso con relación a la materia polimérica.

30.

m/e

409043

- 14 -



28 NOV. 1972

6ª.- Procedimiento para la preparación de perfiles de estructura celular, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 14 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid

28 NOV. 1972

RHONE-PROGIL

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
A. P. Remota L. Gasia Fernández