

44.1493

28 OCT 1975

P.- 61.414

L.P. 1141

829D

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de LONZA S.A.

entidad suiza

establecida en Gampel/Vallese (Dirección: Basilea), Suiza.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MATERIALES ESPUMADOS DE POLI(CLORURO DE VINILO) EXTRABLANDOS, DE CELDAS CERRADAS".

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de materiales espumados de poli(cloruro de vinilo) extrablandos, de celdas cerradas, con estabilidad mejorada de volumen a temperatura elevada, a partir de poli-
5 (cloruro de vinilo) o de copolímeros de cloruro de vinilo, que contienen plastificantes y agentes de expansión, en forma de plastigeles y plastisoles.

Es sabido preparar materiales espumados a partir de materiales sintéticos termoplásticos, calentando
10 plastigeles o plastisoles de materiales sintéticos que contienen agentes de expansión y plastificantes, en una primera etapa para la gelificación y descomposición de los agentes de expansión en moldes de presión a temperaturas de 150 a 180°C, a continuación enfriando a temperaturas de 20 a 80°C,
15 y expandiendo en una segunda etapa el material espumado bruto, sacado de los moldes de presión, por calentamiento sin presión.

El inconveniente de los productos obtenidos según este procedimiento consiste en que se obtienen ma-
20 teriales espumados ciertamente blandos, pero apretados y poco adaptables, cuya estabilidad de volumen, sobre todo para su utilización para trajes de natación y flotadores, deja algo que desear. La contracción que se produce en un almacenamiento de tales productos durante siete días a 60°C es
25 de aproximadamente 8 a 20%.

La misión de la presente invención es soslayar los inconvenientes mencionados. En especial se deben obtener materiales espumados con densidad aparente baja, de aproximadamente 40 a 80 kg/m³, cuya estabilidad de volumen, a saber en un almacenamiento durante siete días a 60°C, sea inferior a 5% de contracción o de expansión.

Según la invención esto se logra calentando primero el plastigel o el plastisol a temperaturas de 150 a 180°C en moldes de presión, bajo una presión de 300 atmósferas, a continuación enfriando a temperaturas de 20 a 70°C, y calentando de nuevo a temperaturas de 140 a 170°C el material espumado bruto sacado del molde de presión, en un recipiente de presión bajo una presión de gas de 2 a 10 atmósferas, a continuación enfriando bajo esta presión a temperaturas de 100 a 130°C, reduciendo la presión de gas a la presión normal y expandiendo de este modo el cuerpo espumado.

Como materiales de partida se utilizan poli (cloruros de vinilo) así como copolímeros y polímeros injertados de cloruro de vinilo, que contienen plastificantes. Como monómeros copolimerizables entran en consideración: ésteres vinílicos, tales como acetato de vinilo, propionato de vinilo, laurato de vinilo, ésteres de los ácidos acrílico y metacrílico, tales como acrilato de etilhexilo, éster metílico del ácido metacrílico, éster butílico del ácido metacrílico

co, ésteres de los ácidos fumáricos y maleico, olefinas tales como etileno, propileno, y además monómeros clorados, tal como cloruro de vinilideno.

5 Los polímeros se utilizan en forma de plastigeles o plastisoles. Los plastigeles son mezclas de materiales sintéticos que contienen plastificantes (plastisoles), que están mezcladas con aditivos rigidizantes, por ejemplo laurato de aluminio, estearato de aluminio, estearato de magnesio, carbonato de calcio, silicato de calcio, estearato
10 de plomo, estearato de zinc, ácido silícico coloidal, y que de este modo han sido transformadas en una forma pastosa. Los plastigeles se pueden deformar y no cambian su forma al efectuar gelatinización o fusión. Tales plastigeles se pueden utilizar como tales o en estado previamente gelatinizado, por
15 ejemplo por un breve calentamiento a temperaturas que son inferiores al punto de descomposición del agente de expansión. Sin embargo, en el procedimiento de la invención se utilizan de preferencia plastisoles.

20 Como plastificantes entran en consideración los compuestos conocidos de alto punto de ebullición, tales como ésteres del ácido ftálico, por ejemplo, ftalato de dioctilo, ftalato de dibutilo, plastificantes de fosfato, por ejemplo fosfato de tricresilo, sebacatos de alcohol, ésteres de alcoholes plurivalentes, y también disolventes.

25 Como agentes de expansión entran en consi-

deración los compuestos conocidos, por ejemplo dinitrilo del ácido azoisobutírico, azodicarbonamida, bencenosulfonhidrazida, diazoaminobenceno, dinitrosopentametilentetramina, así como compuestos que desprenden dióxido de carbono. Evidentemente se pueden utilizar además sustancias que regulan las temperaturas y la velocidad de descomposición del agente de expansión.

El polímero que contiene plastificante y agente de expansión se introduce convenientemente en moldes de presión rígidos, por ejemplo, de una prensa de varias etapas, se calienta a temperaturas de 150 a 180°C, de preferencia de 160 a 170°C, y se mantiene a esta temperatura durante 1 a 2 horas. Con ello se realizan la gelatinización y la descomposición del agente de expansión, generándose en los moldes presiones de 30 a 300 atmósferas, de preferencia de 100 a 200 atmósferas. A continuación, permaneciendo inalterada la fuerza de cierre de la prensa, que tiene que asegurar el mantenimiento de los moldes en estado cerrado durante la fase de calentamiento, se enfría a temperaturas de 20 a 70°C, de preferencia de 30 a 50°C. Después se abre la prensa y los materiales espumados brutos se sacan de los moldes de presión. Después de esta primera etapa, los materiales espumados brutos son llevados, para una segunda y una tercera etapas del procedimiento, a un recipiente de presión, cuyas dimensiones, al contrario que las de los moldes de presión, son esencialmen

te mayores, a saber tales que, en la tercera etapa, los materiales espumados brutos puedan expandirse para formar los materiales espumados acabados, sin tocar a las paredes.

5 Es conveniente utilizar para ello un autoclave.

 En la segunda etapa, los materiales espumados brutos son calentados de nuevo bajo presión de gas, que es de 2 a 10 atmósferas. La temperatura utilizada en esta etapa es de 140 a 170°C, de preferencia de 150 a 160°C. Esta temperatura se mantiene durante 1/2 a 1 horas, y después se reduce a 100 a 130°C. Durante toda esta etapa de trabajo se mantiene constante la presión de gas.

10

 A continuación en una tercera etapa del procedimiento se realiza la expansión para formar el material espumado acabado, reduciendo la presión de gas hasta la presión normal.

15

 Es conveniente introducir vapor de agua en el recipiente de presión en la segunda etapa, para alcanzar humedades relativas de 10 a 40%.

20

 Como gas a presión se utiliza aire.

 Por consiguiente, el procedimiento de la invención constituye un procedimiento en tres etapas con: Gelatinización, descomposición del agente de expansión y enfriamiento.

25

Nuevo calentamiento bajo presión de gas a temperaturas pró-

ximas a la temperatura de gelatinización, y enfriamiento.
Expansión.

5 Frente a esto, los procedimientos de espumado conocidos hasta ahora son procedimientos en dos etapas, con:

Gelatinización; descomposición del agente de expansión y enfriamiento.

Expansión.

10 Por el procedimiento de la invención se obtienen materiales espumados ligeros, provistos de una capa envolvente por todas sus partes, con una densidad aparente entre 40 y 80 kg/m^3 , que se destacan por un grado de blandura especialmente grande. Son más blandos y más adaptables que los materiales espumados obtenidos por procedimientos
15 conocidos. Esto se refiere evidentemente a cantidades iguales de plastificante utilizado. Los materiales espumados preparados según la invención se destacan en especial por una gran estabilidad de volumen, es decir, apenas cambian su volumen en el caso de almacenamiento a temperatura elevada. Así por ejemplo, en un almacenamiento durante 7 días
20 a 60°C, lo que constituye un ensayo para la utilidad de los materiales espumados para trajes de natación, el volumen cambia como máximo en $\pm 5\%$.

25 Antes de las etapas 2 y 3 del procedimiento, los materiales espumados brutos pueden ser hendidos. En-

tonces se obtienen al final placas de material espumados más delgadas, dotadas de capa envolvente por todos los lados, cuyo espesor es independiente de la altura del molde de presión.

Evidentemente también materiales espumados brutos que se obtienen en moldes de troquel, pueden ser sometidos a las etapas 2 y 3 del procedimiento.

Ejemplo 1

10	100	kg de PCV de tipo de pasta, LONZA PE 704
	50	kg de plastificante de fosfato
	50	kg de ftalato de dibutilo
	20	kg de azodicarbonamida
	0,5	kg de pigmento colorante
15	6	kg de estabilizante líquido de Ba/Cd

son transformados en un plastisol de modo conocido, en un mezclador de disolución. El plastisol obtenido se introduce en un molde de presión rígido, pero sin llenarlo por completo. A continuación se calienta durante 2 horas a 164°C, se enfría durante una media hora a 50°C, y después se saca el material espumado bruto del molde. A continuación se le lleva a un autoclave previamente calentado a 110°C, se aumenta la temperatura a 160°C y la presión a 5 atmósferas manométricas, con introducción simultánea de vapor de agua. Después

de 1 hora se enfría durante 40 minutos a 120°C y después se reduce la presión de gas a 0 atmósferas manométricas.

El cuerpo espumado obtenido tiene una densidad aparente de 50 kg/m³. Se destaca por un grado de blandura especialmente grande y por una pequeña contracción a temperatura elevada.

Ejemplo 2

10 Una mezcla de

100	kg de PCV, LONZA tipo B 3
50	kg de ftalato de dioctilo
50	kg de ftalato de dibutilo
15 18	kg de azodicarbonamida
0,3	kg de dióxido de titanio
0,4	kg de pigmento colorante
5	kg de estearato de plomo neutro

20 se transforma en un plastigel homogéneo en una amasadora de doble artesa, a 30°C. El plastigel es extruido para formar una película, mediante una prensa de tornillo sin fin con un tornillo sin fin de alimentación especial. De la película se cortan bloques que son algo más pequeños que los moldes de
25 presión a utilizar, dentro de los que son insertados aquellos.

Después de cierre de los moldes, los espacios huecos se disponen bajo una presión de nitrógeno de 10 atmósferas manométricas. Después se calienta durante 2 horas a 165°C, se hace salir el nitrógeno a través de una válvula hasta una sobrepresión 0, y luego se enfría a 50°C durante 1/2 hora.

El material espumado bruto obtenido se lleva, como en el ejemplo 1, a un autoclave para un segundo calentamiento bajo presión de gas y para expansión subsiguiente.

El cuerpo espumado obtenido tiene una densidad aparente de 55 kg/m³ y se distingue asimismo por un gran grado de blandura y por una pequeña contracción a temperatura elevada.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Suiza, el 4 de Octubre de 1974, bajo el número 13312/74, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- REIVINDICACIONES -

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Procedimiento para la preparación de materiales espumados de poli(cloruro de vinilo) extrablandos, de celdas cerradas, con estabilidad mejorada de volumen a temperatura elevada, a partir de poli(cloruro de vinilo, o de copolímeros de cloruro de vinilo que contienen plastificantes, y agentes de expansión, en forma de plastigales o de plastisoles, caracterizado porque primeramente el plastigel o plastisol se calienta a temperaturas de 150 a 180°C en moldes de presión, bajo presiones de hasta 300 atmósferas luego, permaneciendo inalterada la fuerza de cierre de la prensa, se enfría a temperaturas de 20 a 70°C, el material espumado bruto
15 sacado del molde de presión se calienta de nuevo a temperaturas de 140 a 170°C en un recipiente de presión, bajo una presión de 2 a 10 atmósferas, a continuación se enfría bajo esta presión a temperaturas de 100 a 130°C, se reduce la presión hasta la presión normal, y de este modo se expande el material
20 espumado.
20

2ª.- Procedimiento según la reivindicación
1ª, caracterizado porque, en lugar de no llenar por comple-
to los moldes de presión, el plastisol se introduce en los
moldes en forma de una espuma densa, obtenida por introduc-
ción y batido mecánico de aire.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación
1ª, caracterizado porque después de la primera etapa del pro-
cedimiento, el material espumado bruto es hendido, y las
piezas hendidas son sometidas a las etapas 2 y 3 del procedi-
miento.

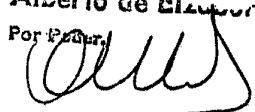
4ª.- PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
MATERIALES ESPUMADOS DE POLI(CLORURO DE VINILO) EXTRABLANDOS,
DE CELDAS CERRADAS.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede y para los fines que se han especificado.

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

20

Madrid, -3 OCT. 1975
P.A.

Alberto de Elizaguru
Por Poder.


27-9-75
E.C.V.