



10 ES	11 21	NUMERO 453079	10 A 1
	22	FECHA DE PRESENTACION 5-11-76	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
50-133401	5-11-75	Japón
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C08J	
54 TITULO DE LA INVENCION		
UN METODO PARA PREPARAR UNA ESPUMA DE UN POLIMERO CLORADO DE CLORURO DE VINILO		
71 SOLICITANTE (S)		
TOKUYAMA SEKISUI KOGYO KABUSHIKI KAISHA		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
2, kinugasa-cho, kita-ku, Osaka-shi, Japón		
72 INVENTOR (ES)		
Terufumi Adachi y Michifumi Tanga, ambos japoneses, los cuales han cedido sus derechos a la entidad solicitante.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

1

Se da un método para preparar espumas de polímeros de cloruro de vinilo clorados. Las espumas se preparan por impregnación del polímero de cloruro de vinilo clorado con un alcohol alifático de 1 a 5 átomos de carbono y posterior calefacción del polímero impregnado.

5

Campo de la Invención

Esta invención se refiere a un método para preparar una espuma de polímero clorado de cloruro de vinilo.

Descripción de antecedentes

10

Las espumas de polímeros clorados de cloruro de vinilo tienen una buena resistencia térmica cuando se comparan con espumas de polímeros no clorados de cloruro de vinilo. Más particularmente, las espumas de polímeros de cloruro de vinilo clorado tienen un coeficiente pequeño de contracción a temperaturas elevadas y pueden resistir altas temperaturas y por eso pueden utilizarse en aplicaciones en las que la espuma ha de estar en contacto con agua caliente o tuberías de vapor para aislamiento térmico. Además, la espuma del polímero clorado es superior en cuanto a no-inflamabilidad y es adecuada para su empleo como material de construcción. Además la espuma del polímero clorado es superior en resistencia mecánica y en propiedades de aislamiento eléctrico. La espuma del polímero clorado también tiene excelente resistencia química, y puede utilizarse en aparatos para la industria química. Por tanto es de esperar que la espuma de polímero de cloruro clorado podrá utilizarse en una gran variedad de aplicaciones.

15

20

25

30

No se conocen sin embargo un procedimiento satisfactorio para la manufactura de un artículo de espuma de un polímero de cloruro de vinilo clorado. Por ejemplo, la

1 Patente Estadounidense Nº 3.366.580 describe un procedimien-
to en el que se impregna un polímero clorado de cloruro de
vinilo con hidrocarburos halogenados como agente de espuma
y se calienta despues para obtener un producto en forma de
5 espuma.

El procedimiento tiene sin embargo muchos incon-
venientes. En primer lugar, el producto resultante es infe-
rior en resistencia al calor. Se cree que la razón de ello
está en que los hidrocarburos halogenados tienen una excelen-
te afinidad para el polímero de cloruro de vinilo clorado y
10 está expuesta una gran cantidad de hidrocarburos halogenados
a ser retenidos en el producto en espuma. Los hidrocarburos
halogenados que permanecen en el producto de forma de espuma
actúan como plastificantes cuando se exponen a temperaturas
elevadas. El producto en espuma, por esto, es inferior en
15 resistencia al calor. Ya que un polímero de cloruro de vini-
lo clorado es superior a un polímero de cloruro de vinilo
no-clorado con respecto a la resistencia al calor, y ya que
es una de las principales características del polímero clo-
rado de cloruro de vinilo, hay que entender que es un incon-
20 veniente significativo del polímero clorado de cloruro de
vinilo que la resistencia al calor se deteriore despues que
se ha llevado al polímero clorado a la forma de espuma.

En segundo lugar los hidrocarburos halogenados
25 tienen, en general, una elevada toxicidad y contaminan el en-
torno de trabajo. Además, los hidrocarburos halogenados,
cuando se calientan, se descomponen para generar un halógeno
y un haluro de hidrógeno que también contaminan el ambiente
de trabajo o atacan los aparatos utilizados.

30 En tercer lugar el procedimiento da un artículo

1 de espuma con inferior estabilidad al calor y está expuesto a decolorarse cuando se somete a temperaturas elevadas.

5 Los inconvenientes antes mencionados se deben al hecho de que los hidrocarburos halogenados se emplean como agente de espuma para el polímero clorado de cloruro de vinilo.

10 Los solicitantes han intentado mejorar o evitar estos inconvenientes y han encontrado que puede obtenerse una resina en espuma que tiene celdillas cerradas finas cuando se utiliza un alcohol que tiene de 1 a 5 átomos de carbono como agente de espuma. Los solicitantes han determinado también que los alcoholes que tienen de 1 a 5 átomos de carbono son superiores en la propiedad de formación de espuma a los hidrocarburos halogenados, y que los alcoholes resultan ventajosos en que no deterioran la resistencia al calor ni la estabilidad al calor de la espuma de polímero clorado y tienen, por lo general, baja toxicidad.

RESUMEN DE LA INVENCION

20 Según la presente invención se da un método para preparar un artículo de espuma de un polímero de cloruro de vinilo clorado que comprende la impregnación de un polímero de cloruro de vinilo clorado con 1 a 50 partes en peso, sobre 100 partes en peso de polímero, de alcohol que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, teniendo el polímero clorado un contenido en cloro entre 60 y 75% en peso; y calentando para que forme espuma el polímero impregnado.

DESCRIPCION DE LOS ASPECTOS PREFERIDOS

30 Según la presente invención, con la terminología "polímero clorado de cloruro de vinilo" o "polímero de cloruro de vinilo clorado" se pretende indicar productos ob-

1 tenidos por posterior cloración de un polímero de cloruro de
vinilo. El polímero de cloruro de vinilo al que esta solici-
tud se refiere incluye tanto homopolímeros de cloruro de vi-
5 nilo como copolímeros de cloruro de vinilo. Los copolímeros
incluyen copolímeros y polímeros de injerto que contienen
más de un 90% en peso aproximadamente de cloruro de vinilo
y que se preparan por copolimerización de cloruro de vinilo
con uno o más monómeros capaces de copolimerizarse con el
10 cloruro de vinilo, o por injerto de cloruro de vinilo, a un
polímero adecuado. Los monómeros capaces de copolimerización
con cloruro de vinilo incluyen monómeros de vinilo o vinili-
deno tales como etileno, propileno, acetato de vinilo, esti-
reno, acrilonitrilo y cloruro de vinilideno.

15 La post-cloración del polímero de cloruro de vi-
nilo puede llevarse a cabo según los métodos conocidos en la
técnica. Por ejemplo puede realizarse por el método de clora-
ción en suspensión en el cual se suspende un polímero de clo-
ruro de vinilo en una solución acuosa en una vasija cerrada
20 provista de agitador. El oxígeno de la vasija se reemplaza
por gas inerte y después se introduce cloro en la suspensión
mientras que la suspensión es irradiada con rayos ultraviole-
ta. Alternativamente, la reacción de cloración puede llevar-
se a cabo por un método de cloración en solución en el cual
se disuelve el polímero en un medio que contiene un disol-
25 vente para el polímero, siendo el disolvente un compuesto or-
gánico halogenado tal como cloroformo o tetracloruro de car-
bono, introduciéndose cloro en la solución para llevar a ca-
bo la reacción de cloración mientras que está disuelto el po-
límero en el disolvente. Además, la cloración puede llevarse
30 a cabo por un método de cloración en fase gaseosa en el que

1 se fluidiza un polímero en polvo de cloruro de vinilo en cloro gaseoso o una mezcla gaseosa de cloro y aire, mientras se irradia el polímero clorado con rayos ultravioleta.

5 El polímero clorado de cloruro de vinilo así obtenido es preferiblemente un polvo blanco que tiene un tamaño medio de partícula de aproximadamente 100 micras y un grado de polimerización medio, o grado de polimerización entre 100 y 2000. Si el polímero clorado tiene un grado de polimerización medio menor que 100 no presenta buenas propiedades físicas y si tiene un grado de polimerización medio superior a 2000 es difícil de conseguir el estado de espuma debido a una viscosidad muy elevada cuando está fundido. Más preferiblemente, el polímero clorado tiene un grado medio de polimerización entre aproximadamente 300 y 1000.

15 Se requiere que el polímero clorado de cloruro de vinilo empleado según la presente invención tenga un contenido en cloro de más de aproximadamente un 60% en peso. Cuando el polímero clorado tiene tal contenido en cloro, se puede obtener un producto despues de la obtención de la espuma que tiene celdillas finas y uniformes. En general, cuando 20 el polímero clorado tiene un elevado contenido en cloro, el polímero mejora progresivamente así en resistencia al calor como en su propiedad de formación de espuma. Por otra parte, si el contenido en cloro es demasiado grande, es difícil 25 calentar y fundir el polímero. Adicionalmente, se requiere un largo periodo de tiempo para clorar el polímero. No es económico por tanto emplear un polímero que tenga un elevado contenido en cloro. Según esto, se emplea típicamente un polímero clorado que tenga un contenido en cloro de menos que 30 75% aproximadamente en peso. Entre ellos, se emplea preferi-

1 blemente un polímero que tenga un contenido en cloro entre
aproximadamente 65 y 72% en peso.

5 Los alcoholes que contienen de 1 a 5 átomos de
carbono se emplean como agentes de espuma según la invención.
Se incluyen, por ejemplo, alcoholes monohidroxílicos tales
como alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol propílico, al
cohol isopropílico, alcohol butílico, alcohol sec-butílico,
alcohol terc-butílico, alcohol isobutílico, alcohol amílico,
alcohol sec-amílico, alcohol terc-amílico, alcohol isoamíli-
10 co, 2-metil-1-butanol, y 3-metil-2-butanol. Entre estos al-
coholes se prefiere el alcohol etílico. Los alcoholes se pue-
den utilizar solos o en forma de mezclas. Los alcoholes pue-
den actuar como agentes de reblandecimiento para el polímero.
Los alcoholes de más de seis átomos de carbono generalmente
15 tienen puntos de ebullición altos y tienden a permanecer en
las espumas de los polímeros en grandes cantidades, y no son
adecuados, por lo tanto, para preparar espumas de polímeros
que tengan celdillas finas y uniformes.

20 El agente de espuma se emplea en cantidades de
aproximadamente entre 1 a 50 partes en peso por 100 partes
en peso de polímero clorado de cloruro de vinilo. Si se em-
plea el agente de espuma en una cantidad menor que aproxima-
damente 1 parte en peso, no da una acción espumante suficien-
te. Si el agente espumante se emplea en una cantidad supe-
25 rior a 50 partes en peso aproximadamente, no se obtiene una
espuma de polímero que tenga una buena resistencia al calor
debido a que el agente de formación de espuma no se elimina
por completo por evaporación y permanece en la espuma en
gran cantidad. El agente de espuma se emplea preferiblemente
30 en una cantidad entre 5 a 20 partes en peso.

1
5
10
15
20
25
30

Se pueden incorporar diversos aditivos al polímero en adición al agente de espuma. Por ejemplo pueden incorporarse conocidos agentes de nucleación al polímero con objeto de producir celdillas uniformes. Como agentes de nucleación se pueden emplear polvos finos de carbonato cálcico, sulfato cálcico, sílice y arcillas refractarias. Los agentes de nucleación se emplean preferiblemente en una cantidad entre aproximadamente 5 a 50 partes en peso por 100 partes en peso de polímero clorado de cloruro de vinilo y más preferiblemente en una cantidad entre 10 a 20 partes en peso. Si se utiliza el agente de nucleación en una cantidad grande da lugar a que aparezca una espuma polímera quebradiza y por el contrario si el agente de nucleación se emplea en pequeña cantidad, no se produce efecto perceptible.

Cuando se calienta el polímero clorado impregnado con el agente de espuma en un molde cerrado como se describe despues, no se requiere utilizar ni estabilizador ni lubricante, debido a que el agente de espuma, es decir, el alcohol de 1 a 5 carbonos, actúa como un estabilizador térmico para el polímero y puede obtenerse un artículo de espuma blanca. En contraste con esto, si se utiliza un hidrocarburo halogenado como agente de espuma, el artículo de espuma tendrá color amarillo si no se emplea estabilizador. Ha de hacerse notar, sin embargo, que cuando el polímero clorado impregnado con un agente de espuma, según la presente invención, se somete en un aparato de extrusión a la operación de formar espuma, se necesita largo tiempo para calentar el polímero y se utiliza preferiblemente un termoestabilizador. Se pueden utilizar los estabilizadores y lubricantes convencionales tales como, por ejemplo, sulfato dibásico de plomo

1 y laurato de dibutilestaño.

5 También pueden añadirse otras sustancias a los polímeros que incluyen pigmentos, fibra de vidrio, y resinas distintas que el polímero clorado de cloruro de vinilo tal como por ejemplo copolímeros de metacrilato de metilo-butadieno-estireno, copolímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno y similares. Si estos otros aditivos se incorporan en cantidades muy grandes, tienden a evitar que la resina forme espuma. Así se incorporan preferiblemente en una cantidad en
10 tre aproximadamente 5 a 30 partes en peso sobre 100 partes en peso del polímero clorado.

15 Se pueden emplear diversos métodos conocidos para impregnar el polímero clorado de cloruro de vinilo en forma de polvo con el agente de espuma. Por ejemplo, el agente de espuma puede mezclarse con un polvo o con grageas del polímero clorado de cloruro de vinilo en condiciones ordinarias, es decir, a temperatura y presión ambientes, y la mezcla resultante se coloca en una vasija cerrada a la temperatura ordinaria durante un periodo suficiente para impregnar
20 el polímero con el agente de espuma. Un segundo método es introducir el polvo o las grageas en un aparato de extrusión donde se calientan y se amasan en presencia de un agente de espuma para impregnar el polímero. Un tercer método consiste en mezclar el agente de espuma con polvo o grageas del polímero clorado a la temperatura ordinaria y calentar la mezcla
25 resultante a presión en un recipiente cerrado. Entre estos métodos, el primer método mencionado es más ventajoso desde un punto de vista económico. El polímero clorado puede impregnarse fácilmente como los alcoholes incluso a presión y
30 temperatura ordinarias, debido a que los alcoholes son menos

1 volátiles en comparación con los agentes de espuma conocidos.

5 Para transformar en espuma el polímero clorado de cloruro de vinilo que contiene el agente de espuma, se coloca el polímero, por ejemplo, en un molde cerrado, y se calienta y se prensa o comprime, a una temperatura a la cual el polímero funde o comienza a fundirse junto, por ejemplo, a una temperatura entre 160 y 210°C durante varios minutos. El prensado ayuda a la fusión mutua de las partículas de polímero y subsiguientemente a la formación de una espuma de polímero integral. Por lo tanto, cuando se abre el molde, bien gradualmente o de repente, se obtiene una espuma de polímero que tiene finas células cerradas.

15 Alternativamente, puede prepararse la espuma de polímero por extrusión continua del polímero que contiene el agente de espuma en un aparato de extrusión. En este caso, el extrusor se ajusta preferiblemente de tal manera que se mantenga la vecindad de la tolva a baja temperatura preferiblemente inferior a 50°C, que la porción delantera del cilindro de extrusión se mantenga a temperatura más alta, preferiblemente de entre aproximadamente 100 y 150°C, y la matriz se mantenga a una temperatura entre aproximadamente 130 y 200°C. Ajustando la temperatura de esta manera, se puede obtener de modo continuo una espuma de polímero que tenga 20 numerosas células cerradas, uniformes, finas. El polímero clorado de cloruro de vinilo puede impregnarse con el agente de espuma de antemano o puede impregnarse en la posición deseada del extrusor.

30 La espuma del polímero clorado de cloruro de vinilo obtenida según la presente invención, es excelente en

1 cuanto a resistencia al calor, no inflamabilidad y propieda-
des aislantes. Además, según la presente invención, la espu-
ma de polímero puede obtenerse en forma económica.

5 El método de la presente invención puede compren-
derse en forma más completa en relación a los ejemplos ope-
rativos que se dan a continuación en los cuales las espumas
preparadas según el método de la invención se comparan con
10 las espumas obtenidas según los métodos conocidos. En los
ejemplos se dan todas las partes en peso a menos que se espe-
cifique otra cosa. Las relaciones de contracción, relaciones
de disolvente remanente y grados medios de polimerización se
miden según se describe a continuación:

(1) Relación de contracción

15 Se corta una probeta de 10 mm de anchura y 100
mm de longitud de una espuma de polímero de 5 mm de espe-
sor. La probeta se coloca en un termostato a 20°C durante
tres horas, despues de las cuales se mide la longitud por
medio de un calibre pie de rey. Este valor es la longitud
antes de la calefacción. Se calienta entonces la probeta du-
20 rante tres horas en un termostato en el cual el aire circu-
la a 120°C. Despues de enfriar durante tres horas en un ter-
mostato a 20°C, se mide de nuevo la longitud. Este valor es
la longitud después de la calefacción. La relación de con-
tracción se calcula por la siguiente fórmula:

25

$$\text{Relación de} \quad = \frac{(\text{longitud antes de}) - (\text{longitud des-}}{\text{contracción (\%)}} \quad \frac{\text{la calefacción)} - (\text{pues de calef.}}{\text{(longitud antes de la)}} \times 100$$

calefacción)

30 Generalmente, a inferior contenido en cloro del polímero
clorado de cloruro de vinilo, más alta relación de contrac-
ción.

1

(2) Relación de remanente del disolvente

5

10

Se corta una probeta de 100 mm x 100 mm de un panel de espuma de 5 mm de espesor inmediatamente después de haber preparado la espuma. Se coloca la probeta durante 3 horas en un termostato a 20°C y se pesa después de esto. Este valor es el peso antes de la volatilización. Después se calienta la probeta durante 12 horas en un termostato por el que circula aire caliente a 140°C, después de lo cual se enfría la probeta durante 3 horas en un termostato a 20°C. La probeta enfriada se pesa entonces para obtener el peso después de su volatilización. La relación de disolvente remanente se calcula por la siguiente fórmula:

15

$$\text{Relación del disolvente remanente (\%)} = \frac{(\text{peso anterior a la volatilización}) - (\text{peso después de la volatilización})}{(\text{peso antes de la volatilización})} \times 100$$

20

(3) Grado medio de polimerización

El grado medio de polimerización se mide por el método de JIS K-6721 (Japanese Industrial Standard).

EJEMPLO I

25

30

(a) Se introducen 45 kg de cloruro polivinílico en polvo que tiene un grado medio de polimerización de 1000 y un tamaño medio de partícula de 200 μ y 180 kg de agua pura en una vasija de reacción forrada de vidrio que tiene una capacidad de 300 litros y que está provista de una camisa y agitador que gira a 300 rpm. para obtener una suspensión en la vasija. Se introduce gas nitrógeno en la vasija para reemplazar el aire en la vasija mientras gira el agitador. Durante este tiempo, se pasa agua caliente a través de la

1 camisa para mantener el interior de la vasija a 50°C. Enton-
ces se introduce gas cloro en la suspensión para saturar la
suspensión. Después de esto, se irradia la suspensión con ra-
5 yos ultravioletas para que tenga lugar la reacción de clora-
ción. Entre tanto se ajusta la cantidad de cloro introduci-
da en la vasija de manera que la suspensión esté siempre sa-
turada de cloro y se descarga de la vasija una decima de la
cantidad del cloro introducido. Después que se ha realizado
la reacción de cloración durante 16 horas, el cloruro de po-
10 livinilo tiene un contenido en cloro de 70% en peso. Se de-
tienen entonces la irradiación de rayos ultravioleta y la
introducción de gas cloro y después se introduce gas nitróge-
no en la vasija para reemplazar el gas cloro. Se filtra en-
tonces la suspensión y se diluye con agua el cloruro de hi-
15 drógeno formado en la suspensión y después se neutraliza por
adición de una solución acuosa diluida de hidróxido sódico.
La porción de sólidos se aísla de la suspensión por centri-
fugación, se lava con agua, se deshidrata y se seca para ob-
tener un cloruro de polivinilo clorado que tiene un grado
20 medio de polimerización de 620.

(b) Se añaden 10 partes de carbonato cálcico y
10 partes de alcohol etílico a 100 partes del cloruro de
polivinilo clorado obtenido en (a) y la mezcla resultante se
mezcla cuidadosamente. Se colocan 30 g de la mezcla resul-
25 tante en una cavidad del molde cuyas dimensiones son: 50 mm
x 50 mm x 1 mm (espesor). Se calienta el molde a la tempera-
tura de 180°C durante 3 minutos a una presión de 100 kg/cm²
(manométrica). Inmediatamente después se rebaja repentina-
mente la presión obteniéndose una espuma polimérica blanca
30 que tiene una densidad de 0,056 g/cc y finas células unifor

1 mes que no se comunican unas con otras, es decir, células
cerradas. La espuma tiene una relación de disolvente remanen
te de 0,73% y una relación de contracción de 0,30%.

EJEMPLO COMPARATIVO I

5 En este ejemplo se emplea el cloruro de polivi-
nilo clorado obtenido en el Ejemplo I (a). Para obtener la
espuma de cloruro de polivinilo clorado, se llevan a cabo
las mismas operaciones que en el Ejemplo I (b), con la ex-
cepción de que se usan 10 partes de dicloroetileno como agen
10 te de espuma en lugar de 10 partes de alcohol etílico. Como
resultado, se obtiene una espuma polimérica que tiene una
densidad de 0,350 g/cc y color amarillento, La espuma tiene
una relación de disolvente remanente de 4,00% y una relación
de contracción de 1,50%.

15 EJEMPLO COMPARATIVO II

Se utiliza el cloruro de polivinilo clorado ob-
tenido en el Ejemplo I (a) sin posterior tratamiento. Para
obtener la espuma de cloruro de polivinilo clorado, se lle-
van a cabo las mismas operaciones que en el Ejemplo I (b),
20 con la excepción de que se emplean 10 partes de tricloromo-
nofluormetano como agente de espuma en lugar de 10 partes
de alcohol etílico. Como resultado se obtiene una espuma de
polímero que tiene una densidad de 0,1 g/cc y un color ama-
rillento. La espuma tiene una relación de disolvente rema-
nente de 3,5% y una relación de contracción de 1,3%.

25 De los resultados señalados antes se deduce que
la espuma obtenida según la presente invención tiene una re-
lación de contracción inferior y una relación de disolvente
remanente inferior a la correspondiente espuma obtenida se-
30 gún los métodos convencionales. Adicionalmente se determina

1 también que la espuma obtenida según la presente invención
no se colorea ni se deteriora su estabilidad térmica en com-
paración con las espumas obtenidas según los métodos conven-
5 cionales.

5 EJEMPLO II

En este ejemplo se emplea el cloruro de polivi-
nilo clorado obtenido en el Ejemplo I (a) como resina de ma-
terial de partida sin ningún tratamiento posterior. Para ob-
tener la espuma del cloruro de polivinilo clorado, se lle-
van a cabo las mismas operaciones que en el Ejemplo I (b),
10 con la excepción de que se emplean 10 partes de alcohol me-
tílico como agente de espuma en lugar de 10 partes de alco-
hol etílico. Como resultado se obtiene un artículo de espu-
ma que tiene una densidad de 0,093 g/cc. El artículo de es-
puma tiene una relación de disolvente remanente de 0,75% y
15 una relación de contracción de 0,24%.

EJEMPLO III

Empleando el cloruro de polivinilo clorado ob-
tenido en el Ejemplo I (a), se realizan operaciones idénti-
cas a las del Ejemplo I (b), con la excepción de que se uti-
lizan 10 partes de alcohol amílico en lugar de 10 partes de
20 alcohol etílico. Como resultado, se obtiene un artículo de
espuma con una densidad de 0,531 g/cc. El artículo de espu-
ma tiene una relación de disolvente remanente de 1,50% y una
relación de contracción de 0,90%.

EJEMPLO IV

(a) Se obtiene cloruro de polivinilo clorado
que tiene un grado medio de polimerización de 150 y un con-
tenido en cloro de 75% en peso llevando a cabo una reacción
de cloración en la misma forma que en el Ejemplo I (a) con
30

1 la excepción de que el tiempo de reacción es de 50 horas.

(b) El cloruro de polivinilo clorado obtenido en (a) se lleva a la forma de espuma de la misma forma que en el Ejemplo I (b) para obtener un artículo de espuma. El artículo de espuma tiene una densidad de 0,263 g/cc, una relación de disolvente remanente de 0,96% y una relación de contracción de 0,47%.

EJEMPLO V

10 (a) Se obtiene cloruro de polivinilo clorado que tiene un grado medio de polimerización de 370 y un contenido en cloro de 73% en peso llevando a cabo una reacción de cloración de la misma forma que en el Ejemplo I (a) con la excepción de que el tiempo de reacción es de 30 horas.

15 (b) El cloruro de polivinilo clorado obtenido en (a) se lleva a la forma de espuma de la misma forma que en el Ejemplo I (b) para obtener un artículo de espuma que tiene una densidad de 0,130 g/cc, una relación de disolvente remanente de 0,81% y una relación de contracción de 0,47%.

EJEMPLO VI

20 (a) Se obtiene un cloruro de polivinilo clorado con un grado medio de polimerización de 740 y un contenido en cloro de 67% en peso realizando la reacción de cloración de la misma forma que en el Ejemplo I (a), con la excepción de que el tiempo de reacción es de 10 horas.

25 (b) El cloruro de polivinilo clorado de (a) se lleva a la forma de espuma de la misma manera que en el Ejemplo I (b) para obtener un artículo de espuma. El artículo de espuma tiene una densidad de 0,036 g/cc una relación de disolvente remanente de 0,85% y una relación de contracción de 0,30%.

30

EJEMPLO VII

1 (a) Se obtiene un cloruro de polivinilo clorado
que tiene un grado medio de polimerización de 860 y un con-
tenido en cloro de 64% llevando a cabo una reacción de clo-
5 ración tal como se describe en el Ejemplo I (a) pero emplean-
do un tiempo de reacción de 6 horas.

(b) El cloruro de polivinilo clorado obtenido en
(a) se lleva a la forma de espuma de la misma manera que en
el Ejemplo I (b) para obtener un artículo de espuma que tie-
10 ne una densidad de 1,104 g/cc, una relación de disolvente re-
manente de 0,80% y una relación de contracción de 0,56%.

EJEMPLO VIII

(a) Se obtiene cloruro de polivinilo clorado por
realización de la reacción de cloración del Ejemplo I (a),
15 pero empleando un tiempo de reacción de 3 horas. El cloruro
de polivinilo clorado tiene un grado medio de polimerización
de 950 y un contenido en cloro de un 60%.

(b) El cloruro de polivinilo clorado se lleva a
la forma de espuma a la manera del Ejemplo I (b) para obte-
20 ner un artículo de espuma. El artículo de espuma tiene una
densidad de 1,112 g/cc, una relación de disolvente remanente
de 0,93% y una relación de contracción de 2%.

EJEMPLO COMPARATIVO III

25 Empleando un cloruro de polivinilo no clorado
que tiene un grado medio de polimerización de 1000, se inten-
ta obtener un panel de espuma según el método descrito en el
Ejemplo I (b). El panel de espuma sin embargo no tiene apa-
riencia de tal espuma. El panel tiene una densidad de 1,3
30 g/cc, una relación de disolvente remanente de 0,98% y una re-
lación de contracción de 3%.

1 Resumiendo los anteriores resultados, se confir-
ma que puede obtenerse un artículo de espuma de excelente
calidad cuando se lleva a la forma de espuma un cloruro de
polivinilo clorado que tiene un contenido en cloro de entre
5 aproximadamente 60 y 75% según el método de la presente in-
vención. No puede obtenerse sin embargo un artículo de espu-
ma de calidad excelente con un cloruro de polivinilo que no
se clore posteriormente.

EJEMPLO IX

10 (a) Empleando un copolímero de propileno y clo-
ruro de vinilo (contenido en propileno de un 3% en peso,
grado medio de polimerización 500) en lugar de cloruro de po-
livinilo como material de partida, se lleva a cabo una reac-
ción de cloración durante 10 horas de la misma manera que se
15 describe en el Ejemplo I (a) para obtener un copolímero clo-
rado de propileno y cloruro de vinilo que tiene un grado me-
dio de polimerización de 350 y un contenido en cloro de 66%.

 (b) Se lleva a la forma de espuma el copolímero
clorado de propileno y cloruro de vinilo de (a) de la misma
20 manera que en el Ejemplo I (b) para obtener un artículo de
espuma. El artículo de espuma tiene una densidad de 0,363
g/cc, una relación de disolvente remanente de 0,85% y una
relación de contracción de 0.43%.

 De estos resultados se confirma que un copolíme-
ro clorado puede también llevarse a la forma de espuma para
25 producir un artículo de espuma de excelente calidad según el
método de la presente invención.

EJEMPLO X

 A 100 partes de cloruro de polivinilo clorado
30 obtenido en el Ejemplo I (a) se añaden 10 partes de un copo-

1 límero de metacrilato de metilo, butadieno y estireno (Mar-
ca registrada Kureha BTA III-N), 10 partes de carbonato cálcico en polvo y 10 partes de alcohol etílico para formar una
mezcla, la cual se mezcla cuidadosamente. La mezcla se lleva
5 a la forma de espuma a la manera del Ejemplo I (b) para obtener un artículo de espuma. El artículo de espuma tiene una densidad de 0,636 g/cc, una relación de disolvente remanente de 0,79% y una relación de contracción de 0,40%.

De estos resultados se confirma que un polímero
10 de cloruro de vinilo clorado puede transformarse en espuma según el método de la presente invención para producir un artículo de espuma de excelente calidad incluso cuando se añaden aditivos, tales como el copolímero señalado antes, al polímero clorado.

15 EJEMPLO XI

A 100 partes del cloruro de polivinilo clorado
obtenido en el Ejemplo I (b) se añaden 10 partes de carbonato cálcico en polvo, 10 partes de alcohol etílico, 3 partes
de maleato de dibutilestano y un lubricante polímero (Nombre registrado Wax O P) para formar una mezcla. El conjunto
20 se mezcla cuidadosamente y se introduce entonces en un extrusor que tiene una relación longitud a diámetro de 20 y una relación de compresión de 3. Se lleva a cabo la extrusión de la mezcla a través de una matriz montada sobre el extrusor para formar una varilla de un diámetro de 8 mm. El extrusor se ajusta de manera que se mantenga el orificio de
25 alimentación a 40°C y que se eleve progresivamente la temperatura a lo largo del extrusor en la dirección de la matriz siendo mantenida la matriz a 170°C. Como resultado se obtiene un artículo de espuma que tiene una densidad de 0,06 g/cc,

30

1 una relación de disolvente residual de 0,71% y una relación
de contracción de 0,3%.

De los anteriores resultados, se confirma que el
método según la presente invención se puede llevar a cabo
5 adecuadamente por medio de un extrusor.

EJEMPLO XII

Se añade 1 parte de alcohol etílico a 100 partes
de cloruro de polivinilo clorado obtenido en el Ejemplo I
(a) y el conjunto resultante se mezcla cuidadosamente. Se
10 lleva la mezcla a la forma de espuma de la misma manera que
en el Ejemplo I (b) para obtener un artículo de espuma. El
artículo de espuma tiene una densidad de 0,80 g/cc, una re-
lación de disolvente residual de 0,10% y una relación de con-
tracción de 0,1%.

15

EJEMPLO XIII

Se añaden 50 partes de alcohol etílico a 100 par-
tes del cloruro de polivinilo clorado obtenido en el Ejem-
plo I (a) para formar un artículo de espuma. El artículo de
espuma tiene una densidad de 0,040 g/cc, una relación de di-
20 solvente remanente de 1,03% y una relación de contracción de
0,42%.

25

De los resultados de los Ejemplos XII y XIII se
confirma que un artículo de espuma de excelente calidad se
puede obtener según el método de la presente invención mien-
tras el alcohol esté contenido en el polímero clorado en una
cantidad de 1 a 50 por 100 partes de polímero.

En resumen, la Patente de Invención que se soli-
cita, deberá recaer sobre las siguientes

30

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar una espuma de un po-

1 límero clorado de cloruro de vinilo que comprende la impreg-
nación del polímero de cloruro de vinilo clorado con 1 a 50
partes en peso por 100 partes en peso del polímero clorado
de un alcohol que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, teniendo
5 dicho polímero clorado un contenido en cloro de 60 a 75% en
peso; y calentando el polímero clorado impregnado a una tem-
peratura y durante un tiempo suficientes para originar la es-
puma.

10 2. Un método, según la reivindicación 1, donde
el polímero clorado de cloruro de vinilo tiene un contenido
en cloro de 65 a 72% en peso.

3. Un método, según la reivindicación 1, donde
el alcohol se emplea en una cantidad de 5 a 20 partes en pe-
so por 100 partes en peso del polímero.

15 4. Un método, según la reivindicación 1, donde
el polímero clorado de cloruro de vinilo tiene un grado me-
dio de polimerización de 300 a 1000.

5. Un método, según la reivindicación 1, donde
el alcohol es alcohol etílico.

20 6. Un método, según la reivindicación 1, donde
el alcohol es alcohol metílico.

7. Un método, según la reivindicación 1, donde
el polímero clorado de cloruro de vinilo es homopolímero de
cloruro de polivinilo clorado.

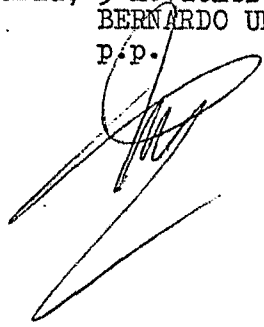
25 8. Un método, según la reivindicación 1, donde
el polímero clorado de cloruro de vinilo es un copolímero
clorado de cloruro de vinilo y propileno.

30 9. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN METODO PARA PREPARAR UNA ESFUMA DE UN POLIMERO CLORADO

1 DE CLORURO DE VINILO.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintidos paginas mecanografiadas.

5 Madrid, 5 noviembre 1.976
BERNARDO UNGRIA
P.P.



10

15

20

25

30