

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 571 684**

51 Int. Cl.:

**C08J 9/00** (2006.01)

**C08J 9/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.09.2009 E 09815088 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.02.2016 EP 2334718**

54 Título: **Promotores de espumas de poli(cloruro de vinilo)**

30 Prioridad:

**18.09.2008 US 97961 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**26.05.2016**

73 Titular/es:

**PMC ORGANOMETALLIX, INC. (100.0%)  
1288 Route 73 South, Suite 401  
Mt. Laurel NJ 08054, US**

72 Inventor/es:

**LAVALLEE, PAUL R.**

74 Agente/Representante:

**PONS ARIÑO, Ángel**

**ES 2 571 684 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Promotores de espumas de poli(cloruro de vinilo)

### Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a la preparación de polímeros de cloruro de vinilo celulares. Se refiere más particularmente a ciertos compuestos de estaño que son activadores superiores para agentes de soplado empleados en la preparación de polímeros de cloruro de vinilo celulares.

### Antecedentes de la invención

Una utilidad importante para las resinas de cloruro de vinilo es en la preparación de artículos espumados rígidos. Los artículos se fabrican por métodos conocidos, tales como extrusión de una mezcla de la resina y aditivos con un agente de soplado químico adecuado y elección de la temperatura de procesamiento de tal modo que esté por encima de la temperatura de descomposición del agente de soplado. Las burbujas de gas desprendidas por el agente de soplado son atrapadas dentro de la resina fundida, formando de este modo una estructura celular que son artículos comercialmente útiles, tales como tuberías, moldes decorativos, molduras y enlucidos estructurales. Usualmente, el polímero se funde a una temperatura entre 150° y 200 °C, y es necesario incluir un estabilizador en la formulación con el fin de eliminar o al menos minimizar la decoloración inducida por calor del polímero de cloruro de vinilo que se produciría de lo contrario a estas temperaturas. También, cuando la temperatura de descomposición del agente de soplado está muy por encima de la temperatura de procesamiento, se emplean activadores para acelerar la descomposición del agente de soplado y/o disminuir la temperatura de descomposición del agente de soplado. La combinación de un agente de soplado y un activador aumenta tanto el grado como la velocidad de descomposición del agente de soplado, y potencialmente la ventana de proceso de la descomposición. El mayor volumen resultante del gas generado es deseable, dado que reduce la cantidad de agente de soplado requerida, o puede dar como resultado una espuma de menor densidad a niveles de uso de agente de soplado similares.

Se sabe que diversos compuestos de organoestaño, particularmente derivados de dibutilestaño de ésteres de ácido mercaptocarboxílico, comunicarán niveles útiles de estabilidad al calor a los polímeros de cloruro de vinilo. Se sabe también que los cloruros de organoestaño funcionan bien por sí mismos o en combinación con carboxilatos de organoestaño como activadores para agentes de soplado típicos tales como azodicarbonamidas, 5-feniltetrazol, y bencenosulfonilhidrazida. La patente de EE.UU. 5 821 274 describe un procedimiento para la preparación de artículos de PVC espumados calentando PVC en presencia de un agente de soplado y un sistema activador que comprende un complejo de óxido de diorganoestaño.

### 30 Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere al uso de ciertos compuestos de estaño como activadores para agentes de soplado empleados en la preparación de polímeros de cloruro de vinilo celulares. Los activadores de la presente invención disminuyen eficazmente la temperatura de descomposición del agente de soplado y aumentan la velocidad de descomposición del agente de soplado, aumentando de este modo el efecto del agente de soplado, lo que podría ser evidenciado por un grosor de la espuma aumentado y una gravedad específica de la espuma disminuida. Los compuestos de estaño activadores de la presente invención también pueden reemplazar, aumentar o reducir la necesidad de aditivos usados habitualmente tales como ZnO y oxibisbencenosulfonilhidrazida (OBSh). ZnO y OBSh que son añadidos a menudo para disminuir la temperatura de activación de agentes de soplado exotérmicos. Los compuestos de estaño de la presente invención también pueden servir como estabilizador en sintonía con o en lugar de otros estabilizadores en la composición polimérica de cloruro de vinilo celular. Cuando los compuestos de estaño van a servir a un propósito "dual" de activador y estabilizador, se usaría típicamente una concentración más alta. Todos los porcentajes en la presente memoria son en peso, a menos que se especifique otra cosa.

Los polímeros de cloruro de vinilo se preparan a partir de monómeros que consisten en cloruro de vinilo solo o una mezcla de monómeros que comprenden, preferiblemente, al menos 70% en peso en base al peso total de monómero de cloruro de vinilo. Son ejemplificados por copolímeros de cloruro de vinilo con de 1 a 30% de un material etilénicamente insaturado copolimerizable tal como acetato de vinilo, butirato de vinilo, benzoato de vinilo, cloruro de vinilideno, fumarato de dietilo, maleato de dietilo, otros fumaratos y maleatos de alquilo, propionato de vinilo, acrilato de metilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de butilo y otros acrilatos de alquilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de butilo y otros metacrilatos de alquilo, alfa-cloroacrilato de metilo, estireno, tricloroetileno, éteres de vinilo tales como éter viniletílico, éter vinilcloroetilico y éter vinilfenílico, vinilcetonas tales como vinilmetilcetona y vinilfenilcetona, 1-fluoro-2-cloroetileno, acrilonitrilo, cloroacrilonitrilo, diacetato de alilideno y diacetato de cloroalilideno. Copolímeros típicos incluyen cloruro de vinilo-acetato de vinilo (96:4, vendido comercialmente como VYNW), cloruro de vinilo-acetato de vinilo (87:13), cloruro de vinilo-acetato de vinilo-anhidrido maleico (86:13:1), cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno (95:5); cloruro de vinilo-fumarato de dietilo (95:5), y cloruro de vinilo-acrilato de 2-etilhexilo (80:20).

Los polímeros de cloruro de vinilo constituyen la mayor parte de las composiciones de esta invención. Así, ascienden a entre 70% y 95% en peso del peso total de las composiciones no espumadas de esta invención.

5 El agente de soplado puede ser uno cualquiera de los usados habitualmente para espumar PVC, que incluyen azobisformamida (también conocida habitualmente como azodicarbonamida), 5-feniltetrazol, bencenosulfonilhidrazida, ácido cítrico, bicarbonato de sodio y mezclas de los mismos. La concentración del agente de soplado es típicamente de 0,1 a 5,0% o a 10,0% en peso de la composición total antes de la formación de espuma.

10 El activador de agentes de soplado de la presente invención comprende un compuesto de estaño según la reivindicación 1. El activador ayuda al agente de soplado que contiene nitrógeno, que contiene dióxido de carbono, y de otro tipo de descomposición, a descomponerse más rápido y generar más gases. El activador disminuye la temperatura para la descomposición del agente de soplado, así como proporciona una descomposición más completa del agente de soplado. El efecto del activador de agentes de soplado es independiente de si se añade al polímero de cloruro de vinilo como solución acuosa, como parte de un paquete de estabilizadores, como parte de un paquete de lubricantes, o como parte de un paquete de aditivos. Se pueden usar diversas técnicas de moldeo y extrusión convencionales para formar los polímeros de cloruro de vinilo celulares rígidos de esta invención en tuberías o cualquier otro perfil deseado o una lámina.

15 Los activadores se seleccionan de óxido de dibutilestaño y el producto de reacción de anhídrido maleico, alcohol estearílico, agua y óxido de dibutilestaño y mezclas de los mismos. El activador puede ser incluido en cualquier cantidad útil para provocar la activación. De manera general, cuando sirve sólo como activador, se puede incluir de 0,001 a 5% en peso de activador en la composición de agente de soplado químico que comprende el agente de soplado químico y el activador del agente de soplado. Sin embargo, cuando sirve como una combinación de estabilizador y activador, el activador se puede usar en concentraciones de 0,01% en peso a 10% en peso de la composición de agente de soplado. La composición de agente de soplado se puede usar en concentraciones de 0,1 a 10% de la proporción del compuesto de PVC global. Alternativamente, el activador/estabilizador puede ser combinado directamente con el compuesto de PVC en concentraciones de 0,1-10,0 phr de resina de PVC, típicamente en el intervalo 2-3 phr. Las partículas del activador pueden oscilar en tamaño de 5 micrómetros a 500 micrómetros, siendo preferido un intervalo de tamaños de partícula de 10 a 100.

20 Se puede preparar un material de maleato de estaño ilustrativo por medio de la reacción de alcohol estearílico y un exceso estequiométrico de anhídrido maleico. Después, el producto de reacción se hace reaccionar con un exceso estequiométrico de óxido de dibutilestaño para proporcionar un producto de reacción que contiene, en parte, materiales de maleato de estaño, que se pueden usar sin procesamiento adicional.

30 Las composiciones de espuma polimérica de cloruro de vinilo incluyen típicamente un estabilizador en las composiciones no espumadas de 0,1 a 10% en peso. Se pueden incorporar en las composiciones por mezcla en un molino o mezclador apropiado, o por cualquiera de los otros métodos bien conocidos que proporcionan la distribución uniforme de los estabilizadores en toda la composición.

35 Además de las composiciones de agente de soplado y activador, las composiciones poliméricas de cloruro de vinilo de la presente invención pueden contener aditivos con el fin de aumentar la resistencia a la oxidación, el retardo de llama y la resistencia al impacto del polímero. También pueden estar presentes pigmentos, cargas, tintes, agentes absorbentes de la luz ultravioleta y similares. También pueden estar presentes auxiliares de procesamiento convencionales tales como lubricantes y resinas acrílicas.

40 Las resinas acrílicas se emplean en composiciones de espuma polimérica de cloruro de vinilo como auxiliares de procesamiento para mejorar la elasticidad y resistencia en estado fundido y para impedir el colapso de la estructura celular durante el procesamiento. La cantidad de la resina acrílica puede variar de 2 a 18 partes por cien partes del polímero de cloruro de vinilo. El peso molecular de la resina acrílica puede estar en el intervalo de 300.000 a 7.500.000, pero se prefieren las que tienen los pesos moleculares más altos; las resinas que tienen un peso molecular de 3.000.000 y más son particularmente preferidas. Se pueden usar antioxidantes en las composiciones de espuma polimérica de cloruro de vinilo de la presente invención. Los antioxidantes típicos incluyen fenoles, particularmente aquellos en donde las posiciones adyacentes al átomo de carbono que lleva el radical hidroxilo contienen radicales alquilo como sustituyentes. Se prefieren los fenoles en los que este radical alquilo es estéricamente voluminoso, p.ej. un radical butilo terciario.

50 También se puede incluir en las composiciones de espuma polimérica de cloruro de vinilo de la presente invención una pequeña cantidad, usualmente no más que 0,3%, de un agente de liberación de metales, tal como un polietileno oxidado.

55 Se puede incluir un auxiliar de procesamiento de alto peso molecular en la composición espumable. Los auxiliares de procesamiento de alto peso molecular se usan para proporcionar elasticidad en estado fundido o resistencia en estado fundido al fundido polimérico formado dentro del extrusor, y una alta integridad de las paredes de las celdas de la espuma durante la extrusión. Los auxiliares de procesamiento de alto peso molecular pueden ser auxiliares de procesamiento acrílicos o copolímeros de estireno y acrilonitrilo. Auxiliares de procesamiento de alto peso molecular adecuados incluyen los auxiliares de procesamiento de alto peso molecular conocidos en la técnica. Los auxiliares de procesamiento acrílicos que se pueden usar en la presente invención incluyen homo- o copolímeros termoplásticos de poli(metacrilato de metilo) con pesos moleculares medios ponderales mayores que 1.000.000;

copolímeros duros, vítreos, de estireno y acrilonitrilo que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 60°C y una viscosidad en disolución diluida mayor que 1,5, medida en metiltilcetona a 4% de concentración. Copolímeros de estireno y un nitrilo insaturado que contienen más que 50% de dicho estireno y 10 a 40% de dicho nitrilo son ejemplos de los auxiliares de procesamiento de estireno acrilonitrilo. Preferiblemente se añaden 10 partes del copolímero de estireno acrilonitrilo a la composición por 100 partes de polímero PVC. Los ejemplos de auxiliares de procesamiento acrílicos adecuados incluyen poli(metacrilato de metilo). De manera general, se añaden de aproximadamente 2 a aproximadamente 20 partes del auxiliar de procesamiento acrílico por 100 partes de PVC.

La composición espumable incluye preferiblemente lubricantes o mezclas de lubricantes que son conocidos por los expertos en la técnica. Lubricantes adecuados incluyen por ejemplo diversos hidrocarburos tales como parafina; aceites de parafina; polietileno de bajo peso molecular; polietileno oxidado; ceras de amida, sales metálicas de ácidos grasos; ésteres de ácidos grasos tales como estearato de butilo; alcoholes grasos, tales como alcohol cetílico, estearílico u octadecílico; jabones metálicos tales como sales de calcio o cinc de ácido oleico; amidas grasas de ácidos orgánicos; ésteres de poliol tales como monoestearato de glicerol, diestearato de hexaglicerol y mezclas de los mismos. Ejemplos de posibles ácidos grasos para ser usados usar incluyen, pero no se limitan a, ácido esteárico y estearato de calcio. Ejemplos de amidas grasas de ácidos orgánicos incluyen estearamida y etilenbis-estearamida. Dado que se pueden combinar varios lubricantes en incontables variaciones, la cantidad total de lubricante puede variar de aplicación a aplicación. La optimización de la composición lubricante particular no está dentro del alcance de la presente invención, y puede ser determinada fácilmente por un experto habitual en la técnica. De manera general, se añaden de aproximadamente una a aproximadamente diez partes de lubricante a la composición espumable por cien partes de polímero PVC.

La composición espumable incluye preferiblemente un agente de liberación de metales. Un ejemplo de un agente de liberación de metales es un terpolímero de metacrilato de metilo, estireno y acrilato de butilo.

Preferiblemente se añaden al lubricante 2,0 partes de este terpolímero por 100 partes de polímero PVC.

Además, se pueden incluir en la composición espumable ingredientes potenciadores, útiles para potenciar el procesamiento del PVC o bien el producto de espuma de PVC. Estos incluyen por ejemplo, pero no se limitan a, pigmentos, tales como dióxido de titanio, negro de humo y óxido de hierro, cargas tales como carbonato de calcio, sílice, talco y similares, agentes de refuerzo tales como fibras de vidrio, y fibras de grafito o esferas de vidrio, otros auxiliares de procesamiento, modificadores del impacto, y polímeros de aleación y similares, antioxidantes, agentes antiestáticos. Estos ingredientes potenciadores se pueden añadir en una cantidad eficaz para el fin pretendido. La cantidad y uso estarían dentro del ámbito de un experto habitual en la técnica, y no forma parte de esta invención.

### Ejemplos

#### Ejemplos 1 (Referencia)

Se mezclaron formulaciones de espuma de PVC usando un mezclador de alta intensidad, después se enfriaron y se dejaron equilibrar totalmente a temperatura ambiente. Después las formulaciones se procesaron en un extrusor de doble husillo cónico Cincinnati Milacron que tenía una relación longitud a diámetro de 22/1 y que empleaba una boquilla de lámina forrada de 20,32 cm (8 pulgadas) de ancho. Se añadió agente de soplado químico granulado a la garganta de alimentación del extrusor mediante un alimentador gravimétrico calibrado. Desde la boquilla, el fundido de PVC se dejó expandir/espumar libremente, llamado habitualmente procedimiento de extrusión de "Espuma Libre". La Lámina de Espuma fue dirigida a través de tres rodillos enfriados, a fin de dar a la espuma una superficie de tipo piel. Desde ahí, la espuma se enfrió al aire mientras era dirigida sobre mesas de rodillos. Finalmente, la espuma alcanzó un tirador, hecho funcionar a una velocidad estática, seguido de una mesa de corte. La espuma se extruyó usando las condiciones indicadas en la Tabla 1.

TABLA 1

Zona de cañón (°C) (°F)	1	179,44 (355)
	2	179,44 (355)
	3	190,56 (375)
	4	190,56 (375)
Zonas de adaptador (°C) (°F)	1	183,33 (362)
	2	183,33 (362)
Zona de boquilla (°C) (°F)	3-bordes	182,22 (360)
	4-lado	182,22 (360)

## ES 2 571 684 T3

	5-centro	173,89 (345)
	6-lado	182,22 (360)
Aceite de husillos (°C) (°F)		179,44 (355)
Forro de la boquilla (°C) (°F)		176,67 (350)
RPM de husillos		25
Espacio de boquilla (cm) (pulgadas)		0,66 (0,260)
Temp. de pila de rodillos (°C) (°F)		35 (95)
Velocidad de línea (cm/min) (pie/min)		45,72 (1,5)

5 Las formulaciones ensayadas se enumeran en la Tabla 2. Dentro de cada grupo, las formulaciones son similares, con la excepción del activador y estabilizador. El ensayo ha mostrado que las concentraciones de estabilizador de estaño dentro del intervalo ensayado aquí no afectan estadísticamente a los parámetros clave medidos aquí, a saber, gravedad específica de la espuma y grosor de la lámina. Los resultados de la extrusión muestran que el estabilizador/activador de maleato de estaño y el activador de óxido de estaño tienen un efecto beneficioso sobre la gravedad específica y el grosor de la lámina.

TABLA 2

Formulación	Ejecución#	Grupo 1			Grupo 2			Grupo 3			Grupo 4		
		A	B	C	D	E	F	G	H	I			
PVC	Resina K=57	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	Estearato de calcio	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	1,30	1,30
Lubricantes	Cera 165MP	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	Polietileno oxidado	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
	Estabilizador de metilestano	3,00	-	-	-	3,00	-	-	-	-	-	-	200
	Estabilizador de butilestano	-	214	-	214	-	-	214	-	-	214	-	3,20
Estabilizador activador	Estab/Activ de maleato de estaño	-	-	3,00	-	-	-	-	-	3,00	-	-	-
	Activador de óxido de estaño	-	0,50	-	-	0,50	-	-	-	-	-	-	0,50
Acrílico	Aux. proces. acrílico de alto PM	10,00	10,00	10,00	7,00	7,00	7,00	7,00	10,00	7,00	10,00	7,00	7,00
	Aux. proces. acrílico de bajo PM	200	200	2,00	2,00	200	2,00	200	200	2,00	200	200	200
CaO08	tamaño partícula 0,7 um nominal	5,00	500	5,00	-	-	-	-	5,00	5,00	5,00	-	-
	tamaño partícula 0,07 um nominal	-	-	-	5,00	5,00	5,00	5,00	-	-	-	5,00	5,00
IlaimlJD0c8		4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
CBA granulado (phr nominal)	En línea	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,65	0,65	0,65	0,65
Resultados	Gravedad específica en agua (ASTMD792)	0,734	0,661	0,610	0,706	0,707	0,783	0,679	0,799	0,751	0,799	0,751	0,751
	Grosor de la lámina (pulgadas)	1,84 (0,724)	1,93 (0,762)	2,01 (0,791)	1,75 (0,691)	1,80 (0,708)	1,74 (0,687)	1,98 (0,781)	1,64 (0,646)	1,61 (0,633)	1,64 (0,646)	1,61 (0,633)	1,61 (0,633)

\* Temperatura de adición al mezclador de alta intensidad

Ejemplo 2 (Referencia)

El efecto de los activadores de estaño se ensayó por medio de un ensayo de producción de gas. El ensayo de producción de gas es un ensayo común dentro de la industria de los agentes de soplado químicos (CBA). Este se usa para medir la cantidad de gas desprendido por productos CBA y la temperatura a la que el gas empieza a desprenderse, denominada habitualmente temperatura de activación. En este ensayo, se mezclaron diferentes cargas de activadores de estaño con un agente de soplado químico exotérmico puro, azodicarbonamida (CAS#123-77-3). La muestra bien mezclada se colocó en un vial de muestras dentro de un analizador de producción de gas. Este equipo calentó el vial a una velocidad constante, mientras se monitorizaba continuamente la temperatura de la muestra y el desprendimiento de gas desde la muestra.

- 5
- 10 Como se muestra a continuación en la Tabla 3, cuando se comparan con el control, tanto el maleato de estaño como el óxido de estaño tienen un claro efecto sobre la reducción de la temperatura de activación del CBA.

TABLA 3

	<i>Composición</i>				
	<i>% Maleato de estaño</i>	<i>% Óxido de estaño</i>	<i>% Azo. pura</i>	<i>Temp. de activación</i>	
<i>Tamaño de partícula nominal</i>	<i>100 micrómetros</i>	<i>100-200 micrómetros</i>		<i>grados C</i>	<i>Delta vs. Control</i>
<b>Control</b>	<b>0%</b>		<b>100</b>	<b>204</b>	<b>N/D</b>
	0,5%		99,5%	187	(17)
	1,0%		99,0%	182	(22)
	5,0%		95,0%	183	(21)
	10,0%		90,0%	183	(21)
		0,5%	99,5%	170	(34)
		1,0%	99,0%	165	(39)
		5,0%	95,0%	165	(39)
		10,0%	90,0%	165	(39)
	5,0%	0,5%	90,0%	177	(27)

- 15 Este fenómeno también se observó cuando se ensayó un óxido de estaño de tamaño de partícula más pequeño. Como se muestra en la Tabla 4, el óxido de estaño funciona como un activador de CBA eficaz sobre diversos tamaños de partícula.

TABLA 4

Tamaño de partícula nominal	Composición		Temp. de activación	
	% Estaño B - Fino DTP	% Azo. pura	Temp. de activación	
	$D_{50} = 12 \text{ um}$		grados C	Delta vs. Std
<b>Control</b>	0,00%	100,00%	203	<b>N/D</b>
	0,05%	99,95%	185	(18)
	0,25%	99,75%	180	(23)
	0,50%	99,50%	174	(29)
	0,75%	99,25%	168	(35)
	1,00%	99,00%	166	(37)

## Ejemplo 3 (Referencia)

5 Se usó óxido de estaño en un material compuesto de agente de soplado químico (CBA) que incluyó un activador/agente de soplado alternativo, oxibisbencenosulfonilhidrazida (OBSh, CAS#80-51-3). El uso del activador de estaño de la presente invención puede permitir el uso de una concentración más baja del activador/agente de soplado alternativo, que es exotérmico por naturaleza. Este material compuesto de CBA también contenía otros compuestos estabilizadores basados en estaño, y un mercapturo de metilestaño, conocido en el mercado como THERMOLITE® 161, disponible en Arkema Inc. El CBA que contenía óxido de estaño fue evaluado en un estudio de extrusión de espuma de PVC. En este estudio, se comparó con un agente de soplado disponible en el mercado que contenía OBSh y azodicarbonamida para determinar su efecto sobre la densidad de la espuma y el desarrollo de color.

15 Un problema común en la industria de la espuma de PVC es el amarilleo del núcleo del artículo de espuma. Esto puede ser debido a diversas razones, que incluyen el propio calor de la espuma fundida, el calor de la descomposición exotérmica de un agente de soplado o de la descomposición exotérmica de un activador, y los subproductos de la descomposición del agente de soplado. Si la descomposición del agente de soplado se activa a una temperatura más baja, un resultado potencial sería una disminución en el calentamiento exotérmico del fundido de PVC, y un potencial para mejorar la blancura del artículo de PVC. También, si el activador basado en estaño permite una reducción en activador/agente de soplado exotérmico, un resultado potencial sería una disminución en el calentamiento exotérmico del fundido de PVC y una disminución en los subproductos de descomposición del activador/agente de soplado, lo que podría tener un potencial para mejorar la blancura del artículo de PVC.

25 La Tabla 5 describe la formulación de espuma de PVC que se usó. La formulación se procesó en un extrusor de doble husillo cónico Cincinnati Milacron, como se describe anteriormente en el Ejemplo 1. Se ensayaron varios CBAs granulados. Se añadieron a la garganta de alimentación del extrusor por medio de un alimentador gravimétrico calibrado. Los CBAs granulados se añadieron para asegurar una producción de gas del CBA constante dentro de la espuma de PVC. La espuma se extruyó usando las condiciones indicadas en la Tabla 5.

TABLA 5

Componente	phr
Resina RPVC (K57)	100,0
Estabilizador al calor de metilestaño	2,0
Estearato de calcio	0,7
Cera 165 MP	1,0
Polietileno oxidado	0,2
Auxiliar de procesamiento acrílico de alto PM	8,0
Auxiliar de procesamiento acrílico de bajo PM	2,0
CaCO <sub>3</sub> - Ultrafino, Tratado	5,0
Dióxido de titanio	4,0

TABLA 6

Temp. zonas de cañón (°C) (°F)	1	179,44 (355)
	2	179,44 (355)
	3	190,56 (375)
	4	190,56 (375)
Temp. zonas de adaptador (°C) (°F)	1	183,33 (362)
	2	183,33 (362)
Temp. zonas de boquilla (°C) (°F)	3-bordes	182,22 (360)
	4-lado	179,44 (355)
	5-centro	181,67 (359)
	6-lado	179,44 (355)
Aceite de husillos (°C) (°F)		179,44 (355)
Aceite del forro de la boquilla (°C) (°F)		175,56 (348)
RPM de husillos		25
% de llenado de husillos		75%
Espacio de boquilla (cm) (pulgadas)		0,66 (0,260)
Temp. de pila de rodillos (°C) (°F)		36,11 (97)
Velocidad de línea (cm/min) (pie/min)		45,72 (1,5)
Vacío (kPa) (pulgadas de Hg)		94,82 (28)

- 5 El procesamiento de la espuma de PVC del CBA que contiene óxido de estaño fue similar a los otros CBAs. Adicionalmente, los valores de densidad de espuma para la espuma producida con el CBA que contiene óxido de estaño fue similar a la espuma producida con otros CBAs. Para simular el enfriamiento lento de una muestra de espuma de PVC gruesa, se pusieron varias muestras de cada lote de espuma de PVC en una estufa de laboratorio mantenida a 190°C constantes, que se aproximan a la temperatura de procesamiento de la espuma de PVC.
- 10 Después, cada 15 minutos, se retiró una muestra de cada lote de espuma de PVC. El CBA que contenía óxido de

estaño se comportó mejor de manera demostrable en reducir el desarrollo de color, como se evidencia en las lecturas de color de las muestras, mostradas en la Tabla 7. En la Tabla 7, la blancura es más alta (valor Hunter L más alto), el amarilleo temprano es más bajo (valor Hunter B más bajo) y el cambio de color global es menor (Delta E más bajo) con la composición de óxido de estaño frente a la composición de control.

5

TABLA 7

	<u>Control</u>	<u>Óxido de estaño CBA</u>	<u>Control-repetición</u>
<b>Valor Hunter L</b>			
Inicio	89,161	89,97	89,63
15 min	89,73	89,52	90,00
30 min	88,83	89,98	88,39
45 min	86,83	89,31	76,57
60 min	71,53	87,09	63,33
75 min	61,28	76,73	54,01
90 min	55,66	72,57	51,58
<b>Valor Hunter b</b>			
Inicio	4,90	4,23	3,74
15 min	6,56	5,01	5,85
30 min	9,50	8,11	8,53
45 min	13,80	10,26	13,37
60 min	13,68	13,83	13,41
75 min	13,24	17,75	12,94
90 min	12,74	17,33	12,15
<b>Cambio de color total, delta E</b>			
Inicio	0,00	0,00	0,00
15 min	1,84	0,95	2,15
30 min	4,61	3,96	5,09
45 min	9,34	6,23	16,50
60 min	19,73	10,13	28,06
75 min	29,13	18,95	37,04
90 min	34,75	21,88	39,40

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición para preparar polímeros de cloruro de vinilo celulares rígidos, comprendiendo dicha composición:
  - 5 a. un homopolímero de cloruro de vinilo o un copolímero que comprende cloruro de vinilo con un monómero etilénicamente insaturado copolimerizable; y
  - b. una composición de agente de soplado, que comprende
    - i. un agente de soplado, y
    - 10 ii. un activador de agentes de soplado que comprende un compuesto de estaño seleccionado del grupo que consiste en óxido de dibutilestaño, y el producto de reacción de anhídrido maleico, alcohol estearílico, agua, óxido de dibutilestaño y mezclas de los mismos.
2. La composición según la reivindicación 1, en donde dicho homopolímero de cloruro de vinilo o un copolímero de cloruro de vinilo con un monómero etilénicamente insaturado copolimerizable comprende de 70% a 95% en peso de dicha composición.
- 15 3. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en donde dicho agente de soplado se selecciona del grupo que consiste en azobisformamida, 5-feniltetrazol, bencenosulfonilhidrazida, ácido cítrico, bicarbonato de sodio y mezclas de los mismos.
4. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde dicho agente de soplado comprende de 0,1 a 10,0% en peso de la composición.
- 20 5. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde dicho activador de agentes de soplado comprende de 0,01% en peso a 10% en peso de dicha composición de agente de soplado.
6. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el tamaño de partícula de dicho activador de agentes de soplado oscila de 5 micrómetros a 500 micrómetros.
7. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el tamaño de partícula de dicho activador de agentes de soplado oscila de 10 micrómetros a 100 micrómetros.
- 25 8. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que incluye además de 2 a 18 partes de resina acrílica por cien partes de homopolímero de cloruro de vinilo o un copolímero de cloruro de vinilo con un monómero etilénicamente insaturado copolimerizable.
9. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde dicho activador de agentes de soplado comprende de 0,1 a 10 partes por 100 partes de homopolímero de cloruro de vinilo o un copolímero de cloruro de vinilo con un monómero etilénicamente insaturado copolimerizable.
- 30 10. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el copolímero de cloruro de vinilo comprende al menos 70% en peso de cloruro de vinilo en base al peso de monómero total.
11. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el copolímero de cloruro de vinilo comprende de 1 a 30% de un monómero etilénicamente insaturado copolimerizable elegido de acetato de vinilo, butirato de vinilo, benzoato de vinilo, cloruro de vinilideno, fumarato de dietilo, maleato de dietilo, otros fumaratos y maleatos de alquilo, propionato de vinilo, acrilato de metilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de butilo y otros acrilatos de alquilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de butilo y otros metacrilatos de alquilo, alfa-cloroacrilato de metilo, estireno, tricloroetileno, éteres de vinilo tales como éter viniletílico, éter vinilcloroetílico y éter vinilfenílico, vinilcetonas tales como vinilmetilcetona y vinilfenilcetona, 1-fluoro-2-cloroetileno, acrilonitrilo, cloroacrilonitrilo, diacetato de alilideno y diacetato de cloroalilideno.
- 40