

175404



MEMORIA DESCRIPTIVA

PARA SOLICITAR PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA

POR: "MEJORAS EN LOS METODOS DE FABRICACION

DE CELULOSA ETILICA PLASTIFICADA"

A NOMBRE DE STANDARD ELECTRICA, S.A. DOMICILIADA EN

MADRID. CALLE DE RAMIREZ DE PRADO Nº 7

La presente invención tiene que ver con nuevas composiciones de materia y, con los métodos de prepararlas. En sus aspectos mas concretos, la invención tiene por fin producir nuevas combinaciones de celulosa etílica y un plastizador para ella, y los respectivos métodos de producción.

5

La celulosa etílica ya se ha empleado en diversos campos, para el uso de ella en el campo de los aisladores de electricidad ha

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

175404



2.

10

sido limitado por motivo de que las características eléctricas del producto que contenga una proporción de celulosa etílica han dejado que desear según ciertos pliegos de condiciones. Aunque los nuevos productos de la presente invención se prestan para uso en diversos ramos, como composiciones para vaciados, composiciones para revestimientos y otras por el estilo, algunos de ellos resultan particularmente útiles en el campo de los aisladores de la electricidad, en que las características de gran rigidez dieléctrica y poca pérdida de energía son indispensables.

15

20

Con arreglo a la presente invención, proporcionamos nuevas composiciones que comprenden celulosa etílica y un plastizador que es uno de los siguientes o una combinación de dos o más de ellos: dímero líquido de estireno alfaetiloparametilico, dímero sólido de estireno alfaetiloparametilico, trímero líquido de estireno alfaetiloparametilico y dímero o líquido hidrogenado de estireno alfaetiloparametilico, siendo dicho producto hidrogenado dicho dímero, en que sólo la cadena lateral, normalmente no saturada, queda completamente saturada con hidrógeno.

25

30

La solicitud de patente norteamericana distinguida con el número de orden 515.068, depositada el 21 de Diciembre de 1943, que aquí hacemos parte de la presente, describe uno de los métodos preferidos para conseguir el dímero líquido de estireno alfaetiloparametilico.

Conforme se expuso en esa solicitud de patente, dicho dímero líquido se puede preparar mezclando estireno alfaetiloparametilico monomérico con algún catalizador, el cual de preferencia constará de $\frac{1}{2}$ a 10 % por peso de tierra infusoria deshidratada y

175404

3.



35

40

45

activada. Esta mezcla se mantiene a temperatura comprendida entre 60° C. y el punto de ebullición del monómero hasta que el índice de refracción de la fase líquida de la masa de reacción quede esencialmente estabilizado, después de lo cual el dímero líquido de estireno alfa metiloparametilico se separa de la tierra catalizadora y de los demás productos que contenga. Los catalizadores empleados de preferencia son las tierras infusorias activadas, como el floridín, la tierra de batán y otras tierras catalizadoras o blanqueadoras semejantes. Al emplearse el floridín, primero se calienta hasta temperatura comprendida entre 200 y 400° C., y de preferencia entre 325 y 375° C., por espacio de dos horas o más, para deshidratarlo y activarlo.

50

55

60

El estireno alfa metiloparametilico dimérico sólido puede prepararse de la manera expuesta en la solicitud de patente norteamericana distinguida con el número de orden 582.578, depositada el 13 de Marzo de 1945, que aquí hacemos parte de la presente. Conforme se explicó en esa solicitud de patente, el dímero sólido puede prepararse calentando una cantidad de estireno alfa metiloparametilico monomérico líquido como hasta 150° C. y añadiéndole luego de 2 a 10 % por peso de algún catalizador, como una tierra infusoria activada, ejemplos de la cual son la tierra de batán y el floridín, que se puede activar de la manera que ya dejamos explicada. Durante la mezcla y con posterioridad a ella, la masa se menea rápidamente y su temperatura se regula, manteniéndola entre 200 y 250° C. Cuando el índice de refracción a 20° C. de la fase líquida de dicha masa de reacción haya llegado a 1,5600, se habrá completado en esencia la reacción. La tierra catalizadora puede luego separarse de la fase

175404

4.



65

líquida, y ésta puede entonces dejarse enfriar hasta la temperatura ambiente, con lo que se produce la cristalización, resultando los cristales sólidos ser estireno alfaetiloparametilico dimérico en el estado sólido. Estos cristales sólidos pueden retirarse y purificarse de cualquier modo conveniente. El punto de fusión de este dímero sólido de estireno alfaetiloparametilico es de 40-41° C., siendo su peso molecular de 264, que corresponde a la fórmula

70

$C_{20}H_{24}$. En vez de empezar con estireno alfaetiloparametilico, el estireno alfaetiloparametilico dimérico sólido puede prepararse mezclando con estireno alfaetiloparametilico líquido entre 2 y 10 partes de uno de dichos catalizadores. Esta mezcla se agita y su temperatura se mantiene entre 200 y 250° C. por espacio de aproximadamente 6 a 8 horas. Luego se le suprime el catalizador, pudiéndose purificar el estireno alfaetiloparametilico dimérico sólido.

75

80

El estireno alfaetiloparametilico dimérico hidrogenado puede prepararse de la manera expuesta en la solicitud de patente norteamericana distinguida con el número de orden 598,910, depositada el 11 de Junio de 1945, que aquí hacemos parte de la presente. Conforme se explicó en esa solicitud de patente, el dímero líquido de estireno alfaetiloparametilico puede hidrogenarse con mantenerlo a temperatura de 50 a 180° C. y bajo presión de 14 a 281 Kg. por cm.² mientras se haga pasar hidrógeno a través de él y en presencia de algún catalizador de níquel. El dímero líquido hidrogenado de estireno alfaetiloparametilico que se obtiene por resultado es esencialmente igual al dímero líquido no hidrogenado, sólo que su cadena lateral, normalmente no saturada, queda completamente saturada por hidrógeno.

85

175404



5.

90

El estireno alfaetiloparametilico trimérico y los métodos de prepararlo quedan descritos en la solicitud de patente norteamericana distinguida con el número de orden 597.604, depositada el 4 de Junio de 1945. Conforme se explicó en esa solicitud de patente, este trímico puede prepararse agitando y manteniendo una mezcla de uno de los citados catalizadores de tierra infusoria activada y estireno alfaetiloparametilico monomérico a temperatura de 37 a 43° C., hasta que el índice de refracción de la fase líquida de la masa de reacción a 20° C. alcance como a 1,572 a 1,575. Luego se le suprime a la mezcla el catalizador, pudiéndose separar el trímico mediante destilación de la masa para suprimir por este medio las de más componentes.

95

100

Puede emplearse celulosa etílica en diversos tipos y su contenido de etoxis puede variar entre amplios límites. Todos los tipos que hoy se puede conseguir en el comercio han resultado satisfactorios para poner en práctica la presente invención, aunque preferimos emplear aquellos cuyo contenido de etoxis sea de 43,5 a 50 % y de preferencia de 44,5 a 48,5 %.

105

110

La relación por peso entre la celulosa etílica y dicho plastizador puede variar según sea la índole del producto final apetecido y el uso a que se le destine, pero en general está comprendida entre aproximadamente 98 a 2 y 40 a 60, dependiendo del producto que se desee. Hemos descubierto, además, que se pueden emplear grandes cantidades de plastizador sin que haya sangría. Se pueden obtener combinaciones que esencialmente no sean sangradoras aun cuando la relación por peso entre la celulosa etílica y el plastizador sea de menor valor que 80 a 20, y hasta de tan poco valor como 60 a 40. Estas combinaciones no sangradoras, en que la

15

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

175404



6.

20

relación por peso entre la celulosa etílica y el plastizador queda comprendida entre 80 a 20 y 60 a 40, ofrecen buena flexibilidad y baja temperatura, buena resistencia a alta temperatura, y resistencia a la tracción y al impacto.

25

Estas nuevas combinaciones pueden prepararse mezclando una cantidad de celulosa etílica y otra de cualquiera de dichos plastizadores, calentándose la mezcla a elevada temperatura hasta que se produzca la disolución o dispersión. Para este objeto, la celulosa etílica se muele hasta reducirla a polvo, colocándola

30

luego en un mezclador de camisa de vapor o calentado exteriormente de otro modo, hecho lo cual se le añade la cantidad deseada de dicho plastizador. Esta mezcla se agita continuamente a la par que su temperatura se haga alcanzar un valor como de 135 a 235° C. y de preferencia como de 150° C. La mezcla se mantiene a esta temperatura y en estado de agitación constante hasta que se produzca

35

la disolución o la dispersión uniforme. La disolución o dispersión puede luego dejarse enfriar hasta la temperatura ambiente. La consistencia o rigidez de la masa puede regularse cambiando la relación entre la celulosa etílica y el plastizador.

40

A fin de que se pueda comprender mejor la presente invención, llamamos la atención hacia los ejemplos que siguen, los cuales van por vía de ilustración y no de limitación y en los cuales todas las partes van por peso a menos que indiquemos lo contrario.

EJEMPLO I

Mezclamos 80 partes de celulosa etílica y como 20 partes de estireno alfa metilacetilico trimérico. Esta mezcla la

175404



7.

45

agitamos y la calentamos hasta temperatura de aproximadamente 150° C. a 175° C. La mezcla la mantenemos en este estado de agitación y dentro de dicha escala de temperaturas hasta que se produzca una masa esencialmente uniforme en que la celulosa quede disuelta en dicho trimero. Luego esta masa homogénea la colocamos en bateas o la cilindramos o labramos y luego la dejamos enfriarse hasta la temperatura ambiente, después de lo cual la desmemuzamos, y estas partículas desmemuzadas, a solas o en combinación con otros materiales, pueden estrujarse o vaciarse.

50

EJEMPLO II

55

Mezclamos 50 partes de celulosa etílica y como 50 partes de dimero líquido de estireno alfanetiloparametilico. Esta mezcla la agitamos y la calentamos hasta temperatura aproximadamente de 150° a 175° C. La mezcla la mantenemos en este estado de agitación y dentro de dicha escala de temperaturas hasta que se produzca una masa esencialmente uniforme en que la celulosa etílica quede disuelta en dicho dimero. Luego esta masa homogénea la colocamos en bateas o la cilindramos o labramos y luego la dejamos enfriarse hasta la temperatura ambiente, después de lo cual puede desmemuzarse, y estas partículas desmemuzadas, a solas o en combinación con otros materiales pueden estrujarse o vaciarse.

60

65

EJEMPLO III

Mezclamos 70 partes de celulosa etílica y como 30 partes de dimero líquido hidrogenado de estireno alfanetiloparametilico. Esta mezcla la agitamos y la calentamos hasta temperatura aproximadamente de 150 a 175° C. La mezcla la mantenemos en este estado de agitación y dentro de dicha escala de temperaturas hasta que se

70

175404



8.

75

produzca una masa esencialmente uniforme en que la celulosa etílica quede disuelta en dicho líquido. Luego esta masa homogénea la colocamos en bateas o la cilindramos o labramos y luego la dejamos enfriarse hasta la temperatura ambiente, después de lo cual puede desmenuzarse, y estas partículas desmenuzadas, ya a solas, ya en combinación con otros materiales, pueden estrujarse o vaciarse.

80

Puesto que el modo de poner en práctica el referido procedimiento y las propias composiciones que entrañan la presente invención pueden sufrir ciertas modificaciones sin por ello extralimitarse uno del alcance de ésta, es nuestra intención que cuanto dejamos dicho en la descripción se tome como ilustrativo y no en sentido de limitación.

85

También es nuestra intención que las reivindicaciones que siguen abarquen todas las particularidades genéricas y específicas de la invención que dejamos descrita y cuantas declaraciones acerca del alcance de la invención que como cosa de lenguaje se pueda decir que caen entre ellas.

90

Este invento corresponde a una solicitud de Patente formalada en los Estados Unidos del Norte de América el 30 de Junio de 1945, señalada con el número 602662 y se acoge, por lo tanto, a los beneficios que otorgan los convenios internacionales vigentes.

----- K O T A -----

95

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Veinte Años, son los siguientes:

175404

9.



100 1.- Mejoras en los métodos de fabricación de celulosa etílica plastizada con un plastizador escogido del grupo compuesto de dímero líquido de estireno alfametiloparametfílico, dímero sólido de estireno alfametiloparametfílico, trímero líquido de estireno alfametiloparametfílico y dímero líquido hidrogenado de estireno alfametiloparametfílico en que sólo la cadena lateral de este dímero, normalmente no saturada, quede completamente saturada con hidrógeno.

105 2.- Mejoras en los métodos de fabricación de celulosa etílica plastizada con un plastizador escogido del grupo compuesto de dímero líquido de estireno alfametiloparametfílico, dímero sólido de estireno alfametiloparametfílico, trímero líquido de estireno alfametiloparametfílico y dímero líquido hidrogenado de estireno alfametiloparametfílico en que sólo la cadena lateral de este dímero, normalmente no saturada, quede completamente saturada con hidrógeno, quedando la relación por peso entre dicha celulosa etílica y dicho plastizador comprendida entre 80 a 20 y 60 a 40.

115 3.- Mejoras en los métodos de fabricación de celulosa etílica plastizada con un plastizador escogido del grupo compuesto de dímero líquido de estireno alfametiloparametfílico, dímero sólido de estireno alfametiloparametfílico, trímero líquido de estireno alfametiloparametfílico y dímero líquido hidrogenado de estireno alfametiloparametfílico en que sólo la cadena lateral de este dímero, normalmente no saturada, quede completamente saturada con hidrógeno, quedando la relación por peso entre dicha celulosa etílica y dicho plastizador comprendida entre 80 a 20 y 60 a 40 y quedando el contenido de etoxis de dicha celulosa

120

175404

10.



etífica comprendido entre 44,5 y 48,5%.

125

4.- Mejoras en los métodos de fabricación de celulosa etífica plastificada que comprende el calentar hasta que se produzca la disolución una mezcla de celulosa etífica y un plastizador escogido del grupo compuesto de dímero líquido de estireno alfaetiloparametílico, dímero sólido de estireno alfaetiloparametílico, trímero líquido de estireno alfaetiloparametílico y dímero líquido hidrogenado de estireno alfaetiloparametílico en que sólo la cadena lateral lateral de este dímero, normalmente no saturada, quede completamente saturada con hidrógeno, y luego enfriar dicha disolución a efecto de convertirla del estado líquido al estado sólido.

130

135

140

145

5.- Mejoras en los métodos de fabricación de celulosa etífica plastificada que comprende el mantener a temperatura aproximadamente de 135 a 235° C., hasta que se produzca la disolución, una mezcla de celulosa etífica y un plastizador escogido del grupo compuesto de dímero líquido de estireno alfaetiloparametílico, dímero sólido de estireno alfaetiloparametílico, trímero líquido de estireno alfaetiloparametílico y dímero líquido hidrogenado de estireno alfaetiloparametílico en que sólo la cadena lateral de este dímero, normalmente no saturada, quede completamente saturada con hidrógeno, y enfriar luego dicha disolución a efecto de convertirla del estado líquido al estado sólido, quedando la relación por peso entre dicha celulosa etífica y dicho plastizador comprendida entre 80 a 20 y 60 a 40.

150

6.- Mejoras en los métodos de fabricación de celulosa etífica plastificada.

175404



11.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y a los fines especificados.

Esta Memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 22 OCT. 1946



M. Calvo
Secretario General