

1 8 9 4 6 4



PATENTE DE INVENCION
=====

Br. 23014/48
=====

1 8 9 4 6 4

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

sobre:

"Procedimiento de fabricación de composiciones de acetato de
"celulosa, para el moldeo".

=====

SOLICITANTES: COURTAULDS LIMITED, domiciliados en
16 At-Martin's-le-Grand, LONDRES, Inglaterra .

=====

Este invento se refiere a la fabricación de composi-
ciones o mezclas a base de acetato de celulosa, destinadas al
moldeo.

- En la obtención corriente de composiciones de acetato
de celulosa, para el moldeo, se prepara un acetato de celulosa
5. secundario, por ejemplo por el procedimiento conocido de
solución, en el que se produce primero un acetato de celulosa
primario que luego se hidroliza para obtener un acetato de
celulosa secundario, o sea, soluble en acetona. Cuando la
10. hidrólisis ha avanzado hasta el grado deseado, se añade



corrientemente carbonato sódico para detenerla, y el acetato de celulosa se precipita en forma de escamas añadiendo ácido acético débil. Constituye práctica corriente el tratar las escamas con objeto de reducir o eliminar su contenido de ácido libre; por ejemplo, las escamas pueden lavarse con agua hasta que se encuentren prácticamente libres de ácido. Las escamas pueden someterse a ulterior tratamiento para eliminar el catalizador sulfato combinado, lavándolas a continuación nuevamente. El acetato de celulosa seco, se mezcla luego corrientemente con uno o más plastificadores y cualesquiera otros ingredientes deseados, tales como colorantes y se convierte en un producto de forma adecuada para los fines de moldeo; por ejemplo, el acetato de celulosa puede mezclarse con las adiciones deseadas en disolvente suficiente, para formar una pasta espesa que luego se calandra para reducirla a la forma de plancha a la vez que se elimina el disolvente; la plancha se corta luego para obtener un producto de forma apropiada para los trabajos de moldeo; en otro método, el acetato de celulosa, junto con las adiciones deseadas, se muele y reduce a polvo en presencia de un poco de agua. Las composiciones de acetato de celulosa así obtenidas, tienen una tendencia a descomponerse ligeramente, y, además, a decolorarse al moldearlas por los procedimientos de moldeo normales.

30. El objeto de este invento es obtener composiciones de acetato de celulosa, para el moldeo, de estabilidad térmica y cromática mejoradas.

De acuerdo con este invento, un procedimiento para la obtención de composiciones de acetato de celulosa, para el moldeo, incluye la etapa de tratar el acetato de celulosa secundario precipitado, en la fase inmediatamente



- 3 - 1 8 9 4 6 4

40. anterior al secado, con una solución acuosa que contenga una sal parcial o ácida - de un ácido polibásico - de un metal del grupo I o del grupo II, teniendo la solución un pH comprendido entre 6,0 y 7,5 y, con preferencia del orden de 6,4 a 7,0.

Las sales metálicas parciales o ácidas a emplear en este invento, son sales de ácido fosfórico, tales como el fosfato monosódico (NaH_2PO_4), el fosfato bisódico (Na_2HPO_4) y los fosfatos ácidos de magnesio; otra sal que puede emplearse es el citrato ácido de sodio $\text{NaOOC} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})(\text{COOH}) \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{COOH}$.

45. Pueden también usarse soluciones que contengan mezclas de estas sales.

La solución de tratamiento de acuerdo con este invento, se prepara con preferencia empleando agua desmineralizada o depurada (corregida).

50.

Las composiciones de moldeo obtenidas de acuerdo con este invento, se comprueba que, en general, contienen una proporción de cenizas superior a las del acetato de celulosa análogo en otros aspectos, que se ha secado sin someterse al tratamiento de acuerdo con este invento.

55. Las composiciones de moldeo contienen también una pequeña proporción de la sal ácida metálica empleada en el tratamiento y se cree que la mejor estabilidad térmica y cromática de los productos se debe, por lo menos en parte, a la presencia de esta sal.

60. Este invento se aclara por el ejemplo siguiente, en el que las partes y porcentajes son en peso.

EJEMPLO.- Durante 5 horas se sometieron a tratamiento previo, con 40 partes de una solución al 2% de ácido sulfúrico en ácido acético glacial, 100 partes de celulosa en forma de borras o pelusilla de algodón. La celulosa previamente tratada

65. se hizo reaccionar luego, en un mezclador, con otras 330 partes

189464 - 4 -



de ácido acético glacial, 14 partes de ácido sulfúrico y 240 partes de anhídrido acético, manteniéndose la temperatura de reacción inferior a 40° C., refrigerando el mezclador.

70. Cuando la celulosa hubo reaccionado, o sea, al cabo de 6 horas aproximadamente, se añadieron 53 partes de agua y se dejó la mezcla en reposo durante unas 36 horas, a 26° C. A continuación se neutralizó el catalizador por la adición de 18 partes de carbonato sódico y el acetato de celulosa secundario se precipitó en forma granular por la adición de ácido acético acuoso. Los ácidos acético y sulfúrico no combinados se eliminaron luego prácticamente por completo del acetato de celulosa secundario por un procedimiento de lavado en contra-corriente. A continuación se hirvió el acetato de celulosa en una solución acuosa de ácido sulfúrico al 0,04%, durante tres horas y volvió a lavarse de nuevo hasta dejarlo sin ácidos no combinados.

El acetato de celulosa se trató luego de acuerdo con este invento, del modo siguiente:

85. Al acetato de celulosa que en estas condiciones contenía alrededor de 300 partes de agua "dura", se le añadieron 1.500 partes de agua depurada, en las que se habían disuelto 1,8 partes de fosfato monosódico y 0,25 parte de hidrato sódico, siendo de 6,5 el pH de la solución. El acetato de celulosa se agitó en esta solución, durante una hora aproximadamente. Se extrajo el líquido, y el acetato de celulosa se centrifugó hasta un contenido de humedad de alrededor de 200%. Finalmente se secó el acetato de celulosa en una estufa, hasta un contenido de humedad de 4% aproximadamente.

El acetato de celulosa así obtenido, acusó un

1 8 9 4 6 4 ₋₅₋



100. contenido de cenizas de 0,17%, mientras que una muestra de un acetato de celulosa correspondiente, pero secado sin el tratamiento de acuerdo con este invento, tenía una proporción de cenizas de 0,12.

El acetato de celulosa se transformó en polvo de moldeo del modo siguiente:

105. Se mezclaron entre sí 100 partes del acetato de celulosa, 42 partes de ftalato dimetilico y una pequeña cantidad de acetona, para formar una pasta espesa a la que se incorporó un tinte rosado, en cantidad suficiente para comunicar a la composición el color de rosa. La pasta se calandró en rodillos caldeados para expulsar la mayor parte de la acetona, y la plancha así formada se secó para eliminar la acetona residual. La plancha se desintegró luego para obtener un polvo de moldeo.

110. El polvo obtenido estaba dotado de una gran estabilidad térmica y formaba productos moldeados de buena resistencia y coloración.

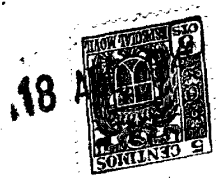
115. N O T A

120. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 1^a de septiembre de 1948, bajo el n^o 23.014, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo

125. se solicita Patente de Invención por 20 años en España:

189464

- 6 -



"Procedimiento de fabricación de composiciones de acetato de celulosa, para el moldeo"; caracterizándose por lo siguiente;

130. 1ª.- Procedimiento de fabricación de composiciones de acetato de celulosa, para el moldeo, caracterizado por comprender la etapa de tratar el acetato de celulosa secundario precipitado, en la fase inmediatamente anterior al secado con una solución acuosa que contenga una sal parcial o ácida - de un ácido polibásico - de un metal del grupo I o del grupo II teniendo la solución un pH comprendido entre 6,0 y 7,5.
135. 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el valor del pH de la solución está comprendido entre 6,4 y 7,0.
140. 3ª.- Procedimiento según lo especificado en las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque la sal metálica parcial o ácida empleada es una sal de ácido fosfórico.
145. 4ª.- Procedimiento según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la sal empleada es el fosfato monosódico.
150. 5ª.- Procedimiento según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado por aplicarse prácticamente tal como se ha descrito en el ejemplo anterior.
155. 6ª.- Procedimiento de fabricación de composiciones de acetato de celulosa, para el moldeo; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.
- Esta memoria consta de seis hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 18 de agosto de 1949.

COURTAULDS LIMITED.
Por Poder de J. GOMEZ ACERO