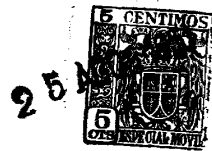


PATENTE DE INTRODUCCION

I.C.I. Case No. P.10.267.

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

199327



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Perfeccionamientos en la preparación de composiciones
"plásticas".

SOLICITANTES: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
residentes en Millbank, Londres, Inglaterra.

Este invento se refiere a la producción de composiciones termoplásticas plastificadas que contengan polímeros de cloruro vinílico esto es, cloruro polivinílico y copolímeros de cloruro vinílico.

5. Se ha propuesto con anterioridad el obtener una composición plastificada, mezclando cloruro polivinílico o copolímeros de cloruro vinílico en forma de polvo, con un plastificador, sometiendo luego la mezcla a un tratamiento térmico para plastificar el polímero y, finalmente, a un
10. tratamiento de mezcla suficiente para consolidar la compo-

199327

- 2 -



sición en forma de una masa compacta. Se ha comprobado , sin embargo, que durante el tratamiento térmico, las partículas de material polímero tienden a aglutinarse y a formar aglomerados, de modo que el producto no está constituido por una sustancia disgregada.

15.

El objeto de este invento es la obtención de composiciones plastificadas que contengan polímeros de cloruro vinílico y presenten la forma de polvos disgregados o sueltos y puedan formar cuerpos plásticos por la aplicación de calor y presión.

20.

De acuerdo con este invento, se consigue este objeto por un procedimiento o proceso que comprende el mezclar previamente un polímero de cloruro vinílico o copolímero del mismo, finamente divididos, y un plastificador, siendo tal la temperatura y el grado o condición de la mezcla que permita que la composición se humedezca por completo y el mantener luego la masa obtenida a temperatura elevada durante un tiempo suficiente para asegurar la absorción del plastificador por las partículas del polímero de cloruro vinílico o

25.

copolímero del mismo y en condiciones en las que la masa mencionada se encuentre en movimiento constante para impedir la formación , y si es preciso, desintegrar, los aglomerados de gran tamaño. Por aglomerados de gran tamaño deben entenderse terrones de polímero formados por la aglomeración de un número apreciable de partículas individuales de polímero.

35.

Estos aglomerados, si se dejaran permanecer, darían lugar a la dispersión falta de homogeneidad del plastificador y esto, junto con la presencia de terrones bastos en la masa del material, produciría a su vez, dificultades en el

40.

tratamiento ulterior del material plastificado, especialmente

199 327

- 3 -



en la expulsión. Los aglomerados pequeños, formados por la aglomeración de un corto número de partículas, por ejemplo dos o tres, no originan estas dificultades y, por tanto, pueden dejarse permanecer.

45. Por polímeros de cloruro vinílico deben entenderse el cloruro vinílico polimerizado y copolímeros de cloruro vinílico con compuestos tales como, por ejemplo, acetato vinílico, propionato vinílico, cloruro de vinilideno, acrilonitrilo, ésteres acrílicos, por ejemplo acrilato metílico y etílico y ésteres metacrílicos, por ejemplo metacrilato metílico y ácidos maléico y fumárico, y ésteres tales como el maleato y el fumarato dietílicos.

55. Los plastificadores adecuados para la aplicación del procedimiento de este invento, son plastificadores para polímeros de cloruro vinílico, que se encuentran en estado líquido a las temperaturas a que se aplica el procedimiento a que este invento se refiere. Entre los ejemplos de estos plastificadores figuran los ftalatos tales como los ftalatos di-2-etilhexílico y dinonílico; ésteres análogos de los ácidos sebácico y adípico, y el fosfato tricresílico. Dentro de las denominaciones plastificador y material plastificante, tal como se usan en esta memoria quedan comprendidas las mezclas de plastificadores y las de por lo menos un plastificador y un "extensor" de plastificadores tales como, por ejemplo, una parafina clorada, tal como se reivindica en las memorias de las patentes británicas Nos. 573.840, 573.841 y 579.550.

70. En la etapa de mezcla previa de este invento, se añaden los dos ingredientes al mezclador en un orden cualquiera, por ejemplo, simultáneamente, o bien puede añadirse el



199327

- plastificador después del polímero de cloruro vinílico. Se prefiere que el plastificador se añada a continuación del polímero de cloruro vinílico y, cuando así se procede no existe restricción en cuanto a la proporción o velocidad a que se añade el plastificador; puede añadirse todo de una vez, progresivamente, por ejemplo en forma de chorro o pulverización, o en varias partes. Para economía en la instalación se prefieren los métodos de adición adecuados para mojar rápidamente todo el polímero de cloruro vinílico.
- 75.
80. Cuando la cantidad de plastificador es elevada, por ejemplo el 70% en peso de polímero de cloruro vinílico, se prefiere dividir dicho plastificador en dos o más partes prácticamente iguales y plastificar el polímero por el procedimiento de este invento con cada una de las partes sucesivamente. Por este medio, puede evitarse la aglomeración en gran escala y conseguirse un trabajo suave del mezclador.
- 85.
90. Dado que la proporción de absorción de plastificador por los polímeros de cloruro vinílico es reducida, especialmente a temperaturas bajas, es posible acelerar el procedimiento de este invento llevando a cabo la etapa de mezcla previa a temperatura elevada. Así, el polímero de cloruro vinílico o el plastificador pueden añadirse calientes al mezclador, o puede calentarse éste, o puede utilizarse cualquier combinación de estos métodos. De acuerdo con el método especial empleado para realizar la etapa de mezcla previa a temperatura elevada, las temperaturas máximas del mezclador, polímero de cloruro vinílico y plastificador, son tales que el grado de absorción de plastificador no sea tan rápido que no se haya mojado todo el polímero de cloruro
- 95.
- 100.



vinílico por el plastificador citado, cuando todo este producto se ha introducido. Estas temperaturas máximas dependen, por tanto, del grado o velocidad a que el polímero de cloruro vinílico y el plastificador se mezclan entre sí y de la proporción o velocidad a que el plastificador es absorbido por el polímero ^{de cloruro}/vinílico en las condiciones dadas de temperatura. El grado o velocidad en el que el plastificador es absorbido por los polímeros de cloruro vinílico, en condiciones determinadas de temperatura, depende ante todo del tamaño y estructura de las partículas del polímero de cloruro vinílico, del peso molecular del polímero de cloruro vinílico, de la presencia de copolímeros de cloruro vinílico y de la movilidad del plastificador.

105.

110.

115.

120.

125.

130.

Quando la etapa de mezcla previa se realiza a temperatura elevada, se prefiere que el polímero de cloruro vinílico se humedezca antes de haber añadido todo el plastificador y permanezca húmedo durante un corto periodo de tiempo después de la adición total de este cuerpo. Esto asegurará la distribución uniforme del plastificador en toda la masa de polímero de cloruro vinílico. El periodo de tiempo durante el cual interesa que el polímero de cloruro vinílico ^{permanezca} húmedo después de la adición del plastificador, dependerá especialmente de la eficiencia de la operación de mezclado del polímero de cloruro vinílico con el plastificador.

Después de la adición del plastificador en la etapa de la mezcla previa, la masa húmeda se somete a la etapa final del procedimiento, en la que se completa la plastificación. Esta etapa final de este invento, puede aplicarse en un aparato en el que las partículas se mantienen

199 327²⁵



- en movimiento a la vez que se aplica calor, si se desea, de tal modo que se desintegran todos los grandes aglomerados, y el polímero de cloruro vinílico se mantiene en forma de partículas sueltas. Estos aparatos son los transportadores vibratorios, los mezcladores Banbury, Gardner, Werner, Pfeleiderer, y centrífugos, los pulverizadores para secado, por ejemplo, del tipo Kestner o Giro, o los secadores del tipo descrito en la patente inglesa nº 28.595 de 1903. El calor puede suministrarse por medios conocidos, por ejemplo, por calor o agua caliente que circulen por una camisa o envoltura, o por medio de un chorro de aire caliente, según el tipo de la vasija en la que se desarrolle la etapa final de plastificación. Cuando la mezcla previa se realiza a temperaturas elevadas, puede aplicarse una calefacción ulterior en la fase final o, como variante, la composición puede conservar calor suficiente para eliminar la necesidad de ulterior caldeo.
- 135.
- 140.
- 145.

Una temperatura adecuada de la vasija de mezcla para la aplicación de la etapa final de plastificación, está comprendida entre 70° C. y 150° C., ya que entre estas temperaturas la absorción de plastificador es rápida. Se prefiere que la temperatura de la mezcla no se deje rebasar los 120° C., dado que por encima de esta temperatura, el material se reblandece y tiende a aglomerarse.

150.

155. Si se desea, en la etapa de mezcla previa pueden añadirse componentes complementarios, tales como cargas, estabilizadores y materiales colorantes. La adición de materiales colorantes en forma de pigmentos, puede precisar un tratamiento especial dado que es necesario moler o pulverizar el pigmento para obtener su efecto completo
- 160.



- de matización. Esto puede llevarse a cabo pulverizando el pigmento con el plastificador y añadiendo al polvo del mezclador el plastificador y el pigmento dispersado. Como variante puede prepararse una masa pigmentada de partida, que contenga una gran proporción de pigmento, por ejemplo, el 50% con respecto al peso de la mezcla plastificada, y añadirse al polvo del mezclador la cantidad precisa de masa de partida. Las masas de partida (o concentradas) pueden prepararse, por ejemplo, por los métodos siguientes:
165. 1 - Plastificando y coloreando una masa de material termoplástico, tal como anteriormente se describe.
- 2 - Pulverizando pigmento con polímero de cloruro vinílico sin plastificar, y plastificando la mezcla como antes se ha descrito.
175. 3 - Pulverizando pigmento con polímero de cloruro vinílico plastificado de acuerdo con este invento.
- 4 - Triturando polímero de cloruro vinílico con plastificador y pigmento en rodillos calentados y sometiendo luego el material pigmentado a una acción de corte, para formar fragmentos pequeños.
180. Las masas de partida o concentradas, obtenidas por cualquiera de los métodos 1 a 4, se mezclan con la masa principal de polímero de cloruro vinílico plastificado,
185. por tratamiento en un tambor rotativo. Los métodos de coloración de las composiciones plastificadas por medio de masas concentradas o de partida, son los preferidos porque al emplearlos no es preciso conservar repuestos de productos coloreados sino que el polvo plastificado y sin colorear
190. puede colorearse inmediatamente antes de emplearlo.

199 32725A



- Las composiciones o mezclas plastificadas que contengan cantidades relativamente pequeñas, por ejemplo de 20 a 40% de plastificador, pueden prepararse fácilmente por el procedimiento de este invento, habiéndose comprobado que la
195. proporción de plastificador de dichas mezclas puede aumentarse fácil y satisfactoriamente con solo mezclar la composición con la cantidad precisa de plastificador accesorio. Las mezclas plastificadas para fines especiales, pueden también prepararse combinando dos o más composiciones plastificadas,
200. cada una de las cuales contenga plastificadores distintos o proporciones diferentes de plastificador. Se ha comprobado que estas mezclas de productos de acuerdo con este invento resultan muy adecuadas para una gran variedad de aplicaciones y, especialmente, que la masticación (malaxado)
205. ulterior que se presenta en las máquinas de expulsión es suficiente para hacer estas composiciones adecuadas para usarse en las aplicaciones generales de la expulsión, sin necesidad de someterlas a un tratamiento de molienda en rodillos abiertos o en un mezclador cerrado, antes de la
210. etapa de expulsión.

Este invento se aclara, pero no se limita en modo alguno, por los Ejemplos siguientes, en los que todas las partes son ponderables.

- EJEMPLO 1. Durante 10 minutos se mezclaron en
215. un mezclador Gardner, a la temperatura ambiente, 80 partes de cloruro ^{poli-}vinílico pulverizado, del tipo denominado Corvic DR (Marca registrada) y 1,6 partes de estearato de cadmio. Luego se añadieron a la mezcla previa 16 partes de ftalato dibutílico, tardándose dos minutos en la adición. Se
220. continuó la mezcla durante otros 10 minutos y al final de

199327



este periodo la mezcla previa se trasladó a otro mezclador Gardner que, por medio de un forro de vapor, se conservó a una temperatura de 136° C. Después de mezclar durante 9 minutos, la mezcla se transformó de un aglomerado húmedo y suelto en una sustancia pulverulenta y disgregada.

225.

Después de mezclar durante otros 8 minutos, la mezcla había alcanzado una temperatura de 90° C. y luego se descargó en un mezclador Gardner para su enfriamiento.

230.

Una vez fría se añadieron a la mezcla otras 16 partes de ftalato dibutílico, como anteriormente, y dicha mezcla, que nuevamente se encontraba en la forma de aglomerado húmedo y suelto, se trasladó otra vez al mezclador Gardner calentado a 136° C. Después de mezclar durante 15 minutos, la mezcla había alcanzado una temperatura

235.

de 87° C. y se había transformado en una sustancia pulverulenta y disgregada que, a continuación, se descargó y enfrió.

240.

EJEMPLO 2. En un mezclador Werner Pfleiderer se mezclaron 42 partes de cloruro polivinílico del tipo denominado Corvic DA (Marca registrada) y 0,84 parte de estearato de cadmio. Luego se añadieron 17,65 partes de ftalato dibutílico y se continuó mezclando durante 30 minutos. La mezcla previa húmeda así obtenida se pasó a un secador rotativo cuyo barrilete tenía un diámetro de 45 cm., una longitud de 1,80 metros y daba tres revoluciones por minuto. Se alimentó aire simultáneamente con la mezcla previa, en la cantidad de 2,84 m³/minuto, y a la temperatura de 100-110° C.

245.

250.

La temperatura del barrilete se conservó de este modo a unos 30° C. y la mezcla previa se hizo pasar a través de dicho barrilete en 20 minutos. La mezcla plastificada

1993272



resultante afectaba la forma de un polvo seco y disgregado.

255. EJEMPLO 3. En un mezclador Gardner, a la temperatura ambiente, se mezclaron 60 partes de cloruro polivinílico del tipo denominado Corvic DR (marca registrada) y 1,2 partes de estearato de cadmio. Se añadieron 36 partes de ftalato dibutílico y se continuó mezclando durante 25 minutos.

260. La mezcla previa húmeda se pasó a continuación a un mezclador Bridge Banbury N^o 3A, cuyos rotores y envoltura se calentaron mediante vapor a una presión de 1,75 kg/cm². Durante toda la operación de mezcla en esta vasija, el ómbolo o peso no descendió y el cuello permaneció abierto. Se observó que después de pocos minutos de proseguir la operación de mezcla, la carga se dilató considerablemente y en apariencia se transformó en más pulverulenta. Después de 265. 30 minutos de mezclar en caliente, se descargó la composición y se dejó enfriar. El producto fue un polvo seco y desintegrado o suelto, prácticamente libre de terrones gruesos.

270.

N O T A

275. 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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción, por 10 años en España: "Perfeccionamientos en la preparación de composiciones plásticas"; caracterizándose por lo siguiente:

280.

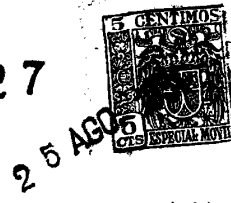
1^o. = Perfeccionamientos en la preparación de

19932725 AGO



- composiciones plásticas, caracterizados por la preparación de mezclas plastificadas que contengan polímeros de cloruro vinílico y afecten la forma de polvos desintegrados o sueltos, y porque se mezcla previamente un polímero o un copolímero de cloruro vinílico finamente divididos, y un plastificador, siendo tales la temperatura y proporción o velocidad de mezclado que permitan que la mezcla se humedezca por completo y el mantener a continuación la mezcla obtenida a temperatura elevada durante un tiempo suficiente para conseguir la absorción del plastificador por las partículas de polímero o copolímero de cloruro vinílico, y en condiciones tales que la mezcla mencionada se encuentre en movimiento constante para impedir la formación y, si es preciso, desintegrar los aglomerados de gran tamaño.
285. 29. = Perfeccionamientos, según reivindicación 1ª, caracterizados porque la mezcla previa mencionada comprende la etapa de añadir el plastificador al polímero o copolímero de cloruro vinílico.
290. 30. = Perfeccionamientos según lo especificado en las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizados porque el plastificador mencionado comprende una mezcla de plastificadores.
295. 40. = Perfeccionamientos, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque dicha temperatura elevada está comprendida entre 70º C. y 120º C.
300. 50. = Perfeccionamientos, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la mezcla mencionada de polímero y plastificador se mantiene a temperatura elevada y sometida a movimiento constante por medio de una corriente de aire caliente.
305. 310.

- 12 - 199327



62.= Perfeccionamientos según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizados por la obtención de mezclas plastificadas que contengan polímeros de cloruro vinílico y afecten la forma de polvos desintegrados o sueltos, prácticamente tal como se ha descrito y con referencia especial a los Ejemplos anteriores.

72.= Perfeccionamientos en la preparación de composiciones plásticas, caracterizados por permitir la obtención de mezclas plastificadas que contengan polímeros de cloruro vinílico y afecten la forma de polvos desintegrados o sueltos, siempre que se preparen por el procedimiento especificado en las reivindicaciones adjuntas.

82.= Perfeccionamientos en la preparación de composiciones plásticas; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 25 de agosto de 1951.

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.
P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODET