

199350



MEMORIA DESCRIPTIVA

de una Patente de Invención por 20 años,  
a nombre de:

LANSIL LIMITED y ALBERT NORMAN EDMONDSON,  
súbdito británico, domiciliados en Lancas-  
ter, Caton Road (Inglaterra), por "PROCE-  
DIMIENTO PARA LA FABRICACION DE POLVOS  
PARA MOLDEAR".

=====

El invento se refiere a un procedimiento perfeccionado para la producción de polvos de moldear partiendo de derivados orgánicos de la celulosa y se refiere particularmente a acetatos de celulosa.

- 5 El término "polvo de moldear" se emplea en la industria de los plásticos de celulosa en un sentido que no implica las características de estado pulverulento en el uso ordinario de esta palabra y en realidad importa que exista siempre material no pulverulento. De hecho un polvo de moldear está constituido
- 10 por gránulos separados, con frecuencia aproximadamente cúbicos con lados de unas 1/8 pulgadas, aunque también se permiten diferencias de esta forma. Sin embargo cualquiera que sea el tamaño exacto necesario para una operación particular de moldeo, en ningún sentido habrá de denominarse el producto pulverulento.
- 15 Otra característica es la de que dentro de los gránulos existe



una cierta cantidad de un reblandecedor o plastificador para impedir que el artículo finalmente moldeado se rompa y también para favorecer el moldeo. Pequeñas cantidades de tintes, pigmentos, rellenos y resinas pueden estar incluidos, aunque fundamentalmente los polvos están constituidos por gránulos plastificados del derivado de celulosa y la producción de éstos es la que tiene por objeto el presente invento.

En la producción de derivados de la celulosa, por ejemplo, acetato de celulosa, para fines de moldeo, constituye una fase importante la precipitación del derivado de la disolución por adición de un no disolvente. Como se produce normalmente, este precipitado se halla en la forma de agregados fibrosos juntamente con partículas más pequeñas y sustancia finamente suspendida. Los ensayos para eliminar esta última no han sido enteramente satisfactorios, pero aún así la mayor parte del sólido se encuentra como partículas irregulares y masas fibrosas muy distintas entre sí tanto por lo que respecta al tamaño de las partículas como a la igualdad de la dureza con relación a la porosidad. Este material es completamente inadecuado para la producción de polvo de moldear sin un ulterior tratamiento y la práctica normal es la de moler el derivado de celulosa en un polvo fino antes de emprender su ulterior manipulación. En esta fase es importante advertir que una vez que el derivado de celulosa está finamente dividido al principio de la producción del polvo de moldear, se requiere el proceso adicional, subsiguiente a la plastificación, de transformar el material triturado en gránulos o briznas, conocido comunmente como "polvo" de moldear, requerido para el procedimiento de moldeo.

La plastificación de este material triturado y la adición de sustancias colorantes y de relleno puede efectuarse en los diversos modos normales conocidos en la industria. En uno de estos el derivado de celulosa y el plastificante se disuelven en un di-



solvente volátil para obtener una masa homogénea que se trabaja después entre rodillos calientes para expulsar el disolvente y para producir una hoja compacta del polímero plastificado. La conversión en polvo de moldear puede realizarse mediante disgregación o desmenuzamiento mecánico. Se conocen ya mezcladores especiales, rodillos laminadores, máquinas desmenuzadoras y sistemas de recuperación del disolvente, siendo inevitable el que se pierda algún plastificante durante la laminación. En un proceso de esta clase la forma física inicial del derivado de celulosa es de poca importancia ya que se presenta una disolución eventual.

La inconveniencia del procedimiento anterior se manifiesta por los ensayos o intentos realizados para efectuar la plastificación de los derivados de celulosa sin producir una disolución simultánea. En todos los desarrollos de este método, alguno de los cuales se describen después, se da la preferencia a un material inicial finamente molido. La consecuencia de esto es que se requiere un proceso de trabazón para formar las partículas necesarias en el modelaje. En uno de estos procedimientos el derivado de celulosa se amasa con plastificante a una presión muy elevada y a temperaturas relativamente elevadas hasta que se forma una masa que puede laminarse y desmenuzarse. Además del gasto del mezclador a presión, es sabido que el derivado de celulosa se degrada a medida que se emplean temperaturas elevadas.

Más prometedores que ninguno de los métodos anteriores en la incorporación del plastificador sin disolución o desintegración, son los procedimientos en que el derivado de celulosa se agita en un medio acuoso conteniendo plastificantes y medios hinchadores volátiles. En efecto, el agente hinchador se absorbe preferentemente por el derivado de celulosa el cual luego absorbe al plastificador. El líquido acuoso remanente puede eliminarse y el sólido plastificado secarse. Patentes relativas a estos procedimientos son las de los números 421,115 y 421,332. En la primera de estas el medio acuoso contiene un agente humectador o



dispersor y los agentes hinchadores son preferentemente inmisci-  
bles con agua, reivindicándose específicamente hidrocarburos aro-  
máticos. En la segunda el agente hinchador es soluble en agua y  
no se halla presente ningún agente humectador o dispersor. Sin  
85 embargo en ambas patentes se requiere que el derivado de celulo-  
sa se encuentre preferentemente en estado finamente dividido.  
También se establece que se prefiere un tamaño uniforme en las  
partículas de modo que pueda realizarse una impregnación fácil y  
esta opinión viene a indicar que los derivados de celulosa, pre-  
90 cipitados como de ordinario, no habrán de ser adecuados. Con de-  
rivados de celulosa normalmente precipitados se requieren partí-  
culas finamente molidas para la absorción rápida y uniforme de  
agentes hinchadores y de plastificantes y su empleo presupone  
otros procedimientos de trabazón y molienda.

95 Ahora bien se ha descubierto que es posible preparar polvos  
de moldear por procedimientos similares a los reivindicados en  
las patentes 421,115 y 421,332 que sean convenientes para la ex-  
pulsión o inyección y para comprimir el moldeado sin ningún tra-  
tamiento posterior. Para este procedimiento es necesario emplear  
100 el derivado de celulosa en forma de gránulos grandes de tamaño  
uniforme y que sean altamente porosos. Estos resultados no se ob-  
tienen con derivados de celulosa como se los precipita normalmen-  
te. Se ha descubierto según el presente invento que, sin embargo,  
los gránulos porosos de un derivado de celulosa resultantes del  
105 método de precipitación descrito en nuestra solicitud simultánea  
nº 21.099/50 se prestan idealmente para la preparación de polvos  
de moldear por los métodos en que se absorbe el plastificante sin  
efectos de trabazón o de molturación.

El procedimiento de nuestro invento comprende la agitación  
110 de un derivado granular de celulosa, como el preparado por el  
procedimiento de la solicitud nº 21.099/50 y que puede contener  
también medios de relleno, pigmento, o sustancias colorantes, con



un medio, líquido conteniendo un plastificador, en tales condiciones que no tenga importancia la trabazón o molturación de las partículas del derivado de celulosa. El procedimiento de incorporación puede consistir convenientemente en una rotación o revolvi-  
115 miento ligero de los gránulos con el medio líquido y el plastificador. El carácter que se requiere en el medio líquido es el que debe estar constituido por una sustancia o contener una sustancia  
120 que pueda absorberse por el derivado de la celulosa y que favorezca la subsiguiente absorción del plastificador. Otra característica conveniente es la de que sea volátil, de modo que su eliminación al final del proceso pueda efectuarse por evaporación. Para cumplir este requisito su punto de ebullición en las condi-  
125 ciones atmosféricas normales no debe ser superior a 170°C. Ejemplos de líquidos volátiles adecuados son la acetona, el alcohol etílico y el benceno, estando su modo de utilización condicionado por su poder disolvente del derivado de celulosa. Por ejemplo la acetona no se utilizará normalmente sola ya que habría de produ-  
130 cir la disolución o trabazón de los granos. Se emplea en disolución acuosa diluida, conteniendo preferentemente unos 15 % de acetona en el peso total del líquido, y durante el proceso de incorporación se elimina algo de esta acetona de la disolución por el acetato de celulosa. El alcohol etílico puede también emplear-  
135 se en disolución acuosa, pero produce tan fuerte hinchazón del acetato de celulosa a ciertas concentraciones en agua, que preferimos emplearlo en estado puro. El medio líquido no es necesario que sea homogéneo y el benceno puede emplearse en la forma de una dispersión acuosa. Sin embargo por motivos económicos se prefiere  
140 el último método.

Los anteriores son ejemplos de lo que puede llamarse "medio de activación" y en la preparación de polvos de moldear los ésteres granulares de celulosa pueden primeramente tratarse con éste durante un breve tiempo antes de agregar los plastificantes al  
145 sistema. Alternativamente el plastificante puede agregarse al me-



150 dio de activación al principio del proceso. Nosotros preferimos que la relación del líquido total al derivado de celulosa sea próximamente de 4:1 en peso. Proporciones superiores a esta pueden sin embargo usarse aunque se presenta alguna pérdida de plastificador y sustancia colorante por la dispersión en volúmenes tan grandes de líquido que después se han de decantar de los gránulos.

155 La cantidad de plastificador incorporado se determina por las exigencias del producto finalmente moldeado y puede ser muy pequeña, por ejemplo de 15 % en peso del derivado de celulosa. Pero comúnmente la cantidad se encuentra entre 30 y 100 % de este peso. Los plastificadores pueden estar constituidos por uno o más plastificadores de los normalmente utilizados para derivados de la celulosa y pueden comprender los siguientes tipos:

160 ésteres orgánicos con punto de ebullición superior a 170° C  
fosfatos orgánicos  
sulfonamidas aromáticas.

165 Las sustancias colorantes preferidas son las solubles en el componente del medio de activación, que se absorbe preferentemente por el derivado de celulosa. Estas comprenden los llamados colores "solubles en aceite". Por otro lado los gránulos del derivado de celulosa pueden ellos mismos contener sustancias colorantes, pigmentos o medios de relleno de un tipo fibroso o no fibroso.

170 En el siguiente ejemplo se describen detalladamente dos métodos de preparar polvos de moldear por el procedimiento del invento, comparándose la calidad de los moldeados resultantes con los productos obtenidos por un proceso convencional.

175 Muestras de la misma masa de un acetato granular secundario de celulosa preparadas por el procedimiento de nuestra solicitud simultánea nº 21.099/50, se emplearon para cada uno de los tres ensayos.



Ensayo I Método de la acetona.

Una mezcla conteniendo:

- 180                      1.050 g de acetona  
                           615 g de agua  
                           700 g de ftalato de dimetilo  
                           300 g de fosfato de trifenilo

se agregó a 4.837 g de gránulos de acetato de celulosa conteniendo 69 % de agua.

El conjunto se agitó mediante rotación ligera durante un periodo de 2 horas, en cuyo tiempo el plastificador se absorbió completamente por el acetato de celulosa. Después de 20 minutos el 98,5 % del plastificador disponible completó la fase sólida.

- 190                      El líquido libre con un peso de 1.662 g se eliminó y los gránulos se privaron de agua y acetona por secado a 60° C.

Ensayo II Método del alcohol.

1000 g de granos de acetato de celulosa secados al aire se agitaron ligeramente durante 2 horas con un líquido conteniendo:

- 195                      1.635 g de alcohol etílico  
                           465 g de ftalato de dimetilo  
                           200 g de fosfato de trifenilo.

Después del tiempo anterior se absorbió todo el líquido libre y el alcohol se separó de los granos por secado a 60° C.

- 200 Ensayo III Procedimiento normal de tipo previamente conocido.

En éste los gránulos de acetato de celulosa se molieron en un polvo fino según el método usual de llevar a cabo este procedimiento.

- 205                      1000 g de acetato de celulosa molido y secado al aire se mezclaron íntimamente con un líquido conteniendo:

- 695 g de agua  
                           4.865 g de ftalato de dimetilo  
                           208,5 g de fosfato de trifenilo  
                           10 g de agente humectador.

19935028AE



210 El agente humectador fué uno de los vendidos con el nombre de Perminal W y fabricado por la Imperial Chemical Industries Limited.

Esta mezcla se laminó luego en rodillos mezcladores de caucho convencionales mantenidos a 100-120° C y la lámina se manipu-  
215 ló sobre los rodillos de manera que se asegurase la incorporación del plastificante y se evaporase el agua presente. La hoja seca se cortó luego finamente por via mecánica en las partículas echadas normalmente en las máquinas moldeadoras de inyección.

Las tres muestras resultantes de los anteriores ensayos se  
220 moldearon luego en barras de ensayo standar en una máquina moldeadora por inyección en las siguientes condiciones:

temperatura 160-165° C

presión 600 lbs por pul. cuad.

tiempo de inyección 4 segundos,

225 tiempo de refrigeración 60 segundos.

El examen visual de las barras de ensayo se presentó dife-  
rencias entre los productos de los diferentes ensayos por lo que se refiere a la claridad, acabado superficial, contracción y resistencia. Se realizó una determinación cuantitativa de la resis-  
230 tencia haciendo muescas en cada barra de un modo standar y determinando la resistencia al impacto en una máquina ideada para este objeto. Los resultados de este ensayo se señalan a continuación y representan valores medios de 12 barras de cada muestra.

	Ensayo I	Ensayo II	Ensayo III
235 Contenido de plastificante %	38,0	38,8	38,0
Resistencia al impacto, kilográmetros	1,92	2,04	1,85

Esto demuestra claramente que pueden obtenerse moldeados de resistencia satisfactoria empleando materiales preparados en conformidad con el presente invento.



199350

28



270 los puntos precedentes, en el que el derivado orgánico de celulosa es acetato de celulosa.

Tal y como se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 de Agosto de 1.951.

ANTONIO FERNANDEZ PASCUAL

R.A.

A handwritten signature in cursive script, appearing to read 'Antonio Fernandez Pascual', written over a horizontal line.