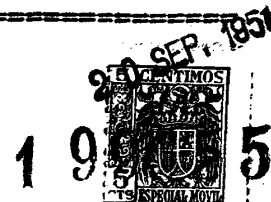


- PATENTE DE INVENCION -

19 9 6 5 5

I.C.I. Case N° P.10.213.



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Perfeccionamientos en la preparación de composiciones
"para la obtención de resinas sintéticas".

=====

SOLICITANTES:

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

=====

Este invento se refiere a nuevas composiciones o mezclas para obtener resinas sintéticas dotadas de una mayor estabilidad.

5. Un defecto común de las resinas sintéticas es que la exposición prolongada a los agentes atmosféricos, especialmente a la luz solar directa y brillante da lugar a la decadencia de sus características mecánicas y físicas. Esta decadencia o reducción se debe en gran parte a la oxidación, y, en determinadas circunstancias, constituye un serio inconveniente. Así,
10. por ejemplo, el aislamiento eléctrico constituido por resinas



sintéticas, está expuesto a convertirse en frágil, a que aumente su factor de potencia y a la pérdida de resistencia eléctrica, si se utilizan a la intemperie. Otro ejemplo es la inestabilidad del color en las resinas sintéticas al envejecer en contacto con la luz del sol.

15.

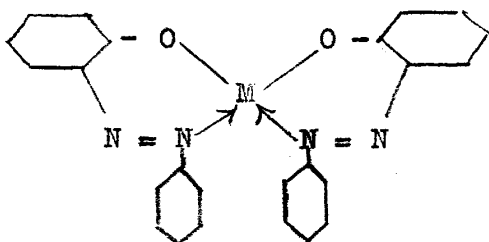
El objeto de este invento es proporcionar composiciones o mezclas para la obtención de resinas sintéticas dotadas de mayor estabilidad para la luz, especialmente para las radiaciones ultravioletas.

20.

De acuerdo con este invento, se obtiene una composición que comprende una resina sintética y no más del 10% en peso de la misma de un compuesto "organometálico" (heterocíclico) de cobre o níquel con un o-hidroxido-azo-compuesto aromático.

25.

Los compuestos organometálicos de las composiciones de este invento contienen el grupo



30.

en el que M es cobre o níquel y los anillos arfílicos pueden estar sustituidos, por ejemplo, por grupos alkilo, o arilo, o por grupos -OH, OR, NR₂ o COOR, en los que R es un grupo alkílico o arílico o puede enlazarse con otro u otros anillos arfílicos.

35.

Los ortohidroxido-azo-compuestos, para utilizar en la preparación de compuestos organometálicos, se obtienen muy fácilmente acoplando un diazo-compuesto aromático con un

199655

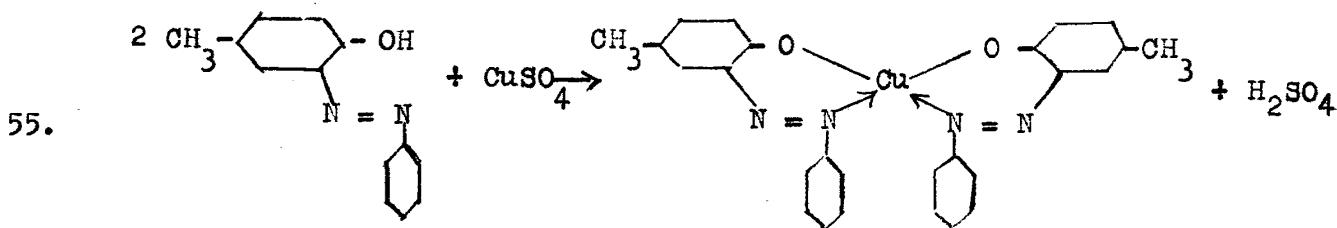
20 SEP



fenol, ya sustituido en la posición para.

Así pues, para facilidad de preparación, los compuestos organometálicos preferidos para usarse en las composiciones de este invento, son los derivados de azofenoles que están sustituidos en la posición para, con respecto al grupo hidroxilo. Los compuestos organometálicos adecuados incluyen los complejos de cobre y de níquel formados con benceno azo-p-cresol y benceno azo-β naftol. Se ha comprobado que en las composiciones a que este invento se refiere dan un resultado de una eficacia especial el cobre y el níquel bis-(benceno azo-p-cresol).

Los compuestos pueden prepararse mezclando el hidroxido-azo-compuesto adecuado con una base o sal del metal en presencia de álcali diluido. La preparación del derivado de cobre del benceno azo-p-cresol, empleando sulfato de cobre, puede representarse como sigue:



Los compuestos organometálicos empleados en las composiciones a que este invento se refiere, son eficaces con resinas sintéticas muy distintas, tales como poliestireno, cloruro polivinílico, superpoliamidas de cadena lineal y politeno. Las resinas sintéticas del tipo termoplástico son, en general, más susceptibles a la luz que los materiales termoestables y se utilizan con mayor frecuencia también en las aplicaciones en las que tiene importancia el aspecto y el color. Entre las resinas sintéticas termoplásticas,

199655



65. los hidrocarburos polimerizados, tales como el politeno, las superpoliamidas de cadena lineal (comunmente conocidas como nylon) y el cloruro polivinílico están especialmente expuestas a la degradación por oxidación fotoquímica, cuando se hallan bajo la acción de la luz del sol, y frecuentemente se utilizan sometidas a condiciones en las que esa oxidación puede presentarse, especialmente para aislamiento eléctrico de cables, y para conducciones y tuberías.

70. Otras aplicaciones en las que puede ocurrir la exposición a la luz solar, incluyen las películas para la envoltura y fines análogos, y , en el caso del nylon, los tejidos.

75. Consiguientemente, este invento tiene importancia especial en relación con el empleo a la intemperie de materiales termoplásticos, y especialmente de hidrocarburos polimerizados tales como el politeno, las superpoliamidas de cadena lineal y el cloruro de polivinilo.

80. El compuesto organometálico se emplea, con preferencia, en estado finamente dividido, y puede mezclarse con la resina sintética por cualquier método adecuado que dé lugar a la distribución completa y uniforme. El método especial utilizado, dependerá de la resina sintética determinada que haya de combinarse. Uno de los métodos consiste en realizar la mezcla moliendo los materiales por medio de rodillos calentados tales como los que se emplean en la preparación del caucho, o mediante otro equipo adecuado de molhenda o mezcla, tal como un mezclador Bambury. El compuesto organometálico puede añadirse también a una solución o suspensión de la resina sintética y eliminarse luego por vaporización el medio disolvente o de dispersión. Como variante, el compuesto organometálico puede incorporarse a la resina sintética en una etapa conveniente de la producción

85.

90.

95.

199655

- 5 -



de ésta.

100. A las composiciones a que este invento se refiere pueden incorporarse también otros ingredientes auxiliares tales como cargas, extensores, plastificantes, lubricantes, tintes, pigmentos, antioxidantes térmicos y análogos.

105. Los compuestos organometálicos no ejercen efecto serio sobre las demás propiedades físicas y mecánicas de las resinas sintéticas. Consiguientemente, las composiciones que constituyen el objeto de este invento pueden convertirse en películas, capas o revestimientos y fibras, o prepararse en forma de artículos moldeados, mediante la aplicación de técnicas convencionales.

110. Este invento se aclara, pero no se limita en modo alguno, por el ejemplo siguiente, en el que todas las partes indicadas son en peso:

EJEMPLO -

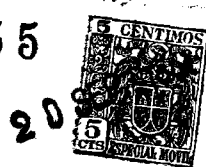
115. Durante 10 minutos se molieron a 150° C. con 1 parte de compuesto organometálico, 100 partes de politeno de una viscosidad de 400 poises a 190° C. y de un peso molecular medio de 12.000. El molino empleado para este objeto era de un tipo corrientemente empleado para moler caucho. La composición resultante se preparó en forma de hoja plana de un espesor de 0,5 mm. aproximadamente, comprimiéndola en una prensa de vapor durante 4 minutos a 160° C., entre platinas sometidas a una presión de 110 kilogramos por centímetro cuadrado.

120. Una mezcla de la hoja o película se sometió a ensayo exponiéndola, con una mezcla de una hoja o película del mismo politeno preparada de igual modo, pero exenta de compuesto organometálico, a una temperatura de 25° C. a la luz de una lámpara tubular de vapor de mercurio. La lámpara estaba

125.

199655

- 6 -



130. colocada en el centro de una vasija de sílice de dobles paredes entre las cuales circulaba una solución acuosa de sulfato de cobre que contenía 75 g. de este cuerpo ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) por litro. La cámara limitada por las paredes tenía un diámetro interno de 5 cm. y un diámetro externo de 8 cm.

Las muestras a ensayar se montaron en un tambor giratorio de 21 cm. de diámetro simétricamente colocado alrededor de la vasija que encerraba la lámpara, y a través del espacio comprendido entre el tambor y la vasija de sílice se hizo pasar continuamente una corriente de aire.

135. Por el paso a través de la solución de sulfato de cobre, se restringió la zona de longitudes de onda de la luz procedente de la lámpara de vapor de mercurio a valores superiores a 2,950 unidades Angstrom. Este límite inferior de 2,950 unidades Angstrom corresponde, aproximadamente, a la menor longitud de onda presente en la radiación solar.

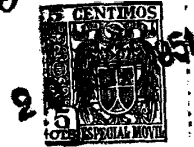
140. Después de un periodo de exposición se determinó la relación de la concentración de grupos carbonilo en las muestras tratadas y sin tratar, por mediación de la absorción infra-roja a "ondas de número 1720".

145. La concentración de grupos carbonilo en la muestra, proporciona la medida del grado en que se ha realizado la oxidación de dicha muestra. Además, dado que el factor de potencia del polietileno es directamente proporcional a la concentración de grupos carbonilo, la determinación de la relación antes descrita proporciona un método conveniente para comparar las eficiencias de diferentes compuestos como estabilizadores.

150. Se ensayaron del modo descrito el cobre y el níquel bis-(benceno-azo-p-cresol) y los resultados obtenidos se

199655

- 7 -



exponen en la tabla siguiente, en la que la cuarta columna indica las relaciones de las concentraciones de grupos carbonilo en las muestras tratadas y expuestas con respecto a las de la muestra no tratada y expuesta.

160.	Compuesto organometálico empleado.	% de compuesto organometálico presente.	Tiempo de exposición semanas.	Relación grupos carbonilo
	Cobre bis(benceno-azo-p-cresol)	1%	8	0,100
165.	Niquel bis(benceno-azo-p-cresol)	1%	8	0,014

N O T A

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 22 de Septiembre de 1950, nº 23.271 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 que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Perfeccionamientos en la preparación de composiciones para la obtención de resinas sintéticas "; caracterizándose por lo siguiente:

1º. = Perfeccionamientos en la preparación de composiciones para la obtención de resinas sintéticas,



185. caracterizados por una mezcla que contiene una resina sintética y no más del 10% en peso, con respecto a la misma, de un compuesto organometálico de cobre o níquel con un o-hidroxiazocompuesto aromático.

190. 2ª.= Perfeccionamientos según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizados porque el mencionado o-hidroxiazocompuesto aromático es el producto de la reacción de un diazocompuesto aromático con un fenol p-sustituído.

195. 3ª.= Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizados porque el compuesto organometálico es cobre bis-(benceno azo-p-cresol) o níquel bis (benceno azo-p-cresol)

4ª.= Perfeccionamientos según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la resina sintética es el politeno.

200. 5ª.= Perfeccionamientos en la preparación de composiciones para la obtención de resinas sintéticas, caracterizados por obtenerse una composición tal como antes se ha descrito con referencia especial al Ejemplo anterior.

205. 6ª.= Perfeccionamientos en la preparación de composiciones para la obtención de resinas sintéticas; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de ocho hojas escritas ~~en~~ máquina por una sola cara.

Madrid, 20 de septiembre de 1951.
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MOBET

