

**AÑO** 1.957

**Expediente núm.**



**23 8391**

**REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL**

**PATENTE DE INVENCIÓN** 238391

**MEMORIA DESCRIPTIVA**

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por 20 años, en España

a favor de

RUIROHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad alemana domiciliado en OBERHAUSEN-HOITEN (Alemania)

calle de - - - - - núm.

por:

PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE CUERPOS DE POLIESTILENO PLASTIFICADO.-

Nº 2584

Agente Sr. D. Rodolfo de la Torre Roselló



23 8391

23 8391

MEMORIA DESCRIPTIVA  
DE LA  
PATENTE DE INVENCION

que por -veinte años-, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de la firma RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en OBERHAUSEN-HOLTEN (Alemania), por: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE CUERPOS DE POLIETILENO PLASTIFICADO".

--o-o-o-o-o-o-o--

Se ha propuesto ya producir cuerpos de polietileno, prensando polietileno de partículas finas, especialmente polietileno en polvo, con pesos moleculares de más de 500.000, por ejemplo, más de 1.000.000, en varias fases de presión, siendo prensado en la segunda y tal vez en las siguientes fases de presión bajo influencia simultánea de calor hasta su plastificación.-

Primero se produce pués por presión mecánica y convenientemente a temperatura ambiente piezas en bruto cuyas dimensiones exteriores son mayores que las piezas acabadas posteriormente. Dichas piezas en bruto son transformadas a continuación por aplicación simultánea de calor bajo nuevo efecto de presión mecánica en polietileno plastificado aglomerado.

Dicho método operatorio alcanzaba muy buenos resultados,

238391



15 en lo que se refiere a la calidad, de las piezas producidas. Tambien  
se podía llevar a cabo el procedimiento con dispositivos conocidos -  
en la técnica de una manera sencilla. La fabricación de mayores pie-  
zas prensadas estaba sin embargo limitada debido a que el prensado en  
frio exigía primero presiones muy elevadas sobre toda la superficie de  
la pieza que se había de fabricar. El prensado en frio exige presiones  
20 mucho más elevadas que en las siguientes fases de presión aplicadas al  
material calentado antes o durante el proceso de prensado.

Ahora bien se ha encontrado que se puede eludir a estas di-  
ficultades, cuando se realiza el procedimiento para la fabricación de  
cuerpos de polietileno plastificado, tal vez mezclados con otros polí-  
25 meros, en dos fases de presión por lo menos, produciendo en la primera  
fase de presión sin aumento de la temperatura de un material en partí-  
culas finas piezas prensadas estables de forma que son plastificadas -  
a continuación en una segunda fase de presión después o durante su ca-  
lentamiento de tal manera que se coloca dos o más piezas prensadas re-  
30 sultantes de la 1ª fase de presión en la 2ª fase juntos una a otra por  
lo menos con una superficie, de tal manera que después del tratamien-  
to realizado forman una única pieza.-

Sorprendentemente se ha encontrado que los sitios de las unio-  
nes entre las diferentes piezas prensadas en frio quedaban a menudo in-  
35 visibles en la pieza total aglomerada posteriormente. Ante todo presen-  
tan dichas uniones sin embargo las mismas propiedades de resistencia -  
como las partes alrededor de ella. La gran ventaja del procedimiento  
de la invención consiste en el hecho de que es posible fabricar con la  
misma prensa hidráulica disponible cuerpos que son mucho más grandes -  
40 que anteriormente.-

Así pues puede producirse por ejemplo mediante el prensado  
en frio placas de 20 x 20 cm. de superficie y 3 cm. de grueso, pudien-  
do colocarse dichas placas una al lado de la otra en una matriz de las  
dimensiones de 1 x 2 metros. Si se prensa ahora a calor por lo menos -  
45 una vez nuevamente entonces se unen dichas placas en una tabla común de

1957 OCT 130



1 x 2 metros y 3 cm. de grueso, quedando invisible las uniones en la pieza acabada. Según una forma de realización del procedimiento no se calientan las diferentes placas en la segunda fase de presión sino ya antes, por ejemplo, en un armario calentador en un ambiente de gas de  
50 de protección.-

El procedimiento de la invención hace también posible colocar por ejemplo 5 placas de 5 x 10 cm. de grueso superpuestas, prensándolas para que la pieza acabada forme un bloque de 50 cm. de grueso aproximadamente. La fabricación de este bloque de una única pieza exigiría -  
55 debido a la poca conductibilidad térmica de polietileno demasiado tiempo para su calentamiento, haciendo así antieconómica su fabricación.

En consecuencia el procedimiento de la invención hace pues posible fabricar bloques de cualquier grueso.

En la práctica se procede mejor de tal manera que se prensa -  
60 en la primera fase del procedimiento a una presión que es por lo menos cinco veces superior a la presión en la 2ª fase. Según una forma de realización del procedimiento consisten las piezas prensadas en la primera fase en prismas con 6 superficies, encarándose rectangularmente la una hacia la otra, o en discos redondos o con contornos de otra forma, con  
65 superficies paralelas entre sí. Dichos prismas pueden colocarse en un plano uno al lado del otro o también colocarlos superpuestos los prismas o los discos. En muchos casos es conveniente colocar los prismas -  
uno al lado del otro y superpuestos.

Corrientemente se aplican pues piezas prensadas de igual composición química e iguales propiedades físicas para la segunda y tal vez para las fases de presión siguientes. El procedimiento incluye valor especial por el hecho de que puede unirse en una unidad también -  
70 piezas prensadas de diferentes constituciones en cuyo caso se procede convenientemente de tal manera que se coloca estas piezas distintas entre sí simétricamente, por ejemplo en capas. Así pues es posible unir  
75 los productos del prensado en frío de diferentes calidades en una única pieza, por ejemplo, piezas de diferentes colores, de diferentes pesos

238391



moleculares etc., para obtener de esta manera cuerpos constituidos por varias capas con efectos especiales en los colores y propiedades especiales en su resistencia.

En casos particulares se considera favorable añadir al polietileno otros polímeros, mezclándolos con el mismo. También puede aplicarse el procedimiento de la invención para la fabricación de cuerpos de polipropileno plastificado.-

Para el procedimiento de la solicitud debe emplearse en primer lugar polietileno de elevada molecularidad, o sea, por ejemplo, polietileno con pesos moleculares de más de 100.000, preferentemente de más de 500.000.- Dicho polietileno se obtiene mediante la polimerización de etileno a presiones de menos de 100 atmósferas aproximadamente y a temperaturas hasta 100° aproximadamente con aplicación de catalizadores constituidos por mezclas de combinaciones metalorgánicas, especialmente combinaciones de alquil alumínico, con combinaciones metálicas del grupo secundario 4°.-6° del sistema periódico, especialmente combinaciones titánicas, por ejemplo, tetracloruro titánico (véase *Angewandte Chemie* 67, (1955) pág. 541-547).

Los pesos moleculares indicados eran determinado por vía viscosimétrica.-

Ejemplo 1°.

Para la polimerización de etileno se usaba un recipiente agitador de vidrio de una cabida de 5 litros aproximadamente en que se introducía 2 litros de una fracción de hidrocarburo  $C_8-C_{10}$  resultante de la hidrogenación de óxido carbónico. Dicha fracción de hidrocarburo se había preparado mediante una hidrogenación realizada cerca de 250°, la refinación siguiente en ácido sulfúrico e intenso secamiento. Una vez enjuagado el recipiente de reacción con gas de etileno y calentado hasta 50° aproximadamente, se añadía, removiendo y pasando etileno, la solución catalítica, habiéndose preparado dicha solución catalítica de tal manera que se juntaba 100 cm<sup>3</sup> de la misma fracción de hidrocarburo  $C_8-C_{10}$  con 1,08 gramos de monocloruro dietil alumínico y 0'42 gramos de -

230391



110 tetracloruro titánico, agitando todo esto una media hora aproximadamen-  
te intensamente.- Después de añadirse la solución catalítica se regula-  
ba la temperatura de reacción a 75°. aproximadamente. Después de una -  
duración de la reacción de 12 horas se habían formado 472 gramos de po-  
lietileno.-

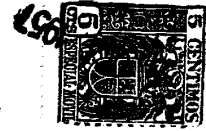
115 Ahora se filtraba la mezcla, tratando el remanente del filtra-  
do con el quintuplo en cantidad de lejía de sosa cáustica acuosa de 1%  
en un matraz agitador. Luego se calentaba la mezcla hasta su ebullición,  
siendo separados por destilación los restos todavía presentes de la frac-  
ción de hidrocarburo junto con vapor de agua. El remanente resultante -  
120 de la destilación era finalmente lavado con agua para liberarlo del al-  
calis y secado. El polietileno obtenido tenía un peso molecular deter-  
minado viscosimétricamente de 1.100.000.-

760 gramos del polietileno de alta molecularidad producido -  
de la manera antes mencionada y con un tamaño de grano promedio de 100/<sup>u</sup>  
125 era extendidos en un molde de 20 centímetros de anchura y 20 centíme-  
tros de longitud, siendo prensada la masa en frío a una presión espe-  
cífica de 100 kgs./cm<sup>2</sup>. a temperatura del ambiente, obteniéndose piezas  
prensadas de las dimensiones 20 x 20 por 2'8 centímetros.

20 de dichas piezas prensadas eran colocadas ahora una al la-  
130 do de la otra, 5 cada vez en una fila, en un molde de 100 x 80 centíme-  
tros. Dicho molde era expuesto a una temperatura de 150°g. en una pren-  
sa dotada de planchas de prensa calentables 6 horas a la presión espe-  
cífica de 10 kilos/cm<sup>2</sup>. Después del enfriamiento se obtenía una placa  
de polielefina plastificada que pesaba 1'5 kilos, siendo dicha placa -  
135 completamente homogénea. En las uniones entre las piezas prensadas ori-  
ginales se podía medir en la pieza total aglomerada posteriormente las  
mismas propiedades de resistencia como en las partes que las rodeaba.-

La fabricación de las placas de 100 x 80 centímetros se hacía  
de otra forma de realización de tal manera que las piezas prensadas en  
140 frío en la 1ª fase de presión eran calentadas en el armario calentador  
hasta 160° en el ambiente de gas de protección. A continuación se colo-

238391



caban las placas calientes en el molde precalentada de 100 x 80 centímetros, una al lado de la otra y prensados en una prensa no calentada o solamente débilmente calentada.- Tambien se obtenía en este procedimiento  
145 placas con las mismas cualidades igual de buenas como anteriormente.-

Ejemplo 2º.

El polietileno empleado en el ejemplo 1º. con un peso molecular de 1.100.000 aproximadamente, determinado viscosimétricamente, era  
150 empleado tambien en este ensayo, prensándose 38 kilos de dicho material en frío en un molde de 50 cm. de anchura y 80 cm. de longitud a una presión específica de 130 kilos/cm<sup>2</sup>. Se obtenían en este proceso piezas pre-prensadas de un grueso de 14,2 cm.-

Las piezas prensadas en frío eran prensadas ahora 8 horas aprox.  
155 en una prensa calentable a una presión de 10 kilos/cm<sup>2</sup>; y a una temperatura de 160º, transformándose en placas. A continuación eran superpuestas las placas calientes y prensadas veinte minutos sin admitir más calor, a una presión específica de 18 kilos/cm<sup>2</sup>., obteniéndose un bloque de polietileno de 152 kilos de peso y de las dimensiones de 50 x 80 x  
160 32 cm.-

Dicho bloque era completamente homogéneo, no observándose ninguna disminución de las propiedades de resistencia en las uniones.-

- REIVINDICACIONES -

Se reivindica como de la propia y nueva invención la propiedad y explotación  
165 exclusiva de :

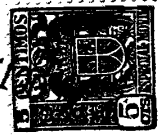
1). Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plastificado, tal vez en mezcla con otros polímeros, en al menos dos fases de presión, produciéndose en la primera fase de presión sin aumento de temperatura piezas prensadas estables en su forma de un material que  
170 consiste en partículas finas, que seguidamente son plastificadas en una segunda fase de presión después o durante su calentamiento, caracterizado porque se coloca dos o más piezas prensadas, resultantes de la primera fase de presión, juntos por lo menos con una superficie una al lado de

238391



- la otra, de modo que forman las mismas después del tratamiento que se  
175 ha de realizar en este proceso una pieza única.-
- 2.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-  
ficado, según reivindicación 1ª, caracterizado porque se prensa en la -  
primera fase a una presión, por lo menos, cinco veces superior a la pre-  
sión aplicada en la segunda fase de presión.
- 180 3.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-  
ficado, según reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque consisten  
las piezas prensadas después de la primera fase en prismas con 6 super-  
ficies laterales que se encaran mutuamente en forma rectangular o en con-  
tornos redondos o de otra forma con superficies puestas paralelas.
- 185 4.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-  
ficado, según reivindicaciones 1ª - 3ª, caracterizado porque se colocan  
los prismas uno al lado del otro en un plano.
- 5.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-  
ficado, según reivindicaciones 1ª - 3ª, caracterizado porque se super-  
170 ponen mutuamente los prismas o discos formados.
- 6.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-  
ficado, según reivindicaciones 1ª - 5ª, caracterizado porque se colocan  
los prismas uno al lado del otro y superpuestos.
- 7.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-  
175 ficado, según reivindicaciones 1ª - 6ª, caracterizado porque se utiliza  
piezas prensadas de la misma composición química y las mismas cualidades  
físicas.-
- 8.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-  
ficado, según reivindicaciones 1ª - 7ª, caracterizado porque se unen -  
180 piezas prensadas de diferentes características en una pieza única.
- 9.- Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-  
ficado, según reivindicaciones 1ª - 8ª, caracterizado porque se colocan  
las piezas prensadas, diferentes entre sí, uniformemente, por ejemplo,  
en capas.-
- 185 10. Procedimiento para la fabricación de cuerpos de polietileno plasti-

238391



ficado, según reivindicaciones 1ª - 9ª caracterizado porque se emplean polietilenos con pesos moleculares de por lo menos 100.000, preferentemente al menos 500.000, que se había obtenido por la polimerización de etileno a presiones de menos de 100 atmósferas y a temperaturas hasta -190 100º aproximadamente con aplicación de catalizadores constituidos por mezclas de combinaciones metalorgánicas, especialmente, de combinaciones de alquil alumínico, con combinaciones metálicas del grupo secundario 4ª.-6ª del sistema periódico, especialmente, con combinaciones titánicas, por ejemplo, tetracloruro titánico.

195 11. "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE CUERPOS DE POLIETILENO PLASTIFICADO".

Consta la presente memoria descriptiva de -ocho- hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

MADRID, 4 Noviembre de 1.957.

Adolfo de la Torre  
P. B.