

AÑO

Expediente núm.



243044

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE **INVENCION.**

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

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

a favor de

PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques et de nacionalidad
Electrometallurgiques, entidad francesa.

..... domiciliado en 23, Rue Balzac,

..... ~~.....~~ PARIS, Francia. núm.

por:

« Procedimiento para mejorar las propiedades de elevados
polímeros".

Nº 8975

Agente Sr. Gómez-Acebo y Modet.

PATENTE DE INVENCION

B.678 A1

243044



11 JUL 1961

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para mejorar las propiedades de
"elevados polímeros".

=====

Solicitante: PECHINEY Compagnie de Produits Chimiques et
Electrometallurgiques, entidad francesa, domiciliada
en 23 Rue Balzac, PARIS, Francia.

=====

La presente invención se relaciona con un procedimiento que tiene por principal objeto modificar la estructura física de toda clase de polímeros vinílicos no reticulados, con objeto de facilitar su transformación por el usuario en objetos acabados de propiedades perfeccionadas y reducir el precio de esta transformación. Además, este procedimiento elimina del polímero ciertas impurezas que perjudican su estabilidad y el aspecto del producto acabado.

243044



- 2 -

Este procedimiento mejora, en particular, las propiedades siguientes, requeridas por el usuario.

- Puesta en solución a la temperatura ordinaria.
- Fraguado del plastificante en frío.
- 5. - Plastificación rápida y homogénea en caliente.
- Ausencia de coloración, transparencia, adherencia, etc...

- El procedimiento que constituye el objeto de la presente invención consiste en disolver el alto
10. polímero en un disolvente conveniente, en separar las fracciones insolubles, si las hay, por un procedimiento mecánico cualquiera, filtración, creado, centrifugación, etc..., precipitar después la resina en forma de finas partículas añadiendo, con agitación, a la solución
15. *cu* filtrada, un líquido orgánico miscible ^{en} / el disolvente, pero que no disuelve el polímero. El polímero precipitado, se filtra finalmente o se decanta, se lava y se seca.

- Este tratamiento se aplica a toda clase de polímeros y da resultados particularmente interesantes
20. en los casos siguientes:

- polímeros y copolímeros a base de cloruros de polivinilo, tales como los cloruros de polivinilos preparados en suspensión o en emulsión, los copolímeros de cloruro de vinilo-acetato de vinilo, particularmente los
- 25. productos ricos en cloruro de vinilo, los copolímeros cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno y particularmente los productos ricos en cloruro de vinilo;

- polímeros y copolímeros a base de metacrilato de metilo preparados en suspensión o en emulsión, y para
- 30. los cuales particularmente la transparencia y la ausencia



de coloración son dos propiedades fundamentales.

La naturaleza del disolvente, así como la del precipitante a emplear, depende evidentemente del tipo de polímero tratado. Por lo general se emplean disolventes enérgicos del tipo cetónico. La disolución se efectúa por calentamiento y en ciertos casos es necesario operar a presión para poder exceder la temperatura de ebullición normal del disolvente. Asimismo, la filtración y la precipitación pueden hacerse a presión normal o a presión superior a la normal.

Como precipitante puede utilizarse un alcohol, ya sea en estado puro, ya sea en estado de mezcla con el disolvente para evitar las precipitaciones locales; por la misma razón, con objeto de obtener una precipitación homogénea, es necesaria una fuerte agitación en el curso de esta operación.

Los ejemplos siguientes están destinados a ilustrar el presente invento sin limitarlo, a los casos que en los mismos se tratan.

EJEMPLO 1.

500 g. de un copolímero cloruro de polivinilo-acetato de polivinilo cuya viscosidad es de 0,62 calculada en solución a 0,5 % en la ciclohexanona a 20° C. y que se presenta en forma de granos esféricos parcialmente transparentes de 200 μ alrededor de diámetro, se disuelven en 1500 g. de acetona con agitación. La disolución es total después de 2 horas de calentamiento a una temperatura de 80° C. a 2 kg. de presión alrededor. La solución obtenida se filtra previamente por una tela para eliminar todas las impurezas extrañas o insolubles, después se

243044



- 4 -

agita y se la añade metanol, El copolímero se precipita en forma de gránulos esferoidales de 5 a 10 μ de diámetro parcialmente unidos entre sí y formando aglomerados de 30 a 50 μ .

5. Cuando se han añadido 1.500 kg. de metanol, se destila la acetona que arrastra de 15 a 20% de su peso de metanol.

10. El precipitado se filtra/después, se lava una vez con metanol limpio, se seca a una temperatura de 50-55° hasta un peso constante. La viscosidad reducida a 0,5% en la ciclohexanona a 20° C. es de 0,64.

15. El copolímero seco se disuelve en algunos minutos a la temperatura ambiente (20-25°) en una mezcla tolueno 50-metil etil cetona 50 y da una solución límpida e incolora, la película que de ella resulta es incolora y perfectamente transparente.

EJEMPLO 2 -

20. 500 g. de un copolímero ^{cloruro}/de polivinilo-acetato de polivinilo a 12% de este último, que se presenta en estado de esferas muy toscas (rechazo de tamiz), de incrustaciones o costras de autoclave y de residuos, se disuelven en 1.500 kgs. de acetona con agitación y por calentamiento durante 4 horas a una temperatura de 80° a 2 kg. de presión alrededor.

25. Por filtración en un filtro de arena, la solución se limpia de las impurezas y de los insolubles que pueda encerrar y se hace límpida. Se la añade entonces 1.500 kg. de metanol con agitación, el copolímero se precipita en forma idéntica a la del ejemplo 1, se
30. destila la acetona en un ligero vacío (500 mm.Hg.).

243044



- 5 -

El precipitado se filtra, se lava una vez con metanol limpio, se seca en la estufa a 50-55° hasta un peso constante.

5. El copolímero seco se disuelve en algunos minutos a la temperatura ambiente en una mezcla tolueno 50-metil etil cetona 50 y da una solución límpida e incolora; la película que de ello resulta es incolora y perfectamente transparente.

EJEMPLO 3.

10. 500 g. de un copolímero cloruro de polivinilo-acetato de polivinilo a 13% de este último que tiene una viscosidad reducida de 3,5 (calculada a 0,5% en la ciclohexanona a 20°) obtenido por polimerización en emulsión en presencia de estearato de potasa como emulsificante, del complejo persulfato de potasio y de metabisulfito de potasio como iniciador y coagulación por una sal de calcio y que se presenta en estado de partículas "mottées" (aterronadas) se disuelve en 1.500 kg. de acetona en las mismas condiciones que en el ejemplo 2 con buena agitación.

15. La solución obtenida que es opaca y que encierra numerosos insolubles se filtra sobre un filtro de arena y se hace perfectamente límpida.

20. El copolímero se precipita por una mezcla 50/50 metanol agua y se trata como en el ejemplo 2.

25. El producto secado a temperatura inferior a 55° C. se presenta en forma de aglomerados de 30 a 50 μ de diámetro. Se disuelve en algunos minutos a la temperatura ambiente (20-25°) sin precauciones especiales en la mezcla tolueno 50-metil etil cetona 50 y da una solución
- 30.

243044

243044



11 JUL

- 6 -

límpida e incolora. La película que de ella resulta es incolora y transparente.

EJEMPLO 4 -

5. 100 g. de cloruro de polivinilo que tiene una viscosidad reducida de 1,1 (calculada a 0,5% en la ciclohexanona a 20°), constituidos por unés rechazos de tamiz se disuelve con buena agitación en 2 litros de ciclohexanona a 60° C. La solución filtrada sobre un lecho de arena se precipita después en frío por 5 litros de metanol con buena agitación. El producto precipitado se lava después dos veces con metanol, luego con agua y se seca a temperatura inferior a 60° C.

15. 50 g. de este producto mezclados con 30 g. de D.C.P. y 0,5 g. de estearato de bario cadmio dán en frío, un polvo fácilmente manejable que se gelifica muy fácilmente a 155° C. en un mezclador cilíndrico dando unas hojas plastificadas que no presentan defectos físicos.

20. El producto inicial se mezcla muy mal con el plastificante y dá unas hojas, aún después de un tratamiento prolongado a 155°, salpicadas de granos.

N O T A

25. Describa 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 solicitud de patente presentada en Francia con fecha 15 de julio de 1957 bajo el nº 743.256 (Adición), y acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios
- 30.

243044

243044

- 7 -



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 : " Procedimiento para mejorar las propiedades de elevados polímeros"; caracterizándose por lo siguiente:

5.

1ª.- Procedimiento para mejorar las propiedades de elevados polímeros, y de copolímeros vinílicos no reticulados, caracterizándose dicho procedimiento porque se disuelve en caliente el polímero en un disolvente en el que es soluble, se filtra la solución, se la hace precipitar con gran agitación mediante adición de un líquido no disolvente miscible al líquido disolvente y después se separa, se lava y se seca el polvo de polímero.

10.

15.

2ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el polímero tratado es el cloruro de polivinilo o un copolímero rico en cloruro de vinilo preparado en emulsión o en suspensión.

20.

3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizándose porque el disolvente es una cetona.

25.

4ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizándose porque el polímero se disuelve en el disolvente a una temperatura superior a la temperatura de ebullición normal del disolvente, efectuándose la operación con agitación en un autoclave.

30.

5ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque el líquido precipitante es un alcohol empleado ya sea en estado puro, ya sea en estado de mezcla con una pequeña proporción de

243044

- 8 -



11 JUL

disolvente.

5. 6^a.- Procedimiento para mejorar las propiedades de elevados polimeros; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

11 JUL. 1958
PUCHENEY Compagnie de Produits
Chimiques et Electrometallurgiques.

J. BOMEZ AGRO Y MOSES