

AÑO

Expediente núm.



248693

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

248693

PATENTE DE INVENCIÓN.

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

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

a favor de

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, de nacionalidad
entidad inglesa. domiciliado en Imperial Chemical House,
caso de Millbank, Londres, Inglaterra. núm.

por:

"Procedimiento para la obtención de polímeros segmentados".

Nº 14413

Agente Sr. Gómez-Acebo y Modet.

PATENTES DE INVENCION

16



ICI. 58/15 - Case P:13.452.

Memoria Descriptiva 248693

sobre:

"Procedimiento para la obtención de polímeros segmentados".

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
entidad inglesa, residente en
Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, Inglaterra.

=====

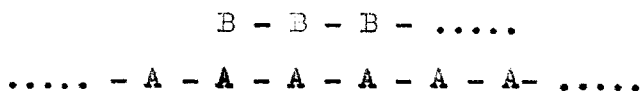
Este invento se refiere a un procedimiento para la obtención de materiales polímeros.

Quando se utiliza el procedimiento de este invento para la obtención de copolímeros, los productos
5. obtenidos se caracterizan por la presencia en la molécula

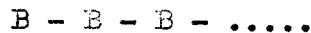


248693

5. de largos segmentos homopolímeros. Estos copolímeros se conocen con el nombre de copolímeros segmentados. Pueden ser del tipo denominado copolímeros de enlace, que consisten en moléculas dotadas de una columna o esqueleto de un polímero de una variedad, y en cadenas o ramificaciones laterales de un polímero distinto y, por tanto, tienen una estructura del tipo



10.



en la que A representa el grupo monómero del polímero que constituye la columna de esqueleto del copolímero, y B representa el grupo monómero que constituye las cadenas o ramificaciones laterales. Pueden ser también

15.

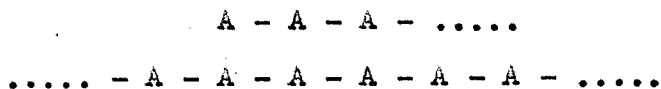
del tipo conocido como copolímeros de bloque, que tienen una estructura del tipo $\dots - A - A - A - A - B - B - B - B - \dots$. Los copolímeros obtenidos por el procedimiento de este invento, pueden tener también moléculas en las que estén presentes los dos tipos citados de estructuras, o sea pueden ser combinaciones de copolímeros de enlace y de copolímeros de bloque.

20.

El procedimiento a que este invento se refiere, puede usarse también para modificar la estructura molecular de homopolímeros. Así, un homopolímero de estructura esencialmente lineal

25.

$\dots - A - A - A - A - A - A - \dots$ puede convertirse en otro que tenga una estructura ramificada del tipo



30.





248693

De este modo, es posible modificar distintas propiedades, por ejemplo las características de solubilidad, de los homopolímeros.

5. En esta memoria, la expresión polímeros segmentados, se utiliza como término genérico que abarca los homopolímeros dotados de una estructura ramificada del tipo antes indicado, y también los copolímeros segmentados.

10. De acuerdo con este invento, se proporciona un procedimiento para la obtención de polímeros segmentados, en el que un polímero elevado termoplástico y normalmente sólido, se mastica en una atmósfera que contenga oxígeno, a una temperatura inferior a 170°C.; por cuyo medio se forman en el polímero grupos peróxido, y a continuación se somete a condiciones que den lugar a la descomposición de los grupos peróxido, en presencia de un compuesto 15. monómero que contenga uno o dos enlaces dobles olefínicos y sea capaz de polimerizarse sometido a la influencia de radicales libres; esta última etapa se lleva a cabo en ausencia de concentración de oxígeno, que en otro caso, 20. inhibiría la polimerización del mencionado compuesto monómero.

25. El polímero elevado termoplástico y normalmente sólido, usado en el procedimiento de este invento, puede ser de origen sintético o natural. Si se usa un polímero sintético, puede ser del tipo de adición, o bien del tipo de condensación. Los ejemplos de polímeros del tipo de adición, comprenden: polietano, polipropileno, polisisobutileno, poliestireno, cloruro de polivinilo, acetato de polivinilo, alcohol polivinílico, formal 30. polivinílico, butiral polivinílico, poli-N-vinil-piroli-

248693



5. dona, piridinas polivinílicas, cloruro de polivinilideno, metacrilato de polimetilo, metacrilato de polibutilo, poliacrilonitrilo, politrifluoronocloroetileno, polibutadieno-1,3, poliisopreno y policloropreno. Pueden también usarse interpolímeros y mezclas de polímeros, por ejemplo interpolímeros de butadieno 1,3 y estireno, acrilonitrilo o metacrilato de metilo. Son ejemplos de polímeros del tipo de condensación de uso posible; glicoles polietilénicos, superpoliesteres, superpoliamidas, 10. poliuretanos, poliureas, polisulfanidas y polisiloxanos. Como ejemplos de polímeros de origen natural que pueden usarse, figuran el caucho natural, el caucho natural ciclado, los cloruros de caucho, el caucho clorado, la gutapercha y los esteres, éteres y acetales de celulosa.
15. La masticación del polímero, puede realizarse en un molino de rodillos abiertos en presencia del oxígeno atmosférico. Se prefiere sin embargo llevar a cabo la masticación en presencia de una concentración de oxígeno superior a la normalmente presente en la atmósfera. Puede 20. realizarse esto, dirigiendo una corriente de oxígeno sobre el polímero, mientras se muele. Es más conveniente, sin embargo, masticar el polímero en una cámara cerrada a la que se suministra oxígeno. Se prefiere por tanto, llevar a cabo la masticación en un mezclador interno cerrado,
25. dotado de un espacio o cámara de gas a la que se suministra oxígeno, o, como variante, en un impulsor al interior del cual se introduce oxígeno bien a través del tubo de alimentación dirigido al interior de la artesa, o bien a través de una abertura descentrada en el barrilete o hélice,
30. que se abre en el espacio comprendido entre el barril y



248693

la hélice, a una corta distancia de la artesa, en la dirección en que se desplaza el polímero a través del expulsor.

5. El polímero, con preferencia, se mastica a una temperatura a la que puede aplicarse al mismo el esfuerzo máximo de cizallamiento, por el equipo de masticación usado. Cuando se utilizan polímeros amorfos, esto significa que la temperatura, con preferencia, está entre 20°C. por debajo del punto de reblandecimiento del polímero,
10. determinada por el ensayo D. 648 de distorsión térmica, de la Sociedad Americana de Ensayos de Materiales y 170°C. Por el contrario, cuando se usan polímeros cristalinos, por ejemplo polieteno y cloruro de polivinilideno, la temperatura preferida está comprendida entre unos 20°C. por debajo del punto de fusión cristalina del polímero
15. y alrededor de 45°C. por encima del punto de fusión cristalina, a 170°C., según el que sea inferior.

20. Con objeto de que la temperatura del polímero pueda controlarse adecuadamente durante la masticación, el equipo utilizado ha de estar provisto de medios eficientes para calentar y/o enfriar el material sometido a masticación.

25. Si se desea, puede incorporarse al polímero durante la masticación, un catalizador de polimerización de peróxido orgánico u otro tipo libre de radicales, que no se descomponga rápidamente a la temperatura a que el polímero se mastica, con objeto de aumentar el grado y ritmo de obtención del polímero segmentado, en la segunda etapa del procedimiento de este invento. Para
30. este objeto, el peróxido de butilo terciario es un



248693

catalizador especialmente adecuado.

5. Después de la masticación, el polímero puede convertirse inmediatamente en un polímero segmentado pero, como variante, si se desea, puede almacenarse indefinidamente a temperaturas de hasta unos 40°C. Si el polímero masticado ha de almacenarse antes de convertirse en un polímero segmentado, se transforma, con preferencia en gránulos o virutas. Así, si la masticación se realiza en un molino de rodillos, el polímero puede retirarse del molino en forma de una plancha, e introducirse en una
10. cortadora Masson, o equipo de fraccionamiento análogo, Los polímeros que se han masticado en un mezclador interno, pueden convertirse análogamente a la forma de planchas, por medio de rodillos, y desintegrarse a continuación.
15. Por el contrario, si la masticación se realiza en un expulsor, el polímero masticado puede cortarse en pedazos pequeños al salir del expulsor, de modo conocido, por ejemplo mediante una cortadora rotativa.

20. Los compuestos monómeros adecuados para usarse en la segunda etapa del procedimiento de este invento, comprenden: ácido acrílico y sus ésteres con alcoholes saturados, por ejemplo acrilato de metilo, de etilo y de n-butilo; ácidos acrílicos sustituidos y sus ésteres con alcoholes saturados, por ejemplo ácido metacrílico, metacrilato de metilo, de etilo, de n-butilo, de 2-etoxi-
25. etilo y de 2-cloro-etilo; nitrilos y anidas de ácido acrílico y de ácidos acrílicos sustituidos, por ejemplo acrilonitrilo, metacrilonitrilo, acrilamida y n-butil acrilanida, compuestos de vinilideno, por ejemplo cloruro
30. de vinilideno y metil-isopropenil ketona; compuestos de



248693

- vinilo, por ejemplo cloruro de vinilo, estireno, estirenos sustituidos, por ejemplo vinil-toluenos y ácidos vinil-tolueno-sulfónicos, acetato de vinilo, metil-vinil ketona, N-vinil pirolidona, vinil-piridinas y vinil-carbazol; y compuestos en los que el enlace doble olefínico forma parte de una estructura en anillo, por ejemplo acenaftaleno. Pueden usarse también compuestos monómeros que contengan más de un enlace doble olefínico, entre ellos los compuestos que contengan enlaces dobles olefínicos conjugados, por ejemplo, butadieno, isopreno, cloropreno y divinil-benceno, y compuestos en los que los enlaces dobles olefínicos no estén conjugados, tal como ésteres de ácido acrílico y de ácidos acrílicos sustituidos, con alcoholes no saturados o glicoles, por ejemplo el acrilato de alilo, el metacrilato de alilo y el dimetacrilato de etileno.
- 5.
- 10.
- 15.

El compuesto monómero puede usarse como tal, o en forma de una solución en un disolvente inerte.

- Se comprenderá que si el polímero elevado normalmente sólido utilizado en el procedimiento de este invento es uno que se haya obtenido por la polimerización con radicales libres de un compuesto monómero que contenga un enlace doble olefínico, y el compuesto monómero usado en la segunda etapa del procedimiento es igual al de que se deriva el polímero, el producto será un polímero segmentado del tipo homopolímero. Por el contrario, si el compuesto monómero es uno que se polimerice para proporcionar un polímero de estructura distinta a la del polímero usado, el producto será un copolímero segmentado.
- 20.
- 25.
- 30.

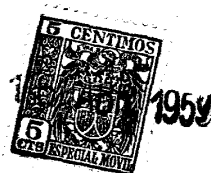


248693

Se conocen varios métodos para dar lugar a la descomposición de los grupos peróxidos, y puede usarse cualquiera de ellos en la segunda etapa del procedimiento de este invento.

5. Un método muy conveniente, consiste sencillamente en calentar la mezcla del polímero que contenga grupos peróxidos, y del compuesto monómero, a una temperatura superior a unos 50°C., y, con preferencia, entre 100 y 170°C., dado que dentro de la zona de 50 a 100°C. el ritmo de obtención del polímero segmentado, prosigue más lentamente de lo que conviene corrientemente. Las temperaturas superiores a 170°C. pueden utilizarse para lograr un grado elevado de reacción, si se desea, a condición de que aquellas no exceden de la temperatura en que el ritmo de despolimerización del polímero, excede del ritmo de polimerización del compuesto monómero. La mezcla de polímero y de compuesto monómero, puede calentarse en cualquier forma adecuada de aparato, por ejemplo en un auto-clave provisto de agitador. Con objeto de evitar cualquier dificultad en la retirada del polímero segmentado del recipiente en el que se realiza el calentamiento, especialmente si la temperatura usada excede de la temperatura de fusión del polímero, se prefiere calentar la mezcla de polímero y de compuesto monómero en un recipiente cilíndrico a través del cual se impulsa la mezcla por medio de un transportador de hélice, por ejemplo en un expulsor.

30. Los grupos peróxido pueden hacerse descomponer a temperaturas inferiores, también por el empleo de



248693

- agentes reductores, tales como las empleadas en los sistemas de activación de la reducción, usados para iniciar las reacciones de polimerización. Dichos agentes se utilizan con preferencia en presencia de una fase acuosa, en la que el compuesto monómero puede disolverse, si es soluble en agua, o dispersarse o emulsionarse si no es soluble en agua. El empleo de agua, no es esencial, dado que algunos agentes reductores, por ejemplo varias aminas, pueden usarse disueltas en el compuesto monómero en ausencia de agua, pero en general se realiza la polimerización más rápida en presencia de una fase acuosa. El empleo de una fase acuosa que contenga disuelto un agente emulsionador, por ejemplo cuando se usa una emulsión del compuesto monómero, es ventajoso como medio para mejorar el contacto entre el compuesto monómero y el polímero, cuando este no se moja fácilmente por el compuesto monómero. Como ejemplos de agentes reductores preferidos, pueden citarse: los sulfitos, bisulfitos y otras sales solubles en agua, de óxidos de azufre con propiedades reductoras, el ácido fenil-sulfínico, la fenil hidracina, y el tio- β -nifto. La efectividad de estos agentes reductores puede aumentarse por la adición de activadores, especialmente trazas de sales de metales densos, por ejemplo hierro. La presencia de agentes "de reunión" tales como el pirofosfato sódico, es también frecuentemente beneficiosa. Otros agentes reductores especialmente adecuados, comprenden azúcares, especialmente fructosa en presencia de iones ferrosos, y distintas aminas, especialmente las aminas de la
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



248693

- fórmula $N(HH.(CH_2)_2)_nNH_2$ y $N(HH.(CH_2)_3)_nNH$ en las que n es un entero de 2 a 10, por ejemplo la dietileno-triamina, la trietileno-tetramina, la tetraetileno-pentamina, la pentaetileno-hexamina y la dipropileno-triamina. Otras aminas muy adecuadas, son la β -hidroxi-etil etilenodiamina ($HO.(CH_2)_2.NH.(CH_2)_2.NH_2$), y la trimetileno-diamina. Cuando el agente reductor se usa en presencia de una fase acuosa, su efectividad es a menudo influenciada por el pH de ésta. Se comprueba a menudo que son ventajosos valores del pH de entre 8 y 9. La temperatura óptima para descomponer los grupos peróxidos en el polímero, cuando se usa un agente reductor, dependerá del agente reductor y del activador especiales, si se emplea éste. Comúnmente variará entre $-20^{\circ}C.$ y 80 o $100^{\circ}C.$
- Otro método conveniente para descomponer los grupos peróxido en el polímero, es por irradiación con luz ultravioleta. La luz ultravioleta empleada para este objeto, tiene una longitud de onda comprendida entre 2.000 y 5.000 unidades Angstrom, siendo especialmente adecuadas las longitudes de 2.800 a 3.200 unidades Angstrom. La longitud de onda especial utilizada, dependerá de las características de transmisión de luz de las paredes del recipiente en el que se realiza la irradiación de la mezcla polímero/monómero. Por ejemplo, si las paredes son de vidrio ordinario, la luz transmitida es, principalmente, la que tiene una longitud de onda superior a 3.200 unidades Angstrom. La luz de longitudes de onda inferiores, puede usarse si las paredes del recipiente son de sílice. El ritmo en que



248693

se descomponen los grupos peróxido del polímero, por la luz ultravioleta, no está influenciado, en ningún grado apreciable, por la temperatura, y corrientemente conviene realizar la irradiación a temperaturas no muy distintas de la ambiente.

5.

Las temperaturas bajas a que es posible descomponer los grupos peróxidos en el polímero por medio de agentes reductores o de luz ultravioleta, son especialmente ventajosas cuando el compuesto monómero es gaseoso, dado que se desarrollan presiones inferiores, haciendo así posible el empleo de equipo más sencillo.

10.

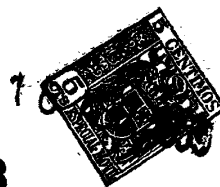
El oxígeno tiene un efecto retardador sobre la polimerización de muchos compuestos monómeros. Así pues, en general, es conveniente y en algunos casos esencial, excluir el oxígeno durante la segunda etapa del procedimiento de este invento, por ejemplo realizando esta etapa en equipo que previamente se haya evacuado o inundado con un gas inerte, tal como el nitrógeno, o que esté completamente lleno de la mezcla que se calienta. La exclusión de oxígeno no es preciso que sea rigurosa, por ejemplo, no es necesario evacuar el polímero o el compuesto monómero y en algunos casos, sin excluir el oxígeno es posible un ritmo rápido de polimerización. La necesidad o conveniencia de excluir el oxígeno está también afectada por otros factores tales como la ausencia o la presencia de inhibidores de polimerización en el polímero y en el compuesto monómero, por ejemplo, si se halla presente un inhibidor, puede ser más serio el efecto retardador debido a oxígeno.

15.

20.

25.

30.



248693

y en el material monómero. En algunos casos se comprueba que resulta beneficiosa una baja concentración de oxígeno, por aumentar el ritmo de polimerización.

- El procedimiento de este invento puede aplicarse por partidas o de modo continuo. En la fig. 1 del dibujo adjunto, se representa una forma conveniente de aparato para aplicar el invento en la práctica. El aparato representado en la fig. 1 es un expulsor de hélice sencilla, provisto de una tolva 1 en la que se deposita el polímero. Este, se desplaza a través del barrilete 2 del expulsor, por la hélice 3 de paso variable. El barrilete está rodeado por una serie de envolturas 4 a través de las cuales pueden hacerse circular los fluidos de caldeo y/o enfriamiento. Además, la hélice tiene un taladro 5 a lo largo de su eje, de tal modo que puede acoplarse un tubo con la hélice, para el suministro de fluido regulador de la temperatura. El barrilete está provisto de una abertura de entrada 6 a través de la cual puede introducirse oxígeno. Esta abertura de entrada se abre en el barrilete en un punto poco distante, más allá de la sección de compresión elevada de la hélice, como se indica en el dibujo, con objeto de evitar la circulación del oxígeno en sentido contrario a la del polímero, con la consiguiente pérdida de oxígeno a través de la tolva del expulsor. El polímero se mastica en presencia de oxígeno, a una temperatura adecuada, en la parte del barrilete comprendida entre la abertura de entrada 6 y la salida 7. El exceso de oxígeno se retira después de la masticación del polímero en esta sección del barrilete, aplicando una presión reducida a la abertura
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



248693

de salida 7. Esta abertura de salida, se abre al interior del barrilete en una sección de baja compresión de la hélice, después de una sección de compresión elevada, como se indica en el dibujo, con objeto de conseguir que la presión sobre el polímero cuando éste llega a la abertura de salida, no sea suficiente para hacerlo circular al interior de la abertura de salida. El barrilete está provisto de otra abertura de entrada 8 para la introducción del material monómero. La parte de la hélice comprendida entre la abertura de salida 7 y la de entrada 8, comprende una sección de compresión elevada, que realiza el doble papel de impedir el escape de oxígeno al interior de la parte de barrilete en la que se introduce el compuesto monómero, y de impedir la circulación de éste en sentido contrario a la del polímero. El polímero y el compuesto monómero, se calientan juntos a una temperatura a la que los grupos peróxido del polímero se descomponen en la sección de barrilete comprendida entre la puerta de entrada 8 y la matriz para la formación de un polímero segmentado, que finalmente se expulsa a través del orificio 10 de la matriz. Con objeto de obtener un elevado ritmo o grado de reacción, la parte de la hélice en esta última sección del barrilete, si se desea, puede disponerse para ejercer una acción de masticación sobre la mezcla de polímero y de compuesto monómero sometida a polimerización. Esto no es sin embargo esencial y, si se desea, esta parte de la hélice puede prepararse como transportador que ejerza solamente una suave acción de mezcla sobre la mezcla.

30. La fig. 2 del dibujo representa un tipo de



248693

51 hélice que puede usarse en lugar de la indicada en la fig. 1. El tipo variante de hélice, tiene profundidades variables de canal, en lugar de pasos variables. Se comprenderá, desde luego, que es posible emplear una hélice en la que varíen el paso y las profundidades del canal.

10. Si se desea, una o más de las aberturas de entrada y de salida en el barrilete del expulsor representado en el dibujo adjunto, pueden sustituirse por canales perforados en la hélice.

15. Este invento proporciona un procedimiento rápido y conveniente para la obtención de polímeros segmentados, de gran facilidad de aplicación. Resulta especialmente valioso para la obtención de copolímeros, dado que se obtienen polímeros segmentados que poseen a menudo una combinación de propiedades no asequibles por la copolimerización de mezclas de compuestos monómeros y adecuados para usarse en aplicaciones muy diversas según el polímero y el compuesto monómero especiales empleados en su obtención.

20.

Este invento se aclara, sin limitarse, por los ejemplos siguientes.

EJEMPLO 1.

25. Se colocaron 600 g. de gránulos de polieteno, vendido con el nombre de "Alkathene" (Marca Comercial Registrada), grado 2, en un mezclador y masticador universal Baker-Perkins, tamaño 3, para trabajo energético, y se masticaron durante 30 minutos a 120°C. haciendo girar un rotor a 42 r.p.m. y el otro a 49 r.p.m.,

30. mientras se hacía circular a través del mezclador una



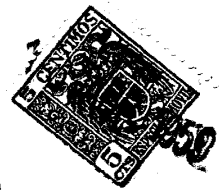
248693

5. corriente de oxígeno. El producto se trasladó a un recipiente de reacción, dotado de agitador, y se añadió al producto un peso igual al suyo de metacrilato de metilo, después de evacuar el recipiente. La mezcla se calentó a 150°C., con agitación, durante 1 hora. El producto se extrajo con tolueno hirviendo, y la parte de producto insoluble después de enfriarse en tolueno, que contenía el copolímero segmentado, se recogió y se secó. El análisis demostró que dicho
10. producto contenía 3,3% en peso de metacrilato de metilo polimerizado.

15. Este copolímero segmentado, se comprobó que tenía buenas propiedades para el calandrado y que proporcionaba hojas de un excelente terminado superficial. Estas hojas tenían un elevado grado de transparencia a la luz visible, pero a diferencia de las películas del polieteno no modificado, se observó que absorbía energéticamente la radiación infra-roja. Así
20. pues, eran muy adecuadas para usarse como materiales de revestimiento en los invernáculos, armazones para jardines y estructuras hortícolas análogas, ya que permitían el escape de muy poco calor, por radiación, desde el interior de la estructura.

EJEMPLO 2.

25. Se repitió el ejemplo 1, excepto que se hizo circular a través del mezclador Baker-Perkins, una corriente de aire en lugar de una corriente de oxígeno. El copolímero segmentado resultante, se comprobó que
30. contenía 1,6% en peso de metacrilato de metilo polimerizado.



248693

EJEMPLO 3.

5. Se repitió el ejemplo 1, excepto que la masticación del políteno en presencia de oxígeno, se realizó a la temperatura de 150°C. en lugar de 120°C. El copolímero segmentado resultante, se comprobó que contenía 23% en peso de metacrilato de metilo polimerizado.

EJEMPLO 4.

10. Se masticaron 600 g. de políteno, vendido con el nombre de "Alkatene" (Marca Comercial Registrada), grado 2, en presencia de oxígeno, en condiciones análogas a las descritas en el ejemplo 1. El producto se agitó luego a 150°C. durante una hora, con un peso igual de estireno, en una vasija cerrada herméticamente que se había evacuado antes de introducir el estireno. Después
15. de extraer el homopolímero de estireno del producto con tolueno hirviendo, se obtuvo un copolímero segmentado que contenía, 1,3% en peso de estireno polimerizado.

EJEMPLO 5.

20. Se repitió el ejemplo 4, excepto que la masticación del políteno se realizó en presencia de agua, en lugar de oxígeno. El copolímero segmentado resultante, contenía 0,6% en peso de estireno polimerizado.

EJEMPLO 6.

25. Se repitió el ejemplo 4, excepto que la masticación del políteno en presencia de oxígeno se llevó a cabo a una temperatura de 150°C., en lugar de 120°C. El copolímero segmentado resultante, se comprobó que contenía 8% en peso de estireno polimerizado.

EJEMPLO 7.

30. Se masticaron 600 g. de políteno, vendido con



248693

5. el nombre de "Allathene", (Marca Comercial Registrada), grado 2, en presencia de oxígeno, a una temperatura de 150°C. Pero por lo demás, las condiciones fueron análogas a las descritas en el ejemplo 1. El producto se calentó a 150°C. durante 15 minutos, con 1/3 de su peso de estireno, en un recipiente herméticamente cerrado que se había evacuado antes de introducir el estireno.

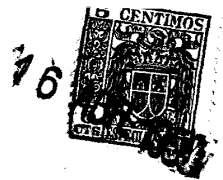
10. El producto se calentaba fácilmente de 110 a 115°C., para dar una hoja suave. Esta hoja era muy adecuada para la conversión en una membrana de cambio de iones, tratándola con cloruro de sulforilo, a una temperatura de 35° a 45°C. para introducir grupos ácido sulfónico en las moléculas de estireno polimerizado presentes en la hoja.

15. EJEMPLO 8.

20. Se masticaron 600 g. de polipropileno atáctico, en presencia de oxígeno, a una temperatura de 150°C.; por lo demás en condiciones análogas a las descritas en el ejemplo 1. El producto se calentó a 150°C. durante 15 minutos, con su mismo peso de metacrilato de metilo, en un recipiente cerrado que se había evacuado antes de introducir el metacrilato de metilo. El producto se extrajo con éter de petróleo, (punto de ebullición de 60 a 80°C.) que disuelve el polipropileno atáctico, pero no el homopolímero de metacrilato de metilo de peso molecular elevado. Se aisló la parte soluble que, 25. por análisis, se comprobó que contenía 15% en peso de metacrilato de metilo polimerizado.

W O T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza del



248693

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 18 de abril de 1958, nº 12.338, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los convenios internacionales en vigor, 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 la obtención de polímeros segmentados"; caracterizándose por lo siguiente:

15. 1º.- Procedimiento para la obtención de polímeros segmentados, caracterizados porque un polímero elevado termoplástico y normalmente sólido se mastica en una atmósfera que contiene oxígeno, a una temperatura inferior a 170°C.; por cuyo medio se forman grupos peróxido en el polímero, y luego se somete a condiciones que den lugar a la descomposición de los grupos peróxidos, en presencia de un compuesto monómero que contenga uno o más enlaces dobles olefínicos, y susceptible de polimerización sometido a la influencia de radicales libres; esta última etapa, se realiza en ausencia de una concentración de oxígeno que, en otro caso, inhibiría la polimerización del compuesto monómero citado.

20. 2º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el polímero elevado termoplástico y normalmente sólido, se mastica en una atmósfera de oxígeno.

25. 3º.- Procedimiento, según lo especificado en



16 ABR 1959

248693

5. cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el polímero elevado termoplástico y normalmente sólido, es un polímero cristalino, y se mastica a una temperatura comprendida entre 20°C. por debajo y 45°C. por encima del punto de fusión cristalina del polímero.

10. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque el polímero elevado termoplástico y normalmente sólido es el polieteno.

15. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª o 2ª, caracterizado porque el polímero elevado termoplástico y normalmente sólido es el polipropileno atáctico.

20. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el polímero que contiene grupos peróxido se calienta en presencia del compuesto monómero, a una temperatura comprendida entre 100 y 170°C.

25. 7ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el polímero elevado termoplástico y normalmente sólido, se mastica en un expulsor como se representa en el dibujo.

30. 8ª.- Procedimiento para la obtención de polímeros segmentados; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria y elustrado en los adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 ABR 1959
 IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.
 J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
 P.P.