



PATENTE DE INVENCION

Ref. HB.

251649

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de materiales sintéticos fermentosos".

=====

Solicitante:

Karl ROLL, Josef LENTNER, Herbert PETROVICIKI, y Friedrich SCHAEFFERMAN, el primero de nacionalidad alemana y los otros tres de nacionalidad austriaca, residentes en Görresstrasse 91, Heidelberg, Alemania, el 1º; 25 Avenue des Bruyères, la Garenne-Colombes, Seine, Francia, el 2º; Heiligenbergstrasse 1-a, Alemania, Heidelberg, el 3º; y Mönchbergweg 83, Heidelberg, Alemania, el 4º.

=====

Materias sintéticas termoplásticas espon-
jables se obtienen, entre otros, repartiendo homogé-



- neamente en el material sintético productos de bajo punto de ebullición, especialmente líquidos de bajo punto de ebullición, cuya temperatura de ebullición sea inferior a la del punto de reblandecimiento del material sintético. Si los líquidos de bajo punto de ebullición son solubles en el material sintético, entonces se pueden p.ej. difundir dentro del material sintético; si por el contrario son insolubles en el material sintético, entonces se pueden amasar a temperatura más elevada y bajo presión en el material sintético fundido o con una solubilidad parcial difundir a temperatura más elevada y bajo presión dentro del material sintético, o también, si el material sintético se obtiene por polimerización de un monomero, entonces se puede introducir por polimerización en fermento insoluble en el material sintético.

La introducción por difusión en el material sintético de estos líquidos solubles no precisan de ninguna medida técnica especial; al esponjar los materiales fermentosos obtenidos de esta manera se obtienen productos con células relativamente grandes de dimensiones irregulares. Las propiedades mecánicas de estos materiales son, en la mayoría de los casos, poco satisfactorias y por este procedimiento resulta difícil obtener densidades en volúmen reducidas, tal y como se exigen en la mayoría de las aplicaciones de tales materiales.

La introducción en el material sintético



- de líquidos no solubles en éste, bien sea por polimerización o bien por amasamiento o difusión en calor y bajo presión exige, por el contrario, una mayor complicación técnica; sin embargo, al esponjar tales materias sintéticas fermentosas se obtienen materiales de poros muy finos con muy reducida densidad en volumen y con muy buenas propiedades mecánicas.
- 5.
- Se ha descubierto que sorprendentemente también se obtienen materiales sintéticos termoplásticos esponjables en el calor, que con el tratamiento térmico dan un material de poros muy finos de reducida densidad en volumen y con excelentes propiedades mecánicas - evitándose todas las desventajas de los procedimientos hasta ahora conocidos - si como fermento se emplea una mezcla de un líquido de bajo punto de ebullición, insoluble en el material sintético con un líquido de bajo punto de ebullición, soluble en el material sintético, en la cual la parte de este último es inferior al 50 % preferentemente menos del 20 % (ref. a la cantidad total del fermento líquido contenido en el material sintético). Al esponjar facilita y mejorar el componente fermentoso, soluble en el material sintético, la plasticidad y la aglutinación o soldadura de las partículas de material sintético esponjado, sin que al mismo tiempo se presenten las desventajas antes mencionadas con el solo empleo de un fermento soluble en el material sintético.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
30. De acuerdo con la presente invención,



- para la obtención de tales materiales sintéticos fermentosos se procede disolviendo el material sintético preferentemente en forma de granulado fino, por ej. como granulado, con un fermento que disuelve el material sintético o por lo menos lo esponje fuertemente y con un fermento que sea insoluble en el material sintético - o también con una mezcla de ambos productos - a temperaturas que sean inferiores a las temperaturas de ebullición de los fermentos empleados o de sus mezclas. De acuerdo con la presente invención, aquí se emplea primeramente una cantidad mayor del fermento soluble en el material sintético que la que ha de contener el producto final y a continuación se vuelve a extraer por disolución del material sintético, esponjado de esta manera, el exceso del fermento soluble en el material sintético. Empleando durante el proceso de difusión en exceso el fermento "soluble" se logra ya a temperaturas de unos 15-25° una rápida e igualada distribución de los fermentos en el material sintético. Si entonces se retira el exceso en fermento "soluble" mediante lavado del material sintético esponjado con un disolvente selectivo adecuado, entonces se precipita en el material sintético el fermento "insoluble".
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

Este procedimiento se puede emplear con cualquier material sintético termoplástico, sin consideración a su forma de obtención y composición, siempre que para éste se puede encontrar por una parte un disolvente o agente esponjador activo a

- 30.



temperatura de ambiente o temperatura ligeramente
arrendada y por otra parte un producto que en el
material sintético no sea soluble pero, sin embar-
go, si sea soluble en el disolvente o agente de

- 5. esponjamiento, y cuyos puntos de ebullición se
encuentren por debajo de la temperatura de reblan-
decimiento del correspondiente material sintético.

- El componente de fermento "soluble" en
el material sintético se emplea convenientemente
- 10. en tal dilución, que durante el tratamiento el
material sintético solo se esponje, pero no lle-
gue a empezar a disolverse ; mediante esta dilución
del fermento "soluble" se ha de retardar el ataque
sobre el material sintético de manera que no se
 - 15. presenten concentraciones excesivas en la superfi-
cie de los granos del material sintético y al di-
solvente o agente esponjador le quede suficiente
tiempo para difundir en el interior del material
sintético aproximadamente en la medida en que es
 - 20. recibido por la superficie del material sintético;
de esta manera se evita una aglutinación de los
distintos granos del material sintético durante
el proceso de difusión. Esta dilución del fermento
"soluble" durante el proceso de difusión, se pue-
de lograr de distintas maneras:

- 25. Se puede tratar por ej. los granos de
material sintético con los vapores del agente disol-
vente o de esponjamiento a temperaturas que se en-
cuentren por debajo de su temperatura de ebullición,
sus vapores se pueden diluir con gases inertes o
- 30.



- con vapores del fermento "insoluble" en el material sintético o también efectuar el tratamiento en la fase de vapor a presión más reducida. El componente de fermento "soluble" en el material sintético se
5. puede diluir con un disolvente indiferente con relación al material sintético. Especialmente conveniente ha demostrado ser el tratar el material sintético con una emulsión acuosa del fermento o de la mezcla de fermentos; tales emulsiones no solo son muy sencillas de manejar y sin peligro,
10. sino que además en ellas no existe el peligro de aglutinamiento de los granos del material sintético durante la introducción por difusión de los fermentos y en los materiales sintéticos que contienen
15. reblandecedor no se pueden pérdidas de reblandecedor durante el proceso de difusión, tampoco cuando los reblandecedores empleados sean solubles en el fermento o en la mezcla de fermentos.

- Tan pronto como por el tratamiento con
20. los fermentos el material sintético esté suficientemente esponjado y en el estado deseado se haya recibido una cantidad suficiente de fermento "insoluble" en el material sintético - por lo general se precisan aprox. 5 - 15% calculado sobre la cantidad
25. de material sintético - se extrae parcialmente por disolución de nuevo el agente de fermento "soluble" en el material sintético. Especialmente ventajoso es el emplear un fermento "soluble" en el material sintético que simultáneamente posea también una
30. determinada (reducida) solubilidad en agua y éste



combinarle con un fermento insoluble tanto en el material sintético como también en agua, ya que en este caso el proceso de lavado de los granos de material sintético esponjados se puede efectuar simplemente con agua.

5.

Si una combinación de esta clase no es posible, entonces el exceso en fermento "soluble" en el material sintético se puede retirar mediante un tratamiento del material sintético esponjado con el fermento no soluble en el material sintético.

10.

Generalmente se puede considerar como terminado el proceso de lavado cuando la parte del fermento aún existente en el material sintético y "soluble" en éste, sea de un 5 - 50 % de la cantidad total del fermento líquido contenido en el material sintético.

15.

La parte del fermento "soluble" en el material sintético se seleccionará en el material sintético esponjable más bajo, contra mayor sea la cantidad del fermento "insoluble" introducido en el material sintético. Por lo general no deberá sobrepasar un 1 - 2 % calculado sobre la cantidad de material sintético.

20.

Como fermentos insolubles en el material sintético (y en agua) se han acreditado en el presente procedimiento, en la mayoría de los materiales sintéticos termoplásticos, especialmente en los así llamados tipos "resistentes a la bencina", los hidrocarburos bajos, alifáticos, tales como butano, pentano, hexano, éter de petróleo, etc.

25.

30.

El fermento "soluble" en el material



- sintético se ha de seleccionar teniendo en consideración las propiedades del material sintético empleado: ante todo entran en consideración ésteres, de baja molecularidad (formiato metílico),
5. (acetato metílico o etílico), éter (éter metílico y etílico, tetrahidrofurano) cetonas (acetona, cetona metilo-etílica) y clorohidrocarburos de baja molecularidad (cloruro metilénico, cloroformo, tetraclorocarbono, tricloroetileno). La cantidad
10. necesaria en cada caso no solo depende de las propiedades del material sintético, sino también del tamaño de su granulación; por lo general se necesita más cantidad contra mayores son las dimensiones de los granos del material sintético.
15. Los aparatos necesarios para la ejecución del presente procedimiento son de lo más sencillos imaginables: la introducción por difusión del fermento en los granos del material sintético y el ulterior proceso de lavado no son más complicados de ejecutar que el conocido "teñido en seco"
20. del granulado del material sintético, especialmente cuando los fermentos se emplean en fase líquida como emulsiones acuosas. En preparados pequeños y medianos lo mejor es emplear aquí una "Tina Rodante", por el contrario para preparados grandes un
25. depósito de agitación cerrado. No se precisan dispositivos de calentamiento o de refrigeración ya que se trabaja a temperatura de ambiente.
30. El presente procedimiento le permite, contrario a los procedimientos conocidos, también

251649²¹ AGO



- al elaborador de materiales sintéticos, con los medios técnicos más sencillos, la introducción en la mayoría de los materiales sintéticos termoplásticos los fermentos "solubles" en el lugar de trabajo para la preparación ulterior. Como tales materiales sintéticos fermentosos tienen una capacidad de almacenamiento limitada, dispone de esta manera el elaborador de materiales sintéticos siempre de material fresco esponjable de calidad igualada y conocida de antemano que, al esponjar, da un material de poros extremadamente finos. Debido a la presencia simultánea de un fermento "soluble" en el material sintético junto con el fermento "insoluble" en el material sintético se facilita y mejora la soldadura de los granos del material sintético durante el proceso de esponjamiento, lo que tiene como consecuencia una mejora de las propiedades mecánicas y de la impermeabilidad al vapor de agua del material esponjado. En los materiales sintéticos viscosos, tal como cloruro polivinílico y sus copolímeros solo gracias a la presencia del fermento "soluble" en el material sintético resulta posible la soldadura de las distintas partículas durante el proceso de esponjado, ya que éste se encarga, durante el proceso de esponjamiento, del papel de reblandecedor "temporal".

- La presente invención se describe aún a continuación tomando como base algunos ejemplos; aquí se ha de observar, que, teniendo en consideración las diferencias existentes para el mismo tipo



251649

de material sintético entre las distintas marcas, los tiempos de tratamiento y las concentraciones indicados en los ejemplos habrán de modificarse eventualmente.

5. Ejemplo 1.

- 10. 150 partes en peso de poliestirol, presente en forma de granulado de unos 2-3 mm. se tratan con 300 partes en peso de una emulsión acuosa de 10 partes en volumen de acetato etílico y 10 partes en volumen de éter de petróleo (P.E. 35-50°C) en una tina rodante. Después de 12 horas se retiran 150 partes de la emulsión y en ésta se emulsionan 4 partes en volumen de acetato etílico y 6 partes en volumen de éter de petróleo. Esta emulsión se
- 15. vuelve a agregar al poliestirol y la mezcla se trata de nuevo en la tina rodante durante unas 12 horas. La misma operación se vuelve a repetir empleando una mezcla de 2 partes en volumen de acetato etílico y 3 partes en volumen de éter de petróleo. Tan pronto como de esta forma el material sintético
- 20. haya recibido un 10 - 12 % de éter de petróleo se separa la emulsión de disolventes del material sintético y se puede emplear para una nueva carga. Los granos del material sintético han adquirido por
- 25. el tratamiento una forma esférica o de lentejuela y un carácter parecido a goma. Se lavan ahora bien con agua y después se almacenan durante algunos días en un recipiente con agua renovándose este agua continuamente o de vez en cuando, hasta que el contenido del material sintético en acetato etílico
- 30.

251649

21



5. Ester del ácido polimetacrílico granulado (plexiglás) se trata en la tina rodante con una solución de acetona en éter de petróleo. La concentración en acetona se gradúa de manera que los granos del material sintético, si bien se esponjan, entre sí no se aglutinen o solo en forma inesencial. Tan pronto como el material sintético esponjado por la acetona haya recibido unos 10 % de éter de petróleo se lava el material sintético en agua corriente.

10. Se puede proceder en igual forma con los copolímeros solubles en acetona del cloruro vinílico. En el caso del triacetato celulósico se emplea ventajosamente una mezcla de formiato metílico y éter de petróleo.

N O T A
=====

20. Descrita suficientemente la naturaleza de este 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

25. constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 8 de septiembre de 1958, nº P 21 319 IVb/39b., accogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los convenios Internacionales en vigor, y

30. siendo lo que constituye la esencia del referido



invento y por lo que se solicita Patente de Inven-
ción por 20 años en España: "Procedimiento para la
obtención de materiales sintéticos fermentosos;
caracterizándose por lo siguiente:

5. 1a.- Procedimiento para la obtención de
materiales sintéticos fermentosos, termoplásticos
empleándose fermentos líquidos cuyo punto de ebu-
llición se encuentre por debajo de la temperatura
de reblandecimiento del material sintético, carac-
10. terizado, porque el material sintético se trata pre-
ferentemente en forma de grano fino, por ej. granu-
lado, con un fermento, que disuelva el material
sintético o esponje fuertemente a éste y con un
fermento que sea insoluble en el material sin-
15. tético o también con una mezcla de ambos productos,
a temperaturas que sean inferiores a la de los
puntos de ebullición de los fermentos empleados
o de sus mezclas, y por el material sintético
fermentoso esponjado se vuelve a extraer, por di-
20. solución, parcialmente el fermento soluble en el
material sintético.

- 2a.- Procedimiento según la reivindica-
ción 1a, caracterizado porque el fermento solu-
ble en el material sintético se deja reaccionar
25. en tan elevada dilución sobre el material sinté-
tico, que el material sintético sólo se esponje
pero aún no se disuelva.

- 3a.- Procedimiento según las reivin-
dicaciones 1a y 2a caracterizado porque el fermento
30. soluble en el material sintético se diluye con un



caciones 1ª - 6ª, caracterizado porque como fermento soluble en el material sintético se emplea un producto soluble en agua y como fermento insoluble en el material sintético un producto insoluble en agua y porque para la extracción parcial del fermento soluble en el material sintético del material sintético esponjado éste se trata con agua.

5. 9ª.- Procedimiento para la obtención de materiales sintéticos fermentosos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria, que consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara.

21 AGO. 1959

Madrid,

Karl HOLL, Josef LINDEMAYER, Herbert PETROVICHKI,
Friedrich SCHLAFERMAN.

J. GOMEZ ACEBO Y MOJER

