

252727



252727

PATENTE DE INVENCION

que por 20 años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de D. Francesco GIAMPIETRO, de nacionalidad italiana, domiciliado en Via privada Cantoni nº 8, MILAN (Italia), por : "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE DISPERSIONES DE POLIETILENO Y DE POLVOS UNIFORMES DE FINURA PREDETERMINADA PARTIENDO DE GRANULOS, POLVOS GRUESOS Y DESPERDICIOS". - - - - -

Memoria descriptiva

La presente invención se refiere a un procedimiento que permite transformar el polietileno de fabricación normal, de peso molecular medio y alto, en una dispersión acuosa estabilizada que contiene una cantidad mínima de agente de emulsión o de dispersión, es decir
5 no superior al 0,4% del peso del sólido; el mismo procedimiento permite además obtener un polvo de polietileno puro, de uniformidad y finura máximas, pudiendo esta última ser predeterminada y comprendida entre fracciones de micra y algunos cientos de micras.

Como es sabido, desde que empezó la fabricación del polietileno han sido estudiados varios procedimientos tendientes a la obtención de dispersiones adecuadas para ser aplicadas a los más distintos soportes, como por ejemplo papel, tejidos, metales, etc., aunque hasta hoy no resulta que dichas dispersiones hayan tenido una aplicación práctica, y ello porque presentaban inconvenientes técnicos y económicos tales que impedían su empleo. En lo que concierne
10
15

252727



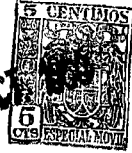
ne las dispersiones acuosas, el defecto consiste esencialmente en el empleo de cantidades excesivas de emulgador que, superando ampliamente los valores mínimos inocuos (0,3% - 0,4% del peso del polietileno), le infiere un gravísimo daño a la película, que no presenta ya las apreciadas características mecánicas y químico-físicas del polietileno; por otra parte, estas dispersiones tenían necesariamente que contener una elevada cantidad de emulgador (entre un 10% y el 30% del peso del polietileno) para asegurar una satisfactoria estabilidad del mismo; ahora bien, tal elevado porcentaje influye desfavorablemente en el producto obtenido.

Las Patentes que han tratado este tema son esencialmente las siguientes : U.S. 2290794, en la cual se prevé la fusión del polietileno en "bambury" con incorporación de un ácido graso y de trietanolamina, adición de agua que contiene hidrato potásico con la consiguiente formación de una masa pastosa que contiene del 10% al 20% de jabón referido al peso del polietileno, que se diluye luego ulteriormente en agua; los tiempos de elaboración son muy elevados y para obtener la dispersión se necesitan algunas horas. La Patente U.S. 2313144, en la cual se prevé disolver en caliente el polietileno en un disolvente y añadir dicha solución, mantenida a 60°-80° C, a otra solución caliente de emulgador de igual temperatura; se agita manteniendo constante la temperatura con eventual paso por un molino coloidal, hasta obtener una emulsión al 10% aproximadamente de la que se evapora el disolvente. Dicha emulsión, en la sucesiva Patente británica 622265, es concentrada floculando la masa por acidificación, filtrando el producto de coagulación, que vuelve a ser alcalinizado con amoníaco y es nuevamente reducido a dispersión en forma más concentrada. También en este caso, prescindiendo de la complejidad del procedimiento, que requiere una elaboración de 12 horas, queda presente un elevado porcentaje de jabón y de coloide protector que varía entre el 5% y el 10% referido al peso del polietileno y que influye desfavorablemente en el producto obtenido.

La Patente U.S. 2496989, que prevé mezclar en "bambury" a 100° C. el polietileno con un ácido polimérico añadiéndole morfina y agua para salificar el ácido, formando así un emulgador que queda luego presente en la dispersión a razón del 10% aproximadamente referido al polietileno.

La Patente U.S. 2653919, en la cual el polietileno es fundido y tratado en aparato emulsionador bajo una presión de 20-50 atm. a la temperatura de 160° con solución de jabón preparada "in situ",

252727



obteniéndose una dispersión acuosa que contiene emulgador a razón del 10% - 15% referido al polietileno.

60 Otras dispersiones acuosas preparadas partiendo de polvos de polietileno presentaban los mismos defectos ya mencionados, es decir, un elevado porcentaje de productos indeseables, y en particular, con menores cantidades de emulgador, se observaba una estabilidad prácticamente nula.

65 También se han propuesto dispersiones acuosas exentas de emulgadores, obtenidas dispersando polvos de polietileno en agua que contenía particularmente disolventes de tipo alcohólico (Patente francesa 1050223 - Patente británica 721908 - Patente italiana 572824 - Patente italiana 496916), pero tales dispersiones, además de tener una estabilidad discutible, se revelaron prácticamente no susceptibles de aplicación (véase la Patente francesa 1059221).

70 Las dispersiones en disolvente tienen todas la desventaja común de un alto coste de aplicación por cuanto, en la mayor parte de los casos, no hay posibilidad de una eficaz recuperación de los disolventes. También por este motivo no han hallado interés en el mercado sino para su aplicación a metales. Estas dispersiones, sin embargo, excepto las propuestas en las Patentes canadiense 464489, francesa 1042310 y U.S. 2561951, que no han tenido continuación alguna, son preparadas partiendo de polvo de polietileno el cual, como todos los polvos que rechazan el agua, se dispersa fácilmente en cualquier disolvente si tiene la prerrogativa de ser finísimo. Por consiguiente, su preparación está esencialmente subordinada a la disponibilidad de un polvo de adecuada finura, que constituye también la base para preparar dispersiones acuosas con emulgador, ya que es sabido que todo polvo finísimo que rechaza el agua (estearatos-colorantes, etc.) es hecho mojable y por tanto susceptible de dispersión en agua en presencia del emulgador.

80 En lo que concierne la fabricación de polvos de polietileno, es sabido que los procedimientos mecánicos de molienda de los granulos no permiten la obtención de un polvo de suficiente finura y uniformidad. Dichos inconvenientes reducen considerablemente las posibilidades de aplicación de tales polvos, limitadas en la actualidad a los procedimientos de sinterización y de rociado a la llama con resultados escasamente satisfactorios. Existen muchas Patentes sobre este argumento, pero, por tratarse de procedimientos realizados por vía física mediante molienda mecánica, y por tanto esencialmente distintos, no se mencionarán aquí.

95 Por otra parte, han sido propuestos varios procedimientos por

252727 A60



100 vía química : la Patente británica 571814 propone preparar una so-
lución en caliente de polietileno y dejarla enfriar de modo que se
105 produzca una precipitación en masa de todo el polietileno con en-
globamiento de casi todo el disolvente; se filtra y seca a baja
temperatura el precipitado moliéndolo continuamente en un evapora-
dor especial en presencia de un no disolvente orgánico (es decir,
un disolvente orgánico que no disuelve el polietileno); el polvo
que así se obtiene es de mediana finura y de escasa uniformidad;
además, intervienen cantidades enormes de disolvente.

Presenta los mismos inconvenientes la Patente francesa 1042310
que usa menos disolvente y que procede de manera análoga sin fil-
trar, es decir triturando el precipitado gelatinoso obtenido de la
110 disolución del polietileno; la Patente italiana 470599 es muy simi-
lar a la anterior y parte de polvos gruesos precalentados, en lugar
de gránulos; la Patente británica 721908 procede también de manera
análoga a las anteriores y emplea un no disolvente orgánico para
dispersar en él con agitación el precipitado gelatinoso. Se obtienen
115 así, después de filtración y desecación, partículas de finura un po-
co mayor, aunque de escasa uniformidad; sin embargo, es necesaria
una destilación y rectificación de los dos líquidos orgánicos em-
pleados, lo que eleva enormemente los costes de producción; la Pa-
tente italiana 572824 emplea también un no disolvente orgánico, di-
120 solviendo el polietileno en una mezcla de disolventes y de no disol-
ventes orgánicos, evaporando y triturando luego la masa, obteniendo
así un polvo de buena finura. Tal procedimiento comprende un proce-
so de evaporación muy delicado en un vacío elevadísimo (20 mm.),
con tiempos de elaboración muy elevados; el vacío tan avanzado ha-
ce dificultosa la recuperación de los disolventes, con inevitables
125 pérdidas que elevan los costes de producción. La uniformidad del
polvo así obtenido es buena, pero este procedimiento no permite ob-
tener directamente una dispersión acuosa estable y adecuada para
el empleo, sino que tiene que pasar necesariamente a través del pol-
130 vo, no permitiendo además una satisfactoria predeterminación de la
finura, por cuanto se observa la tendencia a obtener prevalentemen-
te polvos finos.

La Patente japonesa 796(158) mezcla fenol, formalina y poli-
etileno a elevada temperatura (150° C.), agita la masa y, previo
135 enfriamiento, pulveriza por molienda. No se obtiene polietileno
puro.

En conclusión, puede afirmarse que en el estado actual de la
técnica no se dispone de dispersiones acuosas estables de polietileno

252727



140 tales que permitan una satisfactoria aplicación del mismo, ni tam-
poco se dispone de un procedimiento para obtener económicamente
polvos de finura preestablecida de elevada uniformidad. Además, no
resulta que sea posible utilizar los desperdicios que, como es sa-
bido, implican inevitablemente el trabajar con mezclas de polietil-
leno de distinta calidad y de distinto peso molecular.

145 La presente invención se basa en algunos principios conocidos
de cinética de la cristalización.

150 En efecto, es sabido que de la mayor o menos velocidad de en-
friamiento de soluciones saturadas dependen las dimensiones de los
cristales que se pueden obtener. En particular, el rápido enfria-
miento de la solución da origen a cristales pequeños, mientras que
un lento enfriamiento da lugar a la formación de cristales de gran-
des dimensiones.

155 Por otra parte, debe considerarse como un hecho comprobado el
que el rápido enfriamiento favorece la creación de estados de gran
sobresaturación, que a su vez no sólo favorece la producción de pe-
queñísimos gérmenes cristalinos, sino que aumenta muchísimo su ve-
locidad de formación, con detrimento de la velocidad de crecimen-
to de los mismos gérmenes que se han formado. En efecto es conoci-
da en el campo técnico la relación $V = \frac{Q-S}{S}$, que hace depender la
160 velocidad de formación de los gérmenes (V) de la sobresatura-
ción (Q) y de la solubilidad (S), y de la cual resulta precisamente
que la mayor velocidad de formación de los gérmenes (y por tanto la
finura del precipitado) corresponde a una elevada sobresaturación y
a una baja solubilidad.

165 En consideración del hecho de que la solubilidad del polietile-
no disminuye muy rápidamente por debajo de los 50° C. hasta casi
anularse, se ha pensado, según la invención, que el enfriamiento
instantáneo de una solución caliente de polietileno con un consi-
guiente fuerte y rapidísimo descenso de temperatura podía crear un
170 instantáneo y elevado grado de sobresaturación tal de favorecer
una elevada velocidad de formación de los gérmenes pequeños evitan-
do su crecimiento y realizando así una subdivisión de las partícu-
las llevada hasta el extremo. La aplicación de estos conceptos ha
sido realizada con la presente invención de la manera que se indi-
ca a continuación.

175 Según la invención, el procedimiento consiste en preparar una
solución en caliente de polietileno en un disolvente de éste, en
poner gradualmente tal solución en contacto con agua fría (pefe-
riblemente a temperatura ambiente) que puede contener, o no, un

252727



180 agente de emulgación o de dispersión, que se mantiene en movimiento turbulento de manera que se realiza un repentino y fuerte salto térmico y por tanto un repentino enfriamiento a menos de 40° C. de la solución caliente de polietileno, que precipita en forma menudísima dispersándose en la fase acuosa.

185 En particular, según la invención, se prepara una solución acuosa fría de un agente de emulgación o de dispersión soluble o susceptible de dispersión en agua. Se pone esta solución fría en un aparato especial de agitación coordinada constituido esencialmente por un recipiente en forma de pirámide o de cono truncados, 190 provisto interiormente de aletas rompedoras de ondas y deflectoras, así como de un agitador de grandísima velocidad realizado con un sistema de paletas, todo ello de modo que se consigue en la masa una fuerte turbulencia. Además, el aparato está provisto de una camisa exterior de enfriamiento o de calentamiento.

195 Separadamente, en un disolvedor corriente, se disuelve el polietileno a una temperatura superior a 60° C. en uno de los disolventes en los cuales el mismo es notoriamente soluble en caliente, es decir en hidrocarburos alifáticos, aromáticos, hidroaromáticos y disolventes clorurados; la concentración varía según el disolvente y la temperatura a la cual se prepara dicha solución. Comienza 200 entonces, en el aparato anteriormente descrito, la agitación a grandísima velocidad y se vierte gradualmente la solución caliente de polietileno sobre la masa de agua fría en agitación, consiguiéndose así los siguientes efectos : 1) Inmediato enfriamiento a menos de los 40° C. de las distintas porciones de solución añadidas, 205 que precipitan en forma de cristalitos menudísimos; 2) Simultánea dispersión de los cristalitos que llegan a ser fase dispersada en agua juntamente con el disolvente emulsionado; 3) Inhibición de eventuales aglomeraciones, por cuanto los cristalitos no tienen el tiempo de aumentar de tamaño tanto por el inmediato enfriamiento 210 como por la rapidísima agitación a baja temperatura; por consiguiente, quedan dispersados en el estado de extrema finura en el cual se han formado. Por consiguiente, la finura de la dispersión es debida no tanto a la rotura o al empequeñecimiento de partículas 215 relativamente grandes, sino a la conservación (y, en segundo lugar, al empequeñecimiento) de las dimensiones mínimas y uniformes debidas a las particulares condiciones de precipitación.

Simultáneamente a la agitación, hay que realizar una gradual evaporación del disolvente, lo que se obtiene poniendo en comunicación el aparato con una bomba de vacío de una fase que, mientras 220



252727

60

225

aspira aire por un orificio previsto en la tapa, provoca un ligero vacío suficiente para evaporar la masa en estado de particular turbulencia, que entretanto se ha calentado suficientemente debido a la agitación (no debiendo de todos modos la temperatura superar los 50° - 55° C.). La cantidad de emulgador, de ser relativamente elevada, permite hacer que la evaporación del disolvente sea incluso no sólo simultánea, sino sucesiva a la formación de la dispersión. El tiempo de agitación y de evaporación está comprendido entre los 10 y los 30 minutos. La masa contenida en el agitador puede ser hecha pasar por un molino coloidal, con lo cual pueden reducirse ulteriormente los tiempos.

230

235

La relación entre la solución de polietileno y la solución acuosa de emulgador está comprendida entre 1:1 - 1:10 y preferiblemente 1:1,5 - 1:3 ; la cantidad de emulgador usada para hacer la dispersión (y que no hay que confundir con la cantidad que queda en la dispersión) está comprendida entre el 0,1% y el 5% referido al peso del polietileno.

240

245

Una vez terminada la evaporación del disolvente, se obtiene una dispersión que resulta inestable y, al pararse la agitación, se separa inmediatamente. Se decanta entonces (o eventualmente se filtra) la cantidad de agua en exceso que contiene el emulgador, obteniéndose así con ligera agitación (incluso a mano) de la masa residual una dispersión o una pasta de concentración comprendida entre el 15 y el 60%, provista de buena estabilidad y que contiene una cantidad de agente de emulgación o de dispersión mínima (por cuanto el exceso ha sido decantado), de todos modos no superior al 0,4% referido al peso del polietileno.

250

255

Dicho resultado es sorprendente porque la estabilidad de la dispersión así obtenida es netamente superior a la que se observa preparando una dispersión con la misma cantidad de agente de emulsión o de dispersión partiendo de un polvo seco finísimo de polietileno. De todos modos, para llegar a una estabilidad perfecta desde todo punto de vista, la invención prevé añadir a la dispersión obtenida cierta cantidad de disolvente clorurado o como quiera de densidad superior a 1 (y que disuelva el polietileno), preferiblemente trielina, en proporción no superior al 100% referido al peso del polietileno.

260

Naturalmente, después de una pequeña adición de compensación, la solución de emulgador decantada vuelve a ser utilizada tal cual es en la preparación sucesiva. La cantidad de emulgador puede fácilmente ser calculada añadiendo al agua usada para la obtención



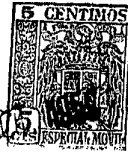
de la dispersión una medida tal del mismo que, después de la decan-
tación o filtración final, quede, referida al peso del polietileno,
una proporción en porcentaje comprendida dentro de los límites an-
teriormente indicados. Dicha pequeña cantidad no ejerce influencia
negativa alguna sobre la película de polietileno, que conserva in-
alteradas sus valiosas características. La dispersión obtenida por
el presente procedimiento es hecha pasar a través de una malla de
adecuada finura, estando así lista para el uso. Cuando así se desee,
las dispersiones pueden ser filtradas y lavadas fácilmente con agua
fría obteniéndose de este modo, después de un secado normal, un
polvo finísimo y uniforme de polietileno puro. La solución de emul-
gador vuelve naturalmente a ser utilizada.

El mismo procedimiento inventivo permite también obtener pol-
vos de polietileno; en este caso, sin embargo, no es necesaria la
preparación de la solución acuosa fría del agente de emulsión o de
dispersión porque se emplea simplemente agua fría. Para obtener
las mayores finuras, es necesario que la velocidad de agitación
sea llevada a los valores máximos (de por lo menos unas 8000 revo-
luciones), evaporando simultáneamente el disolvente de manera un
poco más lenta hacia el final en tiempos de 20-30 minutos; por el
contrario, para obtener partículas de magnitud creciente y unifor-
me, basta reducir la velocidad de agitación a menos de las 2000 re-
voluciones aumentando la velocidad de evaporación en tiempos de
10-15 minutos. Las mayores dimensiones se obtienen por tanto con
lenta agitación, evaporación rápida a temperatura relativamente
más elevada (es decir, de unos 40°-45° C.), partiendo de solucio-
nes de polietileno preparadas a temperaturas relativamente más ba-
jas (preferiblemente, en igualdad de concentración, de unos 65° C.).
Con este sistema se determina previamente la magnitud de las partí-
culas por cuanto se regula a voluntad la aglomeración de los cris-
talitos, condicionada por la rapidez de evaporación del disolven-
te y por la velocidad con que el mismo es emulsionado en agua por
acción mecánica.

Si en la unidad de tiempo es mayor la cantidad de disolvente
evaporada con respecto a la que se emulsiona, se obtiene la forma-
ción de partículas cada vez mayores. La dispersión inestable así
obtenida es filtrada y secada, obteniéndose polvo de polietileno
puro.

Cualquier tipo de polietileno en gránulos o en polvo grueso
puede ser sometido a tal transformación, pero uno de los fines fun-
damentales de la presente invención es el de utilizar los desperdi-

252727.46 005



305 -cios de polietileno, que, aun estando constituidos generalmente por mezclas de distintos tipos de distinto peso molecular, pueden ser elaborados fácilmente porque, en la práctica, basta establecer con simples ensayos, cada vez, la temperatura a la cual tiene que prepararse la solución, tomando muestras durante el calentamiento.

310 Otro fin de la invención es el de incorporarle a la solución caliente de polietileno otras substancias compatibles, destinadas a mejorar las características, a reducir el precio o a comunicar una pigmentación. Tales substancias, que pueden ser disueltas o simplemente suspendidas antes de la precipitación, son en general materias plásticas compatibles, ceras, cargas activas, colorantes. Después de la precipitación se obtiene así una perfecta incorpora-
315 ción con formación de mezclas completamente homogéneas. Se obtienen resultados muy interesantes, por ejemplo, con porcentajes alrededor del 10% de poliisobutileno de p.m. 200.000.

Los ejemplos siguientes ilustran, sin limitarla, la presente invención :

320 1) Se disuelven 14 gramos de polietileno de peso molecular 18.000 en 95 gramos de trielina, calentando con moderada agitación hasta alcanzar la temperatura de 80° C. que se mantiene durante algunos minutos. Se prepara separadamente una solución fría de emulgador añadiéndoles a 250 cm³ de agua 4 cm³ de laurilsulfonato de
325 sodio al 4% (referido al producto seco) y se vierte en el aparato agitador descrito en el texto. Se comienza la agitación a grandísima velocidad vertiendo simultánea y gradualmente sobre la masa fría la solución caliente de polietileno. Se evapora el disolvente bajo un ligero vacío (600 mm. de mercurio) manteniendo la temperatura
330 sobre los 30° C. y empleando un tiempo de 25 minutos. La evaporación es facilitada por la fuerte turbulencia y por una ligera corriente de aire que lame la superficie. Se evita la completa eliminación de la trielina dejando 7 gramos de ella en la dispersión obtenida, que se separa inmediatamente deteniendo la agitación. Se
335 descarga del aparato decantando y filtrando la solución de lauril sulfonato, de manera que se dejan sólo 28 gramos. Luego se agita muy ligeramente el residuo, obteniendo una dispersión finísima de polietileno al 33%, perfectamente estable, que contiene un 0,13% de laurilsulfonato referido al peso del polietileno.

340 2) Se disuelven, a la temperatura de 80° C., 14,5 gramos de polietileno en 65,5 gramos de toluol. Se vierte la solución caliente en el aparato de dispersión que contiene 300 cm³ de agua fría adicionada con 8 cm³ de un polioxietileno derivado de una

252727



345 diamina superior al 4% en sólido y sometida al tratamiento de agi-
tación que se ha visto en el ejemplo anterior. Se evapora en 25 mi-
nutos el disolvente bajo un ligero vacío (500 mm. de mercurio) y
con la ayuda de una ligera corriente de aire que lame la superficie
de la masa en movimiento. Se mantiene la temperatura sobre los 30° -
35° C.; al concluir la evaporación se añaden, siempre agitando, 7
350 gramos de trielina. Se suspende la agitación; se decanta la solu-
ción de emulgador dejando 43,5 gramos del mismo; se agita suavemen-
te la masa que ha quedado en el aparato, obteniéndose una disper-
sión estable al 25% en sólido que contiene aproximadamente un 0,3%
de emulgador referido al peso del polietileno.

355 3) Se opera como en el ejemplo anterior, pero se filtra en
centrifugadora y se lava la dispersión obtenida para eliminar la
pequeña cantidad de agente de dispersión. Después de secado, se ob-
tiene un polvo finísimo y completamente uniforme de polietileno
puro.

360 4) Se opera como en el ejemplo 2), pero sin la adición del
emulgador y agitando a 8000 revoluciones; se evapora el disolvente
en 25 minutos aproximadamente disminuyendo sin embargo la evapora-
ción hacia el final. Se filtra la dispersión acuosa y se seca sin
tomar medidas particulares, obteniéndose un polvo fino que pasa en
365 un 95% a través de 10.000 mallas.

370 5) Se prepara una solución de polietileno en trielina en una
relación del 12:95, calentando hasta 65° C. Se opera como en el
ejemplo anterior, agitando más lentamente y evaporando en 15 minu-
tos. Al final, se filtra la dispersión separada que, después del
secado, produce un polvo de polietileno puro que pasa casi por com-
pleto a través de 200 mallas.

375 6) Se prepara una solución calentando a 70° C. 36 gramos de
desperdicios de polietileno previamente lavados y triturados mecá-
nicamente en 345 gramos de trielina. Se toma una muestra de tal
solución y se realiza con ella una prueba de comprobación para ha-
llar la temperatura óptima. En función de dicha prueba se regula
la temperatura final de la solución, la velocidad de agitación,
la duración de la evaporación y el funcionamiento del molino coloi-
dal usado en combinación con el agitador de la descripción, de mo-
do que al final, regulándose como en los ejemplos anteriores, se
380 obtiene una dispersión (véase el ejemplo 2) o un polvo (véase el
ejemplo 3).

Las aplicaciones del polietileno en sus varias formas van ex-
tendiéndose cada vez más; el polvo finísimo puro (o de distinta

252727



385 finura), obtenido por el procedimiento indicado, puede hallar em-
pleo en los tratamientos de sinterización para el revestimiento de
alambres, estanterías y superficies metálicas en general proporcio-
nando, después de fusión, espesores variables, uniformes, no poro-
390 más ser aplicado directamente a los tejidos mediante dispositivos
de aplicación de cuchilla, obteniéndose películas de espesor va-
riable e incluso mínimo; el mismo polvo puede ser aplicado directa-
mente sobre papel (que tiene que ser humedecido previamente con
395 agua) mediante un rodillo de fieltro uniformemente impregnado de
polvo. La dispersión acuosa obtenida por el procedimiento ilustra-
do puede ser aplicada sobre papel con la técnica ya adoptada para
las dispersiones de materias plásticas, es decir mediante disposi-
tivos de aplicación del tipo "rever roll coater" o "contra coater"
o con los conocidos dispositivos de aplicación de hoja de aire.
400 La ventaja más notable consiste en la obtención de pesos especí-
ficos mínimos, inferiores a los proporcionados por la extracción,
con una adherencia excepcional al soporte. La dispersión acuosa y
la pasta acuosa pueden también ser utilizadas para la aplicación
sobre tejidos de cualquier tipo empleando las máquinas de aplica-
405 ción corrientes.

REIVINDICACIONES

Se reivindican como de la propia y nueva invención la propiedad y explotación exclusivas de un :

- 410 1). Procedimiento para la preparación de dispersiones acuosas y/o
polvos de polietileno, caracterizado por consistir en la prepara-
ción de una solución en caliente de polietileno en un disolvente
de éste, en poner gradualmente en contacto dicha solución con agua
fría (preferiblemente a temperatura ambiente) que es mantenida en
movimiento turbulento, de modo que se realiza un repentino y fuer-
415 te salto térmico y por tanto un repentino enfriamiento a menos de
40° C. de la solución caliente de polietileno, que precipita en
forma menudísima y se dispersa en la fase acuosa.
- 2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por
el hecho de que el agua fría es mezclada con un agente de emulsión
420 o de dispersión.
- 3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) y/o 2), caracteri-
zado por el hecho de efectuarse una gradual evaporación del disol-
vente en la fase de agitación a una temperatura inferior a 50° C.
- 4). Procedimiento según las reivindicaciones 1) a 3), caracterizado

25 27 27



425 por el hecho de que al final de la evaporación y de la agitación
se efectúa una decantación para eliminar la solución de agente de
emulgación o de dispersión en exceso, obteniéndose, con una lige-
ra agitación de la masa residual, una dispersión acuosa de buena
430 dida entre el 15% y el 60%.

5). Procedimiento según las anteriores reivindicaciones, caracte-
rizado por el hecho de que, al concluir la evaporación, se intro-
duce en la masa resultante, en calidad de ulterior agente de esta-
bilización, un disolvente clorurado o como quiera de densidad su-
435 perior a 1 (y que es un disolvente del polietileno), preferible-
mente trielina.

6). Procedimiento según la reivindicación 5), caracterizado por el
hecho de que el mencionado disolvente clorurado es añadido en can-
tidad no superior al 100% referido al peso del polietileno.

440 7). Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 3), caracteriza-
do por el hecho de que al final de la evaporación se filtra y se
seca la masa, obteniéndose un polvo uniforme.

8). Procedimiento según las reivindicaciones 1) a 6), caracteriza-
do por el hecho de que la dispersión es filtrada preferiblemente
445 en centrifugadora y lavada para eliminar la pequeña cantidad de
agente de dispersión, obteniéndose luego, por secado, un polvo
uniforme de polietileno.

9). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por el
hecho de que el contacto de la solución caliente de polietileno
450 con el agua con o sin emulgador o agente de dispersión es realiza-
do en un aparato provisto de agitador mecánico de paletas que gi-
ra a gran velocidad y del cual la masa puede ser tomada y enviada
a un molino coloidal.

10). Procedimiento según una o varias de las anteriores reivindica-
455 ciones, caracterizado por el hecho de que, para obtener polvos uni-
formes de finura predeterminada, es decir comprendida entre frac-
ciones de micra y algunos cientos de micras, se actúa sobre la ve-
locidad de rotación del agitador, sobre la velocidad de evapora-
ción, sobre la temperatura de evaporación y además sobre la tempe-
460 ratura inicial de la solución de polietileno, y ello precisamente
de manera que para obtener polvos uniformemente gruesos, por ejem-
plo del orden de cientos de micras, se reduce la velocidad de agi-
tación, se aumenta la velocidad de evaporación, se aumenta la tem-
peratura de evaporación y se reduce la temperatura inicial de la

465 solución de polietileno, actuándose en sentido contrario para ob-

252727



tener polvos uniformemente finos o finísimos, inferiores al valor anteriormente indicado, por ejemplo del orden de alguna micra.

470

11). Procedimiento según una o varias de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por emplearse como materias primas desperdicios de polietileno.

12). Procedimiento según una o varias de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que las soluciones de polietileno en su disolvente normal son preparadas a una temperatura superior a los 60° C.

475

13). Procedimiento según una o varias de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que la relación entre el agua, con o sin agente de emulsión o de dispersión, y la solución de polietileno está comprendida entre 10:1 y 1:1, y preferiblemente entre 3:1 y 1,5:1.

480

14). Procedimiento según una o varias de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que la cantidad de emulgador o agente de dispersión inicial está comprendida entre 0,1% y 5% referido al peso del polietileno.

485

15). Procedimiento según una o varias de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que la decantación es efectuada hasta dejar y obtener, en la dispersión final de polietileno, una cantidad de agente de dispersión o de emulsión inferior al 0,4% referido al peso del polietileno.

490

16). "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE DISPERSIONES DE POLIETILENO Y DE POLVOS UNIFORMES DE FINURA PREDETERMINADA PARTIENDO DE GRANULOS, POLVOS GRUESOS Y DESPERDICIOS". - - - - -

Consta la presente Memoria descriptiva de trece hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

Madrid, 7 OCT. 1959

FRANCESCO GIAMPIETRO

P.p.
Rodolfo de la Torre
[Signature]