

21



268456

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES POLI-  
MERICAS ESTABLES CONTRA LA ACCION DEL CALOR, EL ENVEJECIMIEN-  
TO Y LA LUZ", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA  
GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada en  
Largo Guido Donegani 1-2, MILAN (Italia).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a composiciones polimé-  
ricas estabilizadas a base de poli-alfa-olefinas y a un  
procedimiento para estabilizar fibras, películas y otros  
artículos manufacturados a base de polímeros olefinicos  
cristalinos.

Sabido es que los materiales a base de poliole-  
finas experimentan cierta degradación durante la elabora-  
ción en caliente en presencia de oxígeno atmosférico.

También se sabe que los artículos manufacturados  
a base de poliolefinas cristalinas son sensibles a la

268456 21 JUN 1954

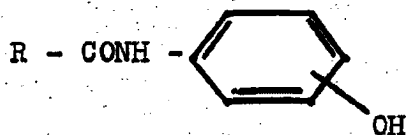


acción de la luz y a los tratamientos térmicos.

Esta acción degradadora puede reducirse por adición al polímero de sustancias protectoras particulares (en especial durante la preparación de fibras, películas,

5. etc.). Por lo general, para esta finalidad se emplean pequeñas cantidades de fenoles, aminas, compuestos de azufre, amino-fenoles, mercaptanos, compuestos organoestánnicos, fosfitos y otros compuestos (tales como, por ejemplo, el 2,6-butil terciario-p-cresol; la beta-naftilamina; la p-fenilendiamina; los fenoles estirenados; la 2,5-di-  
10. butil terciario-hidroquinona; la 2-octil-4-metoxibenzo-fenona; el 4,4-tio-bis-3-metil-6-butil terciario-fenol; el 2,2'-metilen-bis-4-etil-6-butil terciario-fenol; el 4,4'-isopropilidenfenol; la fenil-alfa-naftil-amina; la  
15. fenil-beta-naftilamina; la politrimetil-dihidroquinolina; la metil-etil-cetoxima; la ciclohexanon-oxima; la paraquinondioxima; la N-N,-difeniletilen-diamina, la difenil-p-fenilendiamina, los dialkilditiofosfatos básicos de zinc, el tris-nonilfenilfosfito; el ditiocarbamato  
20. butílico de níquel y otros compuestos).

La solicitante ha descubierto ahora, de manera sorprendente, que los compuestos que tienen la fórmula general



25. en que R es un grupo arilo, substituído o no con grupos alkilo, acilo o alcoxi, en que el hidroxilo del núcleo bencénico puede hallarse en posición orto, beta o para

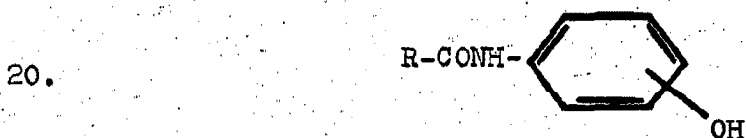


- 3 - 268456

5. respecto al grupo carbamínico, presentan gran acción estabilizante contra la acción del calor y, en varios casos, del envejecimiento y de la luz, cuando se les mezcla, en cantidades iguales o inferiores al 2%, con los polímeros olefínicos cristalinos adecuados para dar fibras o películas.

10. Dichos compuestos actúan también como estabilizadores para las composiciones a base de poliolefinas y compuestos básicos de nitrógeno, que proporcionan fibras textiles dotadas de características tintóreas mejoradas.

15. Un objeto de este invento atañe a composiciones poliméricas estables contra la acción del calor, el envejecimiento y la luz, que constan de: a) una poliolefina cristalina y b) un compuesto orgánico estabilizante tomado de entre los compuestos que tienen la fórmula general



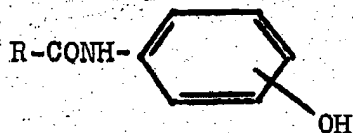
25. en que R tiene el significado mencionado antes y el hidroxilo del grupo bencénico puede hallarse en posición orto, meta o para respecto al grupo carbamínico.

30. Otro objeto de este invento es un procedimiento para estabilizar poliolefinas cristalinas, y más particularmente polipropileno, contra la acción del calor, el envejecimiento y la luz, el cual procedimiento consiste en añadir a la poliolefina una cantidad comprendida entre 0,02% y 2% en peso (de preferencia 0,2%) de un compuesto



268456

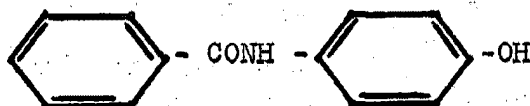
que tiene la fórmula general



en que R es un grupo arilo, substituído o no con grupos alquilo, acilo o alcoxi, en que el hidroxilo del núcleo bencénico puede hallarse en posición orto, meta o para respecto al grupo carbamínico.

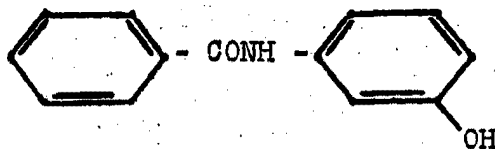
5.

Entre los compuestos que pueden emplearse como estabilizadores para las poliolefinas cristalinas conforme al invento que aquí se expone, parecen ser particularmente eficaces los compuestos siguientes:

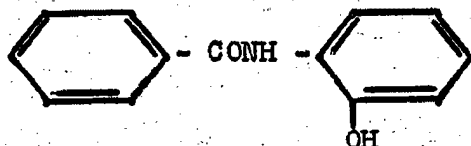


4-benzaminofenol

10.



3-benzaminofenol



2-benzaminofenol.

5- 268456

21 JJ



La aplicación de los compuestos estabilizantes a que se refiere este invento se efectúa en general mezclando dichos compuestos con polipropileno mientras se agita.

5. Sin embargo, los estabilizadores pueden añadirse también por otros métodos, tales como mezclando la poliolefina con una solución del estabilizador en un disolvente adecuado y evaporando luego el disolvente, o bien añadiendo el estabilizador a la poliolefina al final de la polimerización.

10. También es posible obtener la acción estabilizante aplicando los compuestos estabilizadores sobre el artículo manufacturado, por ejemplo inmergiendo éste en una solución o dispersión de estabilizante y evaporando luego el disolvente.

15. Los compuestos a que se refiere este invento muestran buena compatibilidad con las poliolefinas en estado de fusión y carecen de acción manchante.

20. La adición de una sal inorgánica de ácido esteárico, por ejemplo estearato de calcio, que tiene la función de agente antiácido, a las composiciones a que se refiere este invento antes de su hilatura, mejora las características de estabilidad de dichas composiciones.

25. Los ejemplos que siguen tienen por objeto ilustrar este invento sin limitar su alcance.

EJEMPLO 1.

30. En una mezcladora de tipo Werner se prepara a temperatura ambiente una mezcla homogénea de 9,950 g de polipropileno (preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos y dotado de viscosidad intrínseca [7])

268456

21



-determinada en tetrahidronaftaleno a 135°C- de 1,69, un residuo después de extracción heptánica de 93,1% y un contenido de cenizas de 0,03%) y 50 g 3-benzaminofenol,  $C_6H_5-CONH-C_6H_4-(m)OH$ .

5. Mezclado con el estabilizador, el polímero da una masa fundida casi incolora cuando se le somete a fusión en un tubo de ensayo mantenido en baño termostático a 250° durante 10 minutos.

10. Se hila la mezcla en un dispositivo de hilatura en fusión en las condiciones siguientes:

temperatura del tornillo	230°C
temperatura del cabezal	210°C
temperatura de la hilera	210°C
tipo de la hilera	60/0,8 x 16 mm
15. presión máxima	45 kg/cm <sup>2</sup>
velocidad de arrollamiento	250 m/min.

Se estiran las fibras con una relación de estiraje de 1:5 a 110°C. Las características serimétricas de las fibras obtenidas son las siguientes:

20. tenacidad	3,7 g/den
alargamiento	19%

25. La viscosidad intrínseca  $[\eta]$  del hilo estabilizado es de 1,16, mientras que un hilo obtenido del mismo polímero pero sin estabilizador, tiene un  $[\eta]$  de 1,04.

El hilo estabilizado, expuesto durante 15 horas a la acción del calor en una estufa provista de circulación de aire a 120°C, mantiene casi inalteradas sus características.

30. Después de exposición a una lámpara ultravioleta-

-7- 268456

21 Ju



leta de mercurio, el hilo conserva el 48% de la tenacidad inicial, mientras que en el hilo no estabilizado la tenacidad inicial se reduce al 29%.

EJEMPLO 2.

5. En una mezcladora de tipo Werner se prepara a temperatura ambiente una mezcla homogénea de 9,950 kg de polipropileno (preparado con catalizadores estereoespecíficos y dotado de una viscosidad intrínseca [η] de 1,69 -determinada en tetrahidronaftaleno a 135°C-, un residuo después de extracción heptánica de 93,1% y un contenido de cenizas de 0,03%) y 50 g de 4-benzaminofenol,

10.  $C_6H_5-CONH-C_6H_4-(p)-OH$

Mezclado con el estabilizador, el polímero da una masa fundida casi incolora cuando se le somete a fusión en un tubo de ensayo mantenido en baño termostático a 250°C durante 10 minutos.

15.

Se hila la mezcla en un dispositivo de hilatura en fusión en las condiciones siguientes:

- temperatura del tornillo 230°C
- 20. temperatura del cabezal 220°C
- temperatura de la hilera 210°C
- tipo de la hilera 60/0,8 x 16 mm
- presión máxima 35 kg/cm<sup>2</sup>
- velocidad de arrollamiento 250 m/min.

25. Se estiran las fibras con una relación de estiraje de 1:5 a 110°C. Las características serimétricas del hilo obtenido son:

- tenacidad 3,4 g/den
- alargamiento 28%.

30. La viscosidad intrínseca [η] del hilo estabili-



268456

24

zado es de 1,11, mientras que la del hilo obtenido del mismo polímero, pero sin adición de estabilizador, es de 1,04.

5. El hilo estabilizado, expuesto durante 15 horas a la acción del calor en una estufa provista de circulación de aire a 120°C, mantiene casi inalteradas sus características.

10. Después de exposición a una lámpara ultravioleta de mercurio durante 20 horas, el hilo conserva el 38% de su tenacidad inicial, mientras que la del hilo no estabilizado se reduce al 29%.

-9-

268456

21

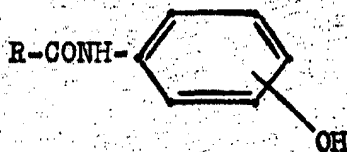


N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la patente italiana Nº 11.033/60 del 22 de junio de 1.960.

5. 1. Procedimiento para la obtención de composiciones poliméricas, estables contra la acción del calor, el envejecimiento y la luz, constituida por a) una poliolefina cristalina y b) un compuesto orgánico estabilizante que tiene la fórmula general

10.



15.

en que R es un grupo arilo, substituido o no con grupos alkilo, acilo o alcoxi, en que el hidroxilo del núcleo bencénico puede hallarse en posición orto, meta o para respecto al grupo carbamínico, caracterizado por el hecho de que la poliolefina cristalina se mezcla íntimamente con el compuesto orgánico estabilizante.

20.

2. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizada por el hecho de que la cantidad de compuesto orgánico estabilizante está comprendida entre 0,02 y 2%, y de preferencia entre 0,2 y 1% en peso de la poliolefina.

25.

3. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizada por el

268456

21



hecho de que la poliolefina cristalina es polipropileno  
preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos.

4. Procedimiento en conformidad con lo definido  
en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el  
5. hecho de que el compuesto orgánico estabilizante es  
3-benzaminofenol,  $C_6H_5-CONH-C_6H_4-(m)-OH$ .

5. Procedimiento en conformidad con lo definido  
en las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho  
de que el compuesto orgánico estabilizante es 4-benzamino-  
10. fenol,  $C_6H_5-CONH-C_6H_4-(p)-OH$ .

6. Procedimiento para la obtención de composiciones  
poliméricas, estables contra la acción del calor, el enve-  
jecimiento y la luz.

Según se describe y reivindica en la presente  
15. memoria de consta de diez páginas foliadas y escritas a  
máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 21 de junio de 1.961.

MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA  
MINERARIA E CHIMICA.

20.

p. a.

J. IME BERN MIRALLES  
P.P.

R/pp.  
tr:sb.