

21



270663

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES POLIMERICAS ESTABILIZADAS CONTRA LA ACCION DE 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 poliméricas estabilizadas contra la acción de la luz y a un procedimiento para prepararlas.

5. Se sabe que los polímeros de tipo olefínico son sensibles a la acción de la luz en la zona ultravioleta comprendida entre 330 y 440 milimicras (absorción de energía con reacciones fotoquímicas de degradación). Esto puede observarse por la exposición de películas o láminas del polímero a la luz directa del sol o a radiaciones emitidas por lámparas fluorescentes, lámparas de arco de
- 10.

270063



carbón, etc. La degradación se manifiesta por variaciones en las características mecánicas, el amarilleo o la decoloración de la muestra, la formación de grietas superficiales, la modificación de las propiedades eléctricas, etc.

5. En el caso del polipropileno, se ha observado que el descenso de las características mecánicas y eléctricas (como, por ejemplo, la resiliencia y el factor de pérdida) coincide con la formación de grietas superficiales en las muestras expuestas.
10. La estabilización del polipropileno contra las radiaciones ultravioleta por adición de ésteres de ácido salicílico (absorbedores de las longitudes de onda inferiores a 340 milimicras) es prácticamente insignificante.  
El empleo de benzotiazoles tampoco ha dado resultados positivos. Los mejores absorbedores de rayos ultravioleta que se conocen hasta ahora para el polipropileno pertenecen a la clase de las hidroxibenzofenonas; estas, en efecto, pueden absorber la luz en toda la zona ultravioleta incluida en el espectro solar, o sea de las 300 a las 400 milimicras. Por ejemplo, puede protegerse eficazmente el polipropileno contra las radiaciones solares por adición del absorbedor de rayos ultravioleta 314 de la Cyanamid (2,2-dihidroxi-4-octiloxi-benzofenona).
15. Sin embargo, como el poder absorbente de las sustancias que poseen dicha estructura es también efectivo (incluso en escala limitada) en el espectro de la región visible, los polímeros tratados con el U.V. 314 presentan un color amarillo marcado.
20. Recientemente se han ensayado con resultados satisfactorios algunos derivados de níquel ("Ferro AM-101")
- 25.
- 30.

- 3-270063 21 St



de la Ferro-Chemical Co., que es un fenol-fenolato de níquel que contiene alrededor del 6% de níquel y azufre).

5. Para incorporar este producto al polipropileno por calandrado, no deben excederse las temperaturas de 220-240°C aproximadamente a fin de evitar la descomposición y la degradación del polímero y la formación de un intenso color negro.

10. Ahora hemos descubierto, de manera sorprendente, que el acetilacetonato de níquel tiene acción estabilizante contra la luz en el polipropileno, acción prácticamente igual a la del "Ferro AM-101", pero sin que presente (o los presenta únicamente en forma reducida y solo a temperaturas superiores a las generalmente adoptadas en la extrusión y en el moldeo por inyección) los inconvenientes de degradación de los polímeros ni la formación de un color negro que son característicos del "Ferro AM-101", como se ha demostrado mediante ensayos de exposición en el fadeómetro Atlas (del tipo FAA-R).

15. En consecuencia, este invento se refiere a una nueva composición polimérica estabilizada contra la luz, que consta de una polialfaolefina cristalina, más particularmente polipropileno, y de 0,2 a 2% en peso de acetilacetonato de níquel, posiblemente con la adición de 0,1 a 2% de un antioxidante que mejora la resistencia del "compuesto" a la oxidación, por ejemplo el 2,6-ditercibutil-4-metil-fenol u otro antioxidante fenólico compatible con la poliolefina.

20. La preparación de la composición a que se refiere este invento se lleva a cabo por lo general mezclando los compuestos en una mezcladora Bambury o en una mezcladora

25.

30.



270663

de rodillos.

Sin embargo, los compuestos pueden mezclarse también por otros métodos, tales como el de mezclar la poliolefina con una solución de estabilizador en un disolvente adecuado, seguido por la evaporación del disolvente, o el de añadir el estabilizador directamente a la poliolefina al final de la polimerización. La acción estabilizante puede obtenerse también aplicando el estabilizador directamente a los artículos manufacturados, por ejemplo inmergiendo estos últimos en una solución o dispersión del estabilizador y evaporando el disolvente.

Los ejemplos que siguen ilustran el invento sin establecer limitación para su alcance.

E J E M P L O 1.

15. Una muestra de polipropileno estabilizado con 0,2% de 2,6-ditercibutil-4-metilfenol y 0,2% de estearato cálcico se mezcló con 0,5% de varios absorbedores de rayos ultravioleta por medio de una mezcladora de rodillos dobles.

20. a) Resistencia a las radiaciones ultravioleta (exposición en el fadeómetro).

Las muestras se moldearon a 200°C en forma de láminas de 1 x 10 mm, que se expusieron en el fadeómetro hasta la formación de grietas superficiales. Las probetas se expusieron bajo tensión por flexión (figura 1).

25. Se obtuvieron los resultados siguientes:

5- 27000 213



<u>muestra</u>	<u>resistencia</u>
sin ningún absorbente de rayos ultravioleta	7 días
Ferro AM-101	20-25 "
U.V. 314	50-55 "
5. acetilactonato de níquel	21-26 "

b) estabilidad térmica en la fase de elaboración.

10. A temperaturas crecientes de 200 a 280°C y en períodos de 10 a 30 minutos, se moldearon en una prensa de plato, a presión de unos 50 kg/cm<sup>2</sup>, láminas que tenían un espesor de 3 mm y luego se evaluó la variación del color.

15. La poliolefina tratada con "Ferro AM" mostró una decoloración tendiente al negro a medida que aumentaban los tiempos de moldeo y las temperaturas, mientras que el polímero que contenía el acetilacetato de níquel mostró una decoloración menor, que, en las condiciones más severas, tiende a lo sumo al amarillo pardusco.

20. Puede afirmarse que, en igualdad de decoloración, la poliolefina mezclada con el acetato de níquel resiste una temperatura de 20 a 30°C mayor.



270003

ASPECTO DE LAS LAMINAS DE MOLIEN MEZCLADAS CON ABSORBEDORES DE RAYOS ULTRAVIOLETA como función de las temperaturas y los tiempos de moldeo.

PRODUCTO	ASPECTO																			
	220° C					240° C					260° C					280° C				
	10'	20'	30'	10'	20'	30'	10'	20'	30'	10'	20'	30'	10'	20'	30'					
Acetila- cetonato de níquel	ligera mente amari- llo pa- jizo	lige- ramen- te a- mari- llo pa- jizo	ligera mente amari- llo pa- jizo	lige- ramen- te ama- rillo pajizo	ligera mente amari- llo pa- jizo	ligera mente amari- llo pa- jizo	ligera mente amari- llo pa- jizo	ligera mente amari- llo pa- jizo	ligera mente amari- llo pa- jizo	ligera mente amari- llo pa- jizo	amari- llo	amari- llo pardus- co	amari- llo pardus- co	amari- llo pardus- co	amari- llo pardus- co					
"FERRO AM 101"	"	"	"	"	"	amari- llo grisá- ceo	amari- llo pajizo	amari- llo pardus- co	pardo	pardo	pardo	pardo	pardo	pardo	negro					

00

270663

21 3



EJEMPLO 2.

5. Se estabilizó con los aditivos mencionados en el ejemplo 1 una muestra de polipropileno, mezclando los polímeros con los diversos componentes en una mezcladora Bambury a unos 180°C durante 20 minutos.

De la masa homogénea se prepararon luego algunas probetas que, después de los ensayos efectuados como en el ejemplo 1, dieron los mismos resultados.

EJEMPLO 3.

10. Una muestra de polipropileno estabilizada con 0,2% de 2,6-ditercibutil-4-metilfenol y 0,2% de estearato cálcico recibió la adición de 0,5% de algunos absorbedores de rayos ultravioleta y luego se determinó el "índice de fusión" en el polímero moldeado a diversas temperaturas (ASTM -D- 1238-57, carga de 10 kg). Los resultados obtenidos figuran en la tabla que sigue y de ellos se desprende la evidencia de que también la degradación térmica (variación del índice de fusión) causada por el "Ferro AM-101" es claramente superior a la causada por el acetilacetato de níquel.

20.

	<u>10 minutos x 220°</u>	<u>10 minutos x 280°</u>
	<u>Índice de fusión color B</u>	<u>Índice de fusión color B</u>

25.

Sin absorbedor de rayos ultravioleta	3,4 incoloro	3,9 incoloro
Ferro AM-101	6,0 ligeramente verdusco	27,9 casi negro
UV 314	3,5 amarillo	7,6 amarillo
acetilacetato de níquel	4,5 ligeramente verde	5,7 ligeramente pardo

30.



270663

N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la patente italiana Nº 16419/60 del 22 de septiembre de 1960.

5. 1. Procedimiento para preparar composiciones poliméricas estabilizadas contra la acción de la luz, que consiste en combinar a) una poliolefina cristalina y b) acetilacetato de níquel en proporción de 0,05 a 2% en peso, y de preferencia 0,5% como absorbedor de rayos ultravioleta.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, que consta de a) una poliolefina cristalina, b) acetilacetato de níquel en proporción de 0,05 a 2% en peso, y c) un antioxidante en proporción de 0,1% a 2% en peso.
15. 3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el antioxidante es 2,6-terci-butil-4-metilfenol.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que la poliolefina es el polipropileno.
25. 5. Procedimiento, en conformidad con lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que la poliolefina cristalina se pone en íntimo contacto con el acetilacetato de níquel tal como está, por mezcla en una mezcladora Bambury o en una mezcladora de rodillos, o bien disuelta en un disolvente apropiado que luego se



21 3

270663

elimina por evaporación.

6. Procedimiento para preparar composiciones poliméricas estabilizadas contra la acción de la luz.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de nueve páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de una lámina de dibujos.

Madrid, a 21 de septiembre de 1.961.

MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA  
MINERARIA E CHIMICA.

10.

p. a.

JAIPE ISEMI MIRALLES  
P. P.

R/pp.  
tr:sb.



270663

270663

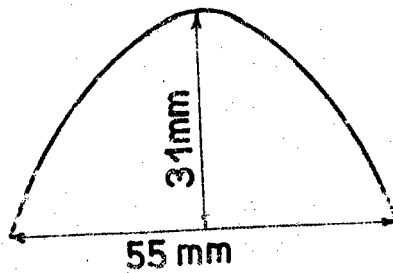


Fig.1

Madrid, 2<sup>a</sup> SEP 1961  
Jaime Isern

p.p.