

8 SEP. 1962

P.- 22.943

WM/CA/06



278227

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

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

formulada el 12 de Junio de 1962, con el Núm. 278.227

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de REVERTEX LIMITED, entidad británica, establecida en 51-55, Strand, Londres, Inglaterra, por:

"UN METODO DE PREPARAR UNA COMPOSICION PLASTIFICADA DE ALCOHOL POLIVINILICO"

=====

Este invento se refiere a la plastificación de calidades de alcohol polivinílico "parcialmente hidrolizadas".

La expresión calidades de alcohol polivinílico "parcialmente hidrolizadas" tal como se usa en esta Memoria descriptiva, alude a alcohol polivinílico en el que de 75 a 90 de cada 100 grupos acetato originalmente presentes en el acetato de polivinilo del cual se ha obtenido el alcohol polivinílico han sido sustituidos por grupos hidroxilo.

De acuerdo con el presente invento se proporciona una composición que comprende un alcohol polivinílico "parcial-



mente hidrolizado" (según se ha definido anteriormente)
plastificado con trimetilolpropano en una cantidad compren-
dida entre 5, aproximadamente, y 50, aproximadamente, par-
tes en peso, de trimetilolpropano por cada 100 partes del
5 alcohol polivinílico "parcialmente hidrolizado".

Se ha encontrado que los límites tolerables del tri-
metilolpropano (2-etil,2-hidroximetilpropano-1,3-diol) va-
rían según el grado de hidrólisis del alcohol polivinílico
y, aunque el límite inferior puede ser de 5, aproximadamente,
10 es corrientemente de 10 partes, aproximadamente, en peso,
de trimetilolpropano por cada 100 partes de alcohol polivi-
nílico "parcialmente hidrolizado".

Las composiciones del presente invento son útiles para
la fabricación de película de alcohol polivinílico plastifi-
cada acuosoluble y para la producción de artículos por ex-
15 trusión y soplado y otras técnicas suficientemente conoci-
das en la especialidad de formación de materiales termoplás-
ticos en caliente.

Las composiciones pueden disolverse en agua para la co-
20 lada a partir de la solución resultante por procedimientos
bien conocidos de películas y otros artículos, pero, según
se indica más arriba, las composiciones son particularmente
convenientes para la producción de películas de alcohol po-
livinílico plastificado acuosolubles y otros artículos, me-
diante extrusión y soplado y otras técnicas.
25

El trimetilolpropano tiene, a temperaturas elevadas
comprendidas entre 150 y 200°C., un alto poder disolvente para
calidades de alcohol polivinílico "parcialmente hidrolizados"
(aunque no tan alto como el del glicerol), y, a temperaturas
30 ambientes ordinarias, un efecto de plastificación bajo va

278227



unido a un alto grado de compatibilidad con tales calidades de alcohol polivinílico. La combinación de estas propiedades permite añadir grandes cantidades de trimetilolpropano al alcohol polivinílico para reducir notablemente la temperatura a la que la viscosidad de la fusión permite realizar la extrusión, mientras retiene resistencia y solidez adecuadas en la película u otros artículos resultantes.

La baja higroscopicidad del trimetilolpropano, (que es mucho menor que la del glicerol, plastificante muy usado en las películas coladas), contribuye también a mantener la resistencia y solidez de la película extruída en diversas condiciones atmosféricas.

Como el trimetilolpropano es un material cristalino con un punto de fusión de 55°C ., aproximadamente, se puede mezclar en seco con el alcohol polivinílico que se va a plastificar. Este material mezclado en seco se puede usar directamente para la producción de artículos por moldeo por compresión o extrusión, pero se puede producir un material mejor calentando lentamente la mezcla preparada en seco mientras se mantiene en movimiento hasta que las partículas de alcohol polivinílico absorben el plastificador fundido. Al enfriar, resulta un material granular o pulverulento, seco, uniforme, que no contiene ningún plastificante incorporado. Así se evita el problema de la separación al almacenar y manejar los componentes de una mezcla seca.

La elevada estabilidad térmica del trimetilolpropano mismo, junto con su falta de activación de la descomposición del alcohol polivinílico a temperaturas elevadas, permite componer las mezclas secas en un mezclador interno, fuerte, calentado, o extruirlas en forma de varillas pequeñas que luego

278227



se cortan en gránulos, para dar materiales más convenientes que la mezcla seca original para la producción de películas y otros artículos exentos de defectos. O bien, el material mezclado en seco se puede comprimir a temperaturas ambientes, dando gránulos exentos de espacios vacíos, convenientes para la alimentación del equipo formador final.

También se pueden añadir en cualquier fase anterior a la operación de formación final otros materiales tales como plastificantes auxiliares, cargas inertes, estabilizadores que proporcionan estabilidad adicional a temperaturas elevadas, lubricantes de extrusión y sus mezclas. En particular, se han encontrado que la incorporación de una cantidad de hasta 1% de una sílice finamente dividida tal como las que se venden bajo las marcas registradas "Cab-o-sil" y "Aerosil", facilita la producción de un material suelto, después de haber calentado la mezcla seca para permitir que el alcohol polivinílico absorba el trimetilolpropano fundido. Aunque es evidente que se pueden añadir cantidades mayores de sílice, tales cantidades mayores, por supuesto, perjudicarán a la transparencia de las películas o artículos resultantes formados a partir de la composición.

El invento se explicará ahora por los ejemplos siguientes, en los que todas las partes son en peso:

Ejemplo I

Se añadieron 3 partes de trimetilolpropano a 10 partes de una calidad de alcohol polivinílico "parcialmente hidrolizado" que se vende bajo nuestra marca comercial registrada "Alcotex" 87/10, en la que 87%, aproximadamente, de los grupos acetato presentes originalmente en el acetato de polivinilo

278227



del cual se había derivado se han reemplazado por grupos hidroxilo, y de la cual una solución acuosa al 4% tiene una viscosidad de 10 centistokes, aproximadamente, a 20°C. La mezcla se agitó y se calentó a 100°C., aproximadamente, durante 10 minutos, y luego se enfrió hasta la temperatura ambiente, continuando la agitación. Resultó un material granular no adherente. Después de añadir 0,025 partes de sílice finamente dividida que se vende bajo la marca registrada "Cab-o-sil", la mezcla se agitó nuevamente, a temperatura ambiente. Se produjo un mejoramiento rápido y marcado en las propiedades de flujo del material, una gran parte del cual estaba en forma de las partículas individuales presentes originalmente en el alcohol polivinílico antes de añadir el plastificante. Una muestra del material se sometió a masticación durante 10 minutos a 180°C para dar una masa fundida, estirable, que al enfriar fraguó en una masa transparente, córnea, dura, de buen color y que era fácilmente soluble, lo mismo en agua caliente que fría.

Ejemplo II

Se añadieron 4 partes de trimetilolpropano a 10 partes de "Alcotex" 87/10, y se mezclaron moliendo los sólidos juntos en un mortero. Una muestra que se sometió a masticación a 180°C. durante 10 minutos dió un fundido menos viscoso, que se estiraba más fácilmente que el material descrito en el ejemplo I. Al enfriar, se produjo una masa transparente, ligeramente flexible, de muy buen color. Durante un periodo de tres semanas no se observó ninguna señal de incompatibilidad del plastificante.

278227



Ejemplo III

Se añadieron 5 partes de trimetilolpropano a 10 partes de "Alcotex" 87/10. Una muestra de la mezcla seca, obtenida como en el ejemplo II, se sometió a masticación a 180°C. durante 10 minutos para dar una masa más fluida que el material descrito en el ejemplo II. Al enfriar, se obtuvo una masa transparente de buen color, que era más flexible que el material masticado enfriado, descrito en el ejemplo II. Después de 3 semanas, mostró ligeras señales de eflorescencias del plastificante, indicando que se había excedido el límite de compatibilidad de este alcohol polivinílico particular y del trimetilolpropano.

Ejemplo IV

Se añadieron 3 partes de trimetilolpropano a 10 partes de "Alcotex" 75/L (una calidad de alcohol polivinílico "parcialmente hidrolizado", en la que 75%, aproximadamente de los grupos acetato presentes en el acetato de polivinilo del cual se derivaban, han sido reemplazados por grupos hidroxilo, y una solución acuosa al 4% de la cual tiene una viscosidad de 6 centistokes, aproximadamente, a 20°C.). Una muestra de la mezcla seca obtenida como en el ejemplo II fundió fácilmente por masticación a 180°C. durante 10 minutos. Al enfriar resultó una masa transparente de buen color.

Ejemplo V

Se añadieron 5 partes de trimetilolpropano a 10 partes de "Alcotex" 99/10 (una calidad de alcohol polivinílico "completamente hidrolizado", en la que 99,5%, aproximadamente,



de los grupos acetato presentes en el acetato de polivinilo del cual se obtuvo se han reemplazado por grupos hidroxilo, y una solución acuosa al 4% de la cual tiene una viscosidad de 10 centistokes, aproximadamente, a 20°). Una muestra de la mezcla seca obtenida como en el ejemplo II no pudo dar una masa integrada al masticar a 180°C. durante 10 minutos.

Ejemplo VI

Se trataron lo mismo que en el ejemplo II porciones de calidades de alcohol polivinílico "hidrolizado al 87%", "Alcotex", 87/05, 87/08, 87/10, 87/15 y 87/20, cuyas viscosidades de sus disoluciones acuosas al 4%, medidas a 20°C., eran, aproximadamente, 5, 8, 10, 15 y 20 centistokes, respectivamente. Se encontró que la dificultad de masticación del alcohol polivinílico plastificado se incrementaba al aumentar su grado de viscosidad.

Ejemplo VII

Se añadió una parte de trimetilolpropano a 10 partes de "Alcotex" 87/10 como en el ejemplo I. Resultó un material granular que tenía propiedades de flujo adecuadas, sin añadir sílice finamente dividida. El material se alimentó por medio de un alimentador de escurrido en la abertura de alimentación de un pequeño extrusor de hélice "adiabático", provisto de una cabeza de extrusión (del tipo usado corriente-mente para la extrusión por soplado de película en forma tubular) que se había precalentado a 160° C., aproximadamente, y el tubo resultante se expandió en la forma corriente mediante presión de aire interna antes del aplastamiento y enrollamiento en un carrete. Se encontró que había poca adhe-

8 SEP.



sión entre las superficies internas del tubo aplastado, que podían abrirse fácilmente.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña el 15 de Junio de 1961, bajo el Núm. 21722/1961, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1.º.- Un método de preparar una composición plastificada de alcohol polivinílico, en el cual alcohol polivinílico "parcialmente hidrolizado" pulverulento o granular (como se define en la Memoria) y desde unas 5 a unas 50 partes en peso de trimetilol propano por cada 100 partes de alcohol polivinílico "parcialmente hidrolizado" se mezclan en estado seco y se calientan lentamente a una temperatura superior al punto de fusión del trimetilol-propano, mientras se mantiene la mezcla en movimiento.

20

2.º.- Un método según el punto 1, en el cual el material resultante seco, pulverulento o granular, se lleva a la forma de gránulos.

25

3.º.- Un método según el punto 2, en el cual el material se somete a extrusión para obtener varillas que luego se cortan para formar dichos gránulos.

30

278227

8 SEP 1962

4º.- Un método según el punto 2, en el cual el material es comprimido a temperatura ambiente para formar dichos gránulos.

5º.- Un método de preparar una composición plastificada de alcohol polivinílico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 8 SEP. 1962

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder

278227