

PATENTE DE INVENCION

PC.796/ADD.

331796

Memoria Descriptiva

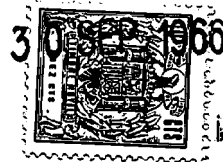
sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA TRABAJAR EL CLORURO DE
POLIVINILO".

Solicitante: **PRODUITS CHIMIQUES PECHINEY-SAINTE-GOBAIN,**
entidad francesa, residente en : 16, Avenue
Matignon, PARIS-8^e, Francia.

La presente invención resultado de los trabajos de Messieurs Michel JUIILLARD y Jean LEGROS, tiene por objeto un procedimiento de trabajo del cloruro de polivinilo y más particularmente un procedimiento de refuerzo y / o de estabilización de las

5.



materias plásticas a base de cloruro de polivinilo. Trata igualmente el invento de resinas preparadas, según el procedimiento y los objetos obtenidos por moldeo partiendo de las referidas resinas.

5. Ya es conocido incorporar a los polímeros y copolímeros de cloruro de polivinilo cargas como el carbonato de calcio, los silicatos, los óxidos metálicos, con objeto de reducir el precio o de dar a los productos mejores propiedades. Pero en general, las cargas utilizadas son perjudiciales para las propiedades mecánicas de las materias plásticas, en particular, respecto a la resistencia en tracción y la aptitud al alargamiento.

10. La Sociedad solicitante ha descubierto un procedimiento mejorado para trabajar los polímeros y copolímeros del cloruro de polivinilo.

15. El procedimiento según la invención, consiste en utilizar como agente de trabajo y/o de refuerzo y/o de estabilización de resinas polivinílicas, una alúmina especial del tipo hidrargillita, trihidrato de alúmina en láminas semi-hexagonales que presentan las características siguientes:

- Superficie específica medida por el método BET comprendida entre 30 y 50 m²/g.
- 25. - Diámetro de las láminas comprendido entre 500 y 2000 Å.
- Espesor de las láminas comprendido entre 100 y 300 Å.

30. (El método BET está basado en la adsorción de nitrógeno y se ha descrito por S. Brunauer, P.H.



Emmett y E. Teller en "Journal of American Chemical Society", 1938, vol. 60, P.309 y siguientes).

5. La expresada alúmina se ha preparado según el procedimiento descrito en la solicitud de patente PV.17.902 de 21 de Mayo de 1965 por "Hidrargillitas finamente cristalizadas", depositada por la Sociedad solicitante.

10. Este procedimiento de fabricación de cristales distintos de hidrargillita cristalográficamente puros, regulares y de finura correspondiente a una superficie activa que puede alcanzar 100 m²/g consiste en someter un gel de alúmina amorfa que contenga por lo menos 0,10 en peso molecular de aniones monovalentes con relación a la alúmina contada en Al₂O₃

15. de dicho gel a una evolución previa a una temperatura comprendida entre la temperatura ambiente y 60°C durante un período de por lo menos dos días, añadiendo dicho gel evolucionado a una solución de aluminato de sosa, pudiendo la relación entre la alúmina de cebo de gel evolucionada y la alúmina total de la mezcla,

20. alcanzar 20%, dejando efectuarse la precipitación de hidrargillita durante un tiempo de una 1/2 hora a tres días a una temperatura comprendida entre la temperatura ambiente y 70°C y terminar la preparación de

25. la hidrargillita así obtenida por secado y lavado, de cualesquiera maneras conocidas en sí.

30. Según una característica del procedimiento de la presente invención, se incorpora 0,5 - 20 % de alúmina a la resina polivinílica y se bate la mezcla resultante entre 100 - 180°C.



- Según otra variante del procedimiento de la invención, se utiliza como agente de trabajo y de refuerzo, cloruro de polivinilo, presentando la alúmina las características antedichas después de haberla sometido a un tratamiento de superficie, tal como un tratamiento de envoltura en un ácido orgánico o una sal o un éster de tal ácido. La cantidad de agente de envoltura o impregnación fijado sobre las partículas de alúmina puede variar en límites muy amplios, por ejemplo, entre 0,5 y 10% del peso de la alúmina de preferencia del orden de 2 - 5 %.
5. tal como un tratamiento de envoltura en un ácido orgánico o una sal o un éster de tal ácido. La cantidad de agente de envoltura o impregnación fijado sobre las partículas de alúmina puede variar en límites muy amplios, por ejemplo, entre 0,5 y 10% del peso de la alúmina de preferencia del orden de 2 - 5 %.
10. tal como un tratamiento de envoltura en un ácido orgánico o una sal o un éster de tal ácido. La cantidad de agente de envoltura o impregnación fijado sobre las partículas de alúmina puede variar en límites muy amplios, por ejemplo, entre 0,5 y 10% del peso de la alúmina de preferencia del orden de 2 - 5 %.

- A título de ejemplo, de agente de envoltura, se puede citar sin que la lista siguiente pueda considerarse como limitativa: ácidos: esteárico, oleico, nafténico y sus sales.
15. A título de ejemplo, de agente de envoltura, se puede citar sin que la lista siguiente pueda considerarse como limitativa: ácidos: esteárico, oleico, nafténico y sus sales.

- Según el invento, se incorpora como agente estabilizante 0,5 - 10 % relacionado con el peso de resina, de una hidrargillita en láminas semi-hexagonales preparadas según el procedimiento descrito en la solicitud PV.17902 anteriormente citada, en forma no envuelta.
20. Según el invento, se incorpora como agente estabilizante 0,5 - 10 % relacionado con el peso de resina, de una hidrargillita en láminas semi-hexagonales preparadas según el procedimiento descrito en la solicitud PV.17902 anteriormente citada, en forma no envuelta.

- Según una variante de ejecución del invento, se incorpora para la estabilización, 0,5 - 10 % con relación al peso de resina, de una hidrargillita en láminas semi-hexagonales, preparada según el procedimiento descrito en la solicitud de patente PV.17902 a que se ha aludido anteriormente, y cuya superficie específica ha aumentado mediante un tratamiento de activación. Según el tratamiento de activación de la hidrargillita, se hace pasar la superficie BET de
25. Según una variante de ejecución del invento, se incorpora para la estabilización, 0,5 - 10 % con relación al peso de resina, de una hidrargillita en láminas semi-hexagonales, preparada según el procedimiento descrito en la solicitud de patente PV.17902 a que se ha aludido anteriormente, y cuya superficie específica ha aumentado mediante un tratamiento de activación. Según el tratamiento de activación de la hidrargillita, se hace pasar la superficie BET de
30. Según una variante de ejecución del invento, se incorpora para la estabilización, 0,5 - 10 % con relación al peso de resina, de una hidrargillita en láminas semi-hexagonales, preparada según el procedimiento descrito en la solicitud de patente PV.17902 a que se ha aludido anteriormente, y cuya superficie específica ha aumentado mediante un tratamiento de activación. Según el tratamiento de activación de la hidrargillita, se hace pasar la superficie BET de



ésta por cualquier valor deseado hasta 400 m²/g.

- Sin querer limitar el invento a una teoría particular, la Sociedad solicitante supone que la citada alúmina agente de trabajo y de refuerzo provoca un fenómeno de fricción en la resina, cuya fricción tiene por resultado desarrollar ciertas propiedades en la resina. Por otro lado, es probable que esta alúmina agente estabilizante retenga, gracias a sus propiedades absorbentes, el ácido clorhídrico impidiendo este último catalizar la descomposición de la resina.
- 5.
 - 10.

- El procedimiento, según la invención proporciona varias ventajas. Permite obtener una gelificación del cloruro de polivinilo en un tiempo más corto. Además, la incorporación de alúmina que presenta las características indicadas anteriormente, facilita el trabajo de la materia plástica desde el punto que se puede tratar ésta con más facilidad en cualquier máquina para el trabajo de la citada resina polivinílica. Además, el procedimiento de incorporación de la alúmina comunica a las materias plásticas calidades superiores, en particular una mejor resistencia a los choques y una mejor estabilidad al calor.
- 15.
 - 20.

- Para los ensayos se han utilizado calidades de cloruro de polivinilo que se expende en el comercio por la Sociedad solicitante bajo las marcas registradas:
- 25.

- LUCOVYL GS 1200

- 30.
- aspecto : pequeñas perlas individualizadas
- granulometría : ningún rechazo al tamiz con una abertura de malla de 200 μ
- 70 a 90% de rechazo al tamiz con abertura de malla de 90 μ

30 S



masa volúmica aparente : 0,46 a 0,50
 K - Wert : 67 - 68
 índice de viscosidad : 120
 pH del extracto acuoso : 7

5. - LUCOVYL GB 1150

aspecto : pequeños granos de forma redondeada que tiene una gran porosidad

10. granulometría (muy regular) : 1% de rechazo al tamiz de abertura de malla 220 μ
 10% de rechazo al tamiz de abertura de malla 160 μ
 95% de rechazo al tamiz de abertura de malla 100 μ

15. masa volúmica aparente(g/cm³): 0,58 - 0,62
 índice de viscosidad : 105 - 115
 K - Wert (ciclohexanona) : 64 - 66

- LUCOVYL RS 1000

20. aspecto : pequeños granos agrupados en aglomerados de 100 a 150 μ

granulometría : rechazo % al tamiz
 90 μ : 80 a 90
 20 μ : nada

25. masa volúmica aparente : 0,52 - 0,54
 índice de viscosidad : 95 - 105
 K - Wert : 61 - 63

- LUCOVYL GB 9501

30. aspecto : pequeños granos de forma redondeada que tienen gran porosidad

granulometría (muy regular) : 3 % de rechazo al tamiz de
abertura de malla 200 μ
95% de rechazo al tamiz de
abertura de malla 100 μ

5. masa volúmica aparente : 0,48 - 0,50
(g/cm³)
índice de viscosidad : 95 - 100
K - Wert (ciclohexanona) : 60 - 62



- LUCOVYL RB 8010

10. aspecto : granos muy pequeños de forma redondeada que tienen una gran porosidad,

15. granulometría (muy regular) : 0 % de rechazo al tamiz de
abertura de malla 250 μ
90 a 98% de rechazo al tamiz
de abertura de malla
100 μ

20. masa volúmica aparente : 0,58 - 0,62
(g/cm³)
índice de viscosidad : 75 - 80
K - Wert (ciclohexanona) : 55 - 57

A continuación se dan resultados de ensayos que permiten demostrar las acciones de la alúmina, a saber:

25. Agente de trabajo, agente de refuerzo, agente de estabilización del calor. Para ello se han hecho cálculos de trabajo con el plastógrafo de Brabender, de resistencia al péndulo Charpy y de coloración.

30. El plastógrafo de Brabender (CF P. Schmidt Kunststoffe, tomo 42, mayo 1952, pags. 142-148) es un



5. aparato que permite determinar la aptitud para la gelificación y la estabilidad del cloruro de polivinilo. El aparato permite registrar en relación con el tiempo, el par de trabajo necesario para fabricar una masa dada de cloruro de polivinilo a una temperatura dada y para una velocidad de rotación dada de los brazos del mezclador.

En todos los ejemplos que se citan a continuación, todas las partes deben entenderse en peso.

10. EJEMPLO 1 -

Alúmina agente de trabajo.

En la cuba del mezclador del plastógrafo de Brabender, se introduce una mezcla de resina y de estabilizantes. Esta mezcla se denominará más adelante "Fórmula D 12":

15:

- Lucovyl GM 9501 : 100 p
- "Garbefix P 10" : 1 (sulfato dibásico de plomo que se expende por la Sociéte des Produits Chimiques de Bezons).

20.

- Blanco de titanio RLS : 1,5 (óxido de titanio que se expende en el comercio por la Sociéte Thann et Mulhouse).
- DB 3 : 1,5 (Estearato dibásico expendido en el comercio por la Sociéte Rousselot),

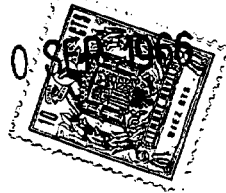
25.

y cierta cantidad de una alúmina que presenta las características siguientes:

- superficie específica : 40 m²/g
- diámetro de las laminas : 800 - 900 Å
- espesor de las láminas : 200 - 250 Å

30.

En obsequio a la brevedad esta alúmina se



designará a continuación por la sigla GH 20.

Se han efectuado diferentes ensayos con cantidades variables de alúmina comprendidas entre 0 y 10% relacionadas con los pesos de materia plástica.

5. También se efectúa un ensayo, introduciendo en el mezclador 10% con relación al peso de resina, de alúmina, tal como se indica anteriormente, que se ha sometido previamente a un tratamiento de impregnación en el ácido esteárico.

10. Los resultados van repertoriados en el Cuadro I siguiente donde se han indicado los datos obtenidos explotando las curvas suministradas por el plastógrafo Brabender.

15. El tiempo de estabilidad es el tiempo durante el cual se puede trabajar el producto en las condiciones indicadas sin que se produzca una degradación.

De los valores recogidos, resulta que el tiempo de gelificación más corto corresponde a una adición de 5 - 10 % de alúmina.



CUADRO I.

	Temperatura del mezclador en °C.	Velocidad de los brazos del mezclador en tpm.	Par en el pico de gelificación en kgm.	Tiempo de gelificación	Tiempo de estabilidad.
Fórmula D.12	180	30	3,075	2'45	41'
Fórmula D.12 + 0,7 % en GH20			3,250	1'45	40'
Fórmula D.12 + 1 % en GH20			3,350	1'30	36'
Fórmula D.12 + 1,2 % en GH20			3,400	1'30	39'
Fórmula D.12 + 2 % en GH20			3,225	2'15	29'
Fórmula D.12 + 5 % en GH20			3,525	55"	11'
Fórmula D.12 + 7 % en GH20			3,950	30"	10'
Fórmula D.12 + 10 % en GH20			4,450	20"	8'30
Fórmula D.12 + 10 % en GH20 impregnada o envuelta			4,150	35"	19'



EJEMPLO 2 -

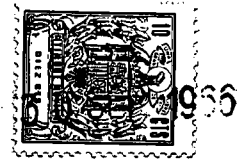
Alúmina agente de trabajo.

Se reproduce el ensayo del Ejemplo 1 utilizando la resina "GS 1 200" (definida anteriormente) y se añade a esta resina un agente de refuerzo a base de polietileno clorado del tipo que se expende en el comercio bajo la marca depositada "PLASKON 103" por la Sociéte Allied Chemical.

Como en el ejemplo anterior, se introducen cantidades variables de alúmina. En el Cuadro II siguiente se dan los resultados obtenidos.

C U A D R O II.

GS 1 200	"Plaskon 103" partes	Alúmina partes	Temperatura del mezclador	Velocidad de los brazos del mezclador en tpm	Par en el pice de en kgm	Tiempo de ge de lificacón	Tiempo de ge de lificacón	Tiempo de es- tabili dad
100	0	0	180°C	60	7,10	1'	11'	
95	5	0	160°C	60	6,60	3'	13'	
95	5	0	180°C	60	6,10	1'45"	14'	
90	5	5	160°C	60	7,30	1'20"	14'	
90	5	5	180°C	60	7,50	10"	6'30"	
85	5	10	160°C	60	7,50	1'	13'30"	
85	5	10	180°C	60	7,40	10"	5'30"	
85	15	0	180°C	60	5,90	2'	8'30"	
85	15	0	180°C	100	6,30	40"	3'	
80	15	5	180°C	60	6,50	10"	5'30"	
75	15	10	180°C	60	6,80	30"	6'	
70	15	15	180°C	60	6,90	1'	5'30"	
75	25	0	180°C	60	5,80	1'	6'30"	
60	25	15	180°C	60	5,90	30"	5'30"	



- En este cuadro se observará el aumento del par a la gelificación, que es debido a la presencia de la alúmina. Resaltan de los valores indicados en el cuadro que para una misma proporción en "Plaskon 103" y a la misma temperatura, los tiempos de gelificación más cortos se obtienen con una proporción de alúmina de 5 a 10 %. Los tiempos de gelificación son mucho más inferiores a los que son necesarios en ausencia de alúmina.
- 5.
10. EJEMPLO 3 -
- Alúmina agente de refuerzo.
- Como se ha indicado anteriormente la introducción de hidrargillita que presenta las características indicadas permite fabricar productos que presentan mejores propiedades de resistencia a los choques.
15. Para evidenciar esta mejora, se fabrican probetas de cloruro de polivinilo rígido, es decir, sin plastificante, trabajando como sigue:
- En primer lugar, se preparan unas hojas extraídas del mezclador de 1,5 mm de espesor, se apilan seis hojas en el sentido de la extracción y se preparan con ayuda de ellas unas placas. En estas placas se cortan unas probetas de modo que se obtengan unos elementos de 150 x 12,5 x 4 mm. En estas probetas, en la parte media, según el lado grande, va practicada una muesca constituida por un agujero circular de 0,5 mm de diámetro unido al borde de la probeta por un trazo de sierra. Los extremos de un diámetro paralelo al lado pequeño de la probeta van distanciados respectivamente en 2 y 10 mm de los lados grandes de la probeta, encontrándose
- 20.
- 25.
- 30.



ésta enclavada en 1/5 de su anchura.

En estas probetas, se efectúan unas medidas de resistencia, según el método del péndulo Charpy, utilizando un mazo de 150 kg.

5. Las medidas efectuadas en las probetas demuestran que el procedimiento de trabajo del cloruro de polivinilo, según el invento, permite desarrollar las propiedades de resistencia a los choques.

10. Los resultados de los ensayos van indicados en el cuadro III, que sigue.

Los ensayos se han efectuado con resinas expandidas en el comercio por la Sociedad solicitante y a las que se ha aludido anteriormente: "GS 1 200", GB 1 150", RS 1000", GM 9 501".

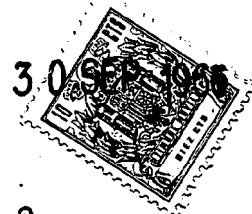
15. Para los ensayos 1 a 25, se han incorporado en las resinas cantidades variables de alúmina denominada GH 20, definida en el ejemplo 1, a saber:

- superficie específica : 40 m²/g
- diámetro de las láminas : 800 - 900 Å
- espesor de las láminas : 200 - 250 Å

20. Por el contrario, los ensayos 26 a 51 se han efectuado utilizando alúmina GH 20 a la que se hace sufrir un tratamiento de impregnación para añadirla 3 % de ácido esteárico.

25. En el ensayo 68, se ha utilizado otro tipo de alúmina la Boehmite, a título de comparación. Se han hecho también una serie de ensayos (58-67) con otra alúmina de la Sociedad solicitante, a saber una alúmina denominada "GH 10 fina" que presenta las características siguientes:

30.



- superficie específica : 10 m²/g
- diámetro de las láminas : 2.000 - 5.000 Å
- espesor de las láminas : 500 - 900 Å

5. Como otros ingredientes, las resinas utilizadas contienen estabilizantes y eventualmente pigmentos. Así para los ensayos, se incorpora en la resina para 100 partes en peso de resina:

Ensayos 1 a 51 y 68

- 2 partes de estearato dibásico de plomo;

10.

Ensayos 52 a 67

- 1 parte de sulfato tribásico de plomo,
- 1,5 parte de estearato dibásico de plomo,
- 1,5 parte de blanco de titanio RL 5.

15. Los ensayos 1 y 52 son ensayos testigos, no conteniendo alúmina las resinas.



C U A D R O III.

Ensayo Nº	Resina de cloro de polivinilo		Alúmina		Tamaño de mezcla % C	Tamaño de moldeo % C	Resistencia al choque Valor medio en kg/cm ² .	Resistencia de probeta deslizantes %
	calidad	cantidad en partes en peso	calidad	cantidad en partes en peso				
1	GS 1 200	100	Hidrargillita GH 20 impregnada o en vuelta		150	165	5	0
2		98		2	150	165	7	15
3		98		2	175	185	5	0
4		95		5	150	165	7	30
5		95		5	175	185	5	0
6		90		10	150	165	13	75
7		90		10	175	185	5	0
8		85		15	150	165	9	50
9		85		15	175	185		
10	GB 1 150	98		2	150	165	8	40
11		98		2	175	185	7	0
12		95		5	150	165	13	75
13		95		5	175	185	7	0
14		90		10	150	165	17	100
15		90		10	175	185	7	0
16		85		15	150	165	8	35
17		85		15	175	185	7	0
18	RS 1 000	98		2	150	165	8	35
19		98		2	175	185	6	0
20		95		5	150	165	7	20
21		95		5	175	185	7	0
22		90		10	150	165	12	70
23		90		10	175	185	6	0
24		85		15	150	165	6	0
25		85		15	175	185	6	0
26	GS 1 200	98	Hidrargillita	2	150	165	6	10
27		98	GH 20	2	175	185	10	80
28		95	impregnada o en- vuelta	5	150	165	10	66
29		95		5	175	185	12	80
30		90		10	150	165	14	83
31		90		10	175	185	13	88
32		85		15	150	165	14	100
33		85		15	175	185	15	100
34		80			150	165		87
35		75		25	150	165	13	0



C U A D R O III (cont.)

En- sa- yo Nº	Resina de cloru ro de polivinilo		Alúmina		Tama- ño de mezcla g C	Tama- ño de moldeo g C	Resisten cia al choque Valor me dio en kg/cm2	% de pro betas desli- zantas
	calidad	canti- dad en partes en peso	calidad	canti- dad en partes en peso				
36	GB 1 150	98		2	150	165	11	60
37		98		2	175	185	6	0
38		95		5	150	165	8	16
39		95		5	175	185	6	0
40		90		10	150	165	17	85
41		90		10	175	185	7	0
42		85		15	150	165	17	100
43		85		15	175	185	7	8
44	RS 1 000	98		2	150	165	7	5
45		98		2	175	185	6	0
46		95		5	150	165	7	20
47		95		5	175	185	6	0
48		90		10	150	165	8	25
49		90		10	175	185	6	0
50		85		15	150	165	7	30
51		85		15	175	185	6	0
52	GM 9 501	100			120	165	7	25
53	GM 9 501	98	GH 20	2	100	165	6	0
54		98		2	120	165	10	50
55		96,5		3,5	120	165	7	15
56		95		5	120	165	6	25
57		90		10	120	165	13	84
58		98	GH 10	2	120	165	6	0
59		96,5	fino	3,5	120	165	9	50
60		95		5	120	165	9	67
61		90		10	120	165	10	89
62		95		5	145	170	9	80
63		95		5	180	170	11	85
64		95		5	170	155	9	50
65		95		5	170	165	11	80
66		95		5	170	180	7	15
67		95		5	170	190	7	15
68	GS 1 200	90		10	150	165	7	20



De los valores indicados en el Cuadro III, resulta que se obtiene una resistencia a los choques mejorada, añadiendo alrededor de 10% de alúmina y efectuando el mezclado alrededor de 150°C. Por el contrario, con la alúmina impregnada, se puede añadir hasta un 15%.

5.

EJEMPLO 4 -

Alúmina agente estabilizador-calor.

Se mide la estabilidad en estufa ventilada a 180°C de una hoja malaxada o batida. La fórmula utilizada es la siguiente:

10.

Lucovyl RB 8010 100 partes

Alfa fenil-indol 0,5 parte

Estearato de calcio 1 parte

15.

Hidrargillita "GH 20" entre 0,5 y 3 partes

20.

Se han hecho 4 ensayos con 0,5, 1, 1,5 y 3 % de hidrargillita, así como un ensayo testigo sin alúmina. Con la composición indicada anteriormente se fabrica una hoja mezclada a 155°C, se la somete a un calentamiento en una estufa ventilada a 180°C y se examina la apariencia de la hoja al cabo de un tiempo de permanencia en la estufa que varía de 10 a 45 minutos.

25.

En el Cuadro IV siguiente, se han indicado los resultados de la superficie:



C U A D R O IV.

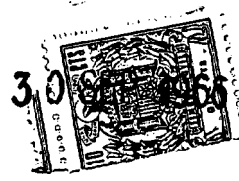
TIEMPO DE PERMANENCIA EN LA ESTUFA						
% alúmina	10 '	15 '	20 '	30 '	40 '	45'
0	amarillo medio	amarillo medio	marrón	marrón	negro	negro
0,5	amarillo claro	amarillo medio	amarillo medio	marrón	marrón oscuro	negro
1	amarillo claro	amarillo claro	amarillo medio	amarillo medio	marrón claro	marrón oscuro
1,5	amarillo claro	amarillo claro	amarillo claro	amarillo medio	marrón claro	marrón oscuro
3	amarillo claro	amarillo claro	amarillo claro	amarillo claro	amarillo medio	marrón claro

15. La coloración del cloruro de polivinilo es un índice que permite seguir la descomposición que se acompaña de liberación de ácido clorhídrico. Esta descomposición es, por regla general, autocatalítica.

20. Examinando los resultados del cuadro, se ve que proporciones crecientes de hidrargillita GH 20 no impregnada dan productos cuya coloración en relación con el tiempo de permanencia en la estufa confirman el papel de estabilización de la alúmina.

25. Mientras que los estabilizantes clásicos actúan por neutralización del ácido clorhídrico formado, la Sociedad solicitante piensa que esta acción de estabilización de la alúmina es debida a la absorción, por esta última, del ácido clorhídrico formado. Debido a este hecho, el ácido clorhídrico no puede ya actuar para catalizar la descomposición del cloruro de polivinilo.

30.



Sin embargo, la invención no se une a esta hipótesis.

EJEMPLO 5 -

Alúmina agente estabilizante.

5. Se repite el ensayo del Ejemplo 4. Este ejemplo, corresponde a una fórmula alimenticia que se utiliza, por ejemplo, para la extrusión-soplado de recipientes que están destinados a contener productos alimenticios. Las fórmulas utilizadas son las siguientes:

FORMULA A -

10.	"LUCOVYL 8010"	100 partes en peso
	Estearato de calcio ..	1,5
	Alfa fenil-indol	0,5
	Cera "Hartwachs"	0,6

FORMULA B -

15.	"LUCOVYL 8010"	100 partes en peso
	Estearato de calcio..	0,5
	Beta-aminocrotonato..	1
	"Plastificante 245"..	1
	Estearato de calcio.	0,4

20. Se efectúan ensayos introduciendo en estas fórmulas porcentajes de 2 a 5 % de hidrargillita GH 20 impregnada de ácido esteárico y de hidrargillita GH 20 no impregnada.

25. Se someten las composiciones antedichas a un mezclado y luego a un moldeado para obtener placas.

En el Cuadro V siguiente se ha indicado el color observado en placas moldeadas partiendo de las composiciones:



C U A D R O V.

	GH 20 no impregnado		GH 20 impregnado	
FORMULA A ...	Amarillo claro	Amarillo claro	Marrón	marrón negro
FORMULA B ...	Marrón claro	Marrón claro	Marrón	negro

10. Esto demuestra que la impregnación por el ácido esteárico inhibe la capacidad de absorción de la hidrargillita GH 20, aislando ésta del medio que la rodea.

EJEMPLO 6 -

Alúmina agente estabilizante-calor.

15. Este ejemplo que corresponde a un estudio de estabilidad al plastógrafo Brabender observando el cambio de color como índice. La fórmula utilizada es la siguiente:

- "LUCOVYL RB 8010 100
- α fenil-indol 0,5
- Estearato de calcio 1

20. En esta composición se efectúa una serie de ensayos haciendo variar dos factores, el porcentaje de alúmina incorporada y la velocidad de rotación de los brazos del plastógrafo, siendo la temperatura de la cuba de 180°C y la masa de producto trabajada de 32 g.

25. Los resultados de las observaciones en cuanto al color se han reunido en el Cuadro VI.



C U A D R O VI

Número de vueltas por minuto.	Proporción de GH 20 incorporada.		
	0 % (testigo)	1 %	3 %
60/40	gris oscuro	crema oscuro	crema claro
90/60	negro	marrón claro	crema oscuro

10.

Se comprueba que la coloración de las muestras, es decir el grado de degradación disminuye cuando aumenta la proporción de hidrargillita GH 20 añadida. De este modo se evidencia el papel estabilizante de la hidrargillita GH 20.

15.

EJEMPLO 7 -

Alúmina agente estabilizante-calor.

Para este ejemplo, las condiciones son las siguientes:

20.

- temperatura de la cuba 180°C
- velocidad de rotación 45/30 vueltas minuto
- masa de producto 30 g

En el dibujo adjunto:

25.

La figura 1 es la curva obtenida al plastógrafo Brabender con fórmulas que contienen estearato de calcio, sin cera "Hartwachs" (100 partes resina, 0,5 parte alfa-fenil-indol y 1,5 parte estearato de calcio).

30.

La figura 2 comprende tres curvas que corresponden a las mezclas siguientes:



Ensayos	1	2	3
LUCOVYL GB II50	100	100	100
5. Estearato de calcio	1,5	1,5	1,5
α-fenil-indol	0,5	0,5	0,5
Cera "Hartwachs	0,6	0,6	0,6
Hidrargillita GH 20	-	2	-
Hidrargillita GH 20 activada	2	-	-

10.

La hidrargillita GH 20 activada empleada en el ensayo 1, es una hidrargillita en la que se ha hecho pasar la superficie específica de alrededor de 40 m²/g a 400 m²/g por un tratamiento de calcinación.

15.

En la curva de la figura 1 se observa un mínimo correspondiente al instante en que el estearato de calcio actúa como estabilizante. En efecto, bajo la acción del ácido clorhídrico, el estearato de calcio libre de la acción esteárica o uno de sus derivados que desempeña entonces el papel de lubricante, con lo que se registra una disminución del par de trabajo.

20.

Este lubricante que se forma al contacto de las partes calientes del aparato se distribuye a consecuencia del mezclado, por toda la masa, lo cual produce entonces un aumento del par de trabajo registrado por el aparato, aumento que sigue a la disminución constatada. La posición de este mínimo de par de trabajo en el curso del tiempo de mezclado, varía en relación con una estabilización creciente del siguiente modo con la

25.

30.

fórmula utilizada:



- se comprueba que existe un desplazamiento del mínimo hacia los tiempos positivos,

- existe una exposición del mínimo en relación con el tiempo,

5. - el valor absoluto del mínimo aumenta.

La curva 2 demuestra que se pueden clasificar las fórmulas por estabilidad decreciente utilizando las observaciones hechas anteriormente en cuanto al desplazamiento y al valor absoluto del mínimo. El orden decreciente es el siguiente:

10.

mezcla 1

mezcla 2

mezcla 3

15. Para hidrargillitas GH 20 con superficie específica comprendida entre 40 y 400 m²/g, se obtienen resultados intermedios entre los que da la mezcla 1 y los que da la mezcla 2.

20. La mezcla más estable es la que contiene hidrargillita GH 20 que tiene la superficie específica mayor. El poder estabilizante de la alúmina que varía proporcionalmente a la superficie específica de ésta demuestra que la estabilización debida a la hidrargillita GH 20 parece un fenómeno unido a la absorción del ácido clorhídrico por la alúmina.

25. De cuanto antecede resulta que la alúmina puede utilizarse como agente estabilizante solo. Pero es bien evidente que se podrá utilizar la referida alúmina en combinación con otros estabilizantes de acción más o menos fuerte. Se podrá también emplear una alúmina con una superficie específica variable en relación con la

30.



estabilización exigida, es decir, en relación con la severidad de las condiciones de moldeo.

5. La ventaja de la alúmina reside en el hecho de que actúa como agente de trabajo y como agente estabilizante sin recurrir a reacciones químicas. Así, se la podrá emplear en las fórmulas alimenticias o en las fórmulas para productos transparentes.

10. La descripción que antecede se ha dado a título de ejemplo ilustrativo y en modo alguno limitativo y se podrán introducir modificaciones y variaciones sin salirse del área de la presente invención.

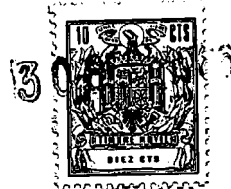
- NOTA -

15. Descrita suficientemente la naturaleza del 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 constar que el invento

20. corresponde a tres solicitudes de patente representadas en Francia, con fechas 30 de Septiembre de 1965, 18 de Agosto de 1966 y 17 de Agosto de 1966, bajo los números PV.33.278, PV.73.223 y PV.73.224, respectivamente, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios

25. que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA TRABAJAR EL CLORURO DE POLIVINILO"; caracterizándose por lo siguiente:

30. 1ª.- Procedimiento para trabajar el cloruro



de polivinilo, caracterizado porque se incorpora una alumina del tipo hidrargillita en láminas semi-hexagonales que presentan una superficie específica medida por el método BET comprendida entre 30 y 50 m²/g, estando comprendido el diámetro de las láminas entre 500 y 2000 Å y estando comprendido el espesor de las referidas láminas entre 100 y 300 Å.

5. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se añade una cantidad de alumina comprendida entre 0,5 y 20% en relación con el peso de resina.

15. 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque se añade una alumina hidrargillita en láminas semi-hexagonales impregnada en un ácido orgánico, tal como el ácido esteárico.

4ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque se añade una hidrargillita en láminas semi-hexagonales que haya experimentado un tratamiento de activación.

20. 5ª.- "Procedimiento para trabajar el cloruro de polivinilo"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria y en el dibujo adjunto.

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

Madrid, 30 SEP 1966

PRODUITS CHIMIQUES PECHINEY-SAINTE-GOBAIN,

L. GÓMEZ ACEDO Y MODESTO
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz

