

CH/M

337276



25 FEB 1967

memoria descriptiva

CLASE DE REGISTRO	Una PATENTE DE INTRODUCCION, por diez años en España.
NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE	La r.s. LOBA CHEMIE DR. PAUL LOW-BEER & CO. (sociedad austriaca)
RESIDENCIA Y DOMICILIO	WIEN (Austria)
<input type="checkbox"/> OBJETO	" PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ESTABILIZANTES " .



1 El presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de estabilizantes para cloruro de polivinilo, polimerizados mixtos de cloruro de polivinilo, así como para otros polímeros conteniendo halógenos. El fosfito de plomo bibásico es un conocido estabilizador, que encuentra empleo
5 de modo extenso en la elaboración de cloruro de polivinilo o de otros polímeros conteniendo halógeno. El mismo sirve para la estabilización térmica de los polímeros y contribuye también a la estabilización contra la luz de los productos arriba mencionados en medida considerable.

10 Ahora se ha encontrado, que se consigue una estabilización especialmente mejorada contra el calor y contra la luz, de cloruro de polivinilo, polimerizados mixtos de cloruro de polivinilo y otros polímeros conteniendo halógenos, cuando se
15 distribuyen cristales mixtos de sulfito de fosfito de plomo bibásico en estas materias plásticas. Tales sulfitos de fosfito de plomo bibásico, en los que la proporción del resto de fosfito, respecto al resto de sulfito, fluctúa entre 5:95 y 95:5, se preparan con preferencia por reacción simultánea de una solución
20 acuosa de ácido fosforoso y sulforoso con la triple cantidad equivalente de litargirio, preferentemente en presencia de pequeñas cantidades de ácido acético como catalizador. La pequeña adición de ácido acético facilita la reacción, que por ello se efectúa más rápida y completamente, formándose el sulfito de fos-
25 fito de plomo bibásico en finos cristales de igual clase. Tales cristales mixtos, sin embargo, pueden alcanzarse también por doble reacción simultánea de acetato de plomo bibásico con



1 una solución de fosfito sódico y sulfito sódico. También sales
de plomo neutras, solubles en agua, por ejemplo, nitrato de plomo
o acetato de plomo neutro o semejantes pueden hacerse reac-
cionar con una solución que, al lado de fosfitos de álcali y
5 sulfito de álcali también contiene la cantidad requerida de le-
jía de álcali, para obtener sulfito de fosfito de plomo bibási-
co en forma de cristales mixtos.

Como se ha encontrado, tales cristales mix-
tos de fosfito de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico
tienen considerables ventajas frente a estabilizantes, que se
10 componen prácticamente en exclusiva de fosfito de plomo bibási-
co. Así, entre otras cosas, se consigue aumentar esencialmente
la eficacia del estabilizante referida a la unidad de peso del
producto agregado al polímero, por lo que, con menores cantida-
des del nuevo estabilizante, según el invento, pueden obtener-
15 se resultados suficientes. Por otra parte, por aplicación del
nuevo estabilizante en aquellas cantidades, que eran usuales
hasta ahora para la estabilización de polímeros conteniendo haló-
genos, se obtiene un efecto de estabilización aumentado. Así
se demuestra una acción sinérgica expresa de los componentes
20 mencionados en relación a la estabilización térmica de políme-
ros conteniendo halógeno, cuando se combina fosfito de plomo
con cantidades tales de sulfito de plomo, que en los cristales
mixtos de estos dos componentes de sales de plomo, el conteni-
do de sulfito de plomo importe desde 5% hasta aproximadamente
25 70% de peso. Con creciente contenido de sulfito de plomo, ade-
más de la estabilización térmica mejorada de los polímeros,
conteniendo halógenos, estabilizados, obtenidos, resulta también

25 FEB 1957



- 3 -

1 un efecto aumentado estabilizador contra la luz; los cristales
mixtos de fosfito de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico
con un contenido de sulfito de más de 70% de peso, especialmen-
te de 70 a 80%, se caracterizan, al lado de ventajosas propie-
dades de estabilización, por coste reducidos de producción.

5 La presente patente se refiere también a esta-
bilizantes con un contenido de sulfito de fosfito de plomo bibá-
sico, que son adecuados para la preparación de tales polímeros
estabilizados conteniendo halógenos, de la clase arriba indica-
10 da. Estos estabilizantes según el invento están caracterizados
porque contienen cristales mixtos de sulfito de fosfito de plo-
mo bibásico, en que la participación en sulfito importa de 5 a
95% de peso, preferentemente de 5 a 70% de peso, al lado de otras
materias fomentadoras de la estabilización, medios deslizantes,
15 antioxidantes, etc.

A continuación, para ilustrar la estabilidad
térmica mejorada de los polímeros, conteniendo halógenos, esta-
bilizantes, obtenidos según el invento, se indican ensayos com-
parativos. En estos ensayos se partió de la siguientes inicia-
ción de polímero:

100 partes de cloruro de polivinilo (Halvic
229)

43 partes de dioctilftalato

Las cantidades de estabilizantes y de medio
25 deslizante pueden deducirse de la siguiente tabla.

Para el examen de la estabilidad térmica se
calentaron las pruebas en un horno con circulación de aire du-

25 FEB



1 rante 60 minutos a 180°C; el siguiente calentamiento después del tratamiento térmico de una hora a 180°C se efectuó para abreviar el procedimiento de examen a 190°C.

T A B L A:

5 Estabilizador Medio deslizante sin de- 1ª dec- coloración
 Propor- Partes Clase: Partes: colorar loración castaño
 ción de los com- hasta mi- después oscuro pa-
 ponentes nutos de minu- sante des-
 Ph y S tos pués de ni-
 en el cris- minutos
 10 tal mixto

1 : 0	2	B	1	75	90	
1 ; 1	2	B	1 _q	105	135	
1 : 9	2	N	0,7	45	60	75-90
9 : 1	2	N	0,7	60	75	90
3 : 1	2	N	0,7	60-75	75-90	105
1 : 1	2	N	0,7	75-90	90-105	105
2 : 3	2	N	0,7	75-90	90-105	105-120
1 : 2	2	N	0,7	75-90	90-105	120

25 Ph = fosfito de plomo bibásico
 S = sulfito de plomo bibásico
 N = estearato de plomo neutro
 D = estearato de plomo bibásico
 Partes = % de peso referido a polimeriza-
 do de cloruro de polivinilo.

25



1

Ejemplo 1: 905 g de óxido de plomo se suspenden aproximadamente en 9 l de agua con adición de 1 g de ácido acético glacial por fuerte agitación. La suspensión se calienta de 35 a 40°C y siguiendo la agitación continuamente se mezcla con una solución de 43 g de dióxido de azufre y 55 g de ácido fosforoso en 1 l de agua. La mezcla obtenida se calienta de 60 a 70°C, de 1 a 2 horas a esta temperatura agitándose, filtrándose después y lavándose con agua. El residuo de filtro obtenido se seca a 110°C y se muele. Rendimiento aproximadamente 1000 g. Se trata en ello de cristales mixtos de sulfito de fosfito de plomo bibásico, siendo la proporción, de la parte de fosfito a la parte de sulfito de los cristales mixtos, de 1 : 1.

5

10

15

20

25

Ejemplo 2.- Una solución de acetato de plomo bibásico puede obtenerse porque se calienta 1 l de una solución de ácido acético al 2,7%, de 70 a 80°C incluyendo en esta solución una suspensión de 157 g de óxido de plomo en 70 ml de agua con agitación y siguiendo la agitación durante 15 minutos. Después de breve sedimentación, se obtiene una solución clara que por litro contiene disueltos aproximadamente 140 g de plomo. Si ahora 715 ml de esta solución a una temperatura de 60 a 80°C agitando se mezclan con una solución, que contiene 12,85 g de hidróxido sódico, 6,6 g de ácido fosforoso y 5,5 g de dióxido de azufre en 100 ml de agua y si se sigue agitando durante 1 hora, entonces se produce una precipitación del deseado sulfito de fosfito de plomo bibásico; el valor pH de la solución debe importar 9. Si el valor pH es más bajo o más alto tiene que ajustarse a este valor con lejía sódica, respectivamente con ácido acético. El sulfito de fosfito de plomo bibásico obtenido

25 FEB 1953



- 6 -

1 se filtra, se lava bien con agua, se seca a 110°C y después se
moltura.

 N O T A
=====

5 La presente patente de introducción,
comprende las siguientes reivindicaciones:

10 1.- Procedimiento para la preparación
de estabilizantes, de compuestos de plomo, para cloruro de po-
livinilo, polimerizados mixtos de cloruro de polivinilo, así
como para otros polímeros, conteniendo halógenos, caracteriza-
do porque se hace reaccionar una solución, que contiene iones
de fosfito y de sulfito, con iones de plomo con la formación
de sulfitos de fosfito de plomo bibásicos, en los que el conte-
nido de sulfito importa de 5 a 95% de peso, preferentemente de
15 5 a 70% de peso.

20 2.- Procedimiento según la reivindi-
cación 1, caracterizado porque se hace reaccionar una solución
acuosa de ácido fosforoso y sulfuroso con la triple cantidad
equivalente de litargirio, preferentemente en presencia de pe-
queñas cantidades de ácido acético, como catalizador.

3.- Procedimiento según la reivindi-
cación 1, caracterizado porque se hace reaccionar una sal de plo-
mo bibásica, por ejemplo, acetato de plomo bibásico, con una
solución conteniendo sulfito de álcali y fosfito de álcali.

25 4.- Procedimiento según la reivindi-
cación 1, caracterizado porque se hace reaccionar una sal de
plomo neutra, soluble en agua con una solución, que contiene
sulfito de álcali y fosfito de álcali así como la cantidad de

25 FEB



- 7 -

1 lejía de álcali requerida para la formación de sulfito de
fosfito de plomo bibásico.

5.- Procedimiento para la preparación
de estabilizantes.

5 Según se describe y reivindica en
la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de siete hojas
foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

10 Madrid, a 25 FEB. 1967

CARLOS ROEB
15
20
25