

CH/M

337277

25 F



memoria descriptiva

CLASE DE
REGISTRO

Una PATENTE DE INTRODUCCION, por diez en España.

NOMBRE Y
NACIONA-
LIDAD DEL
SOLICITANTE

La r.s. LOBA CHEMIE DR. PAUL LOW-BEER & CO.
(sociedad austriaca)

RESIDENCIA
Y DOMICILIO

WIEN (Austria)

OBJETO

" PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ESTABILIZANTES ".

255-



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 estabilizante, que se emplea en medida extensa en la elaboración de cloruro de polivinilo, y otros polímeros conteniendo halógenos y polimerizados mixtos. Ocasiona estabilización contra el calor y contra la luz, de los productos arriba mencionados.

10

Ahora se ha encontrado que puede conseguirse una estabilización mejorada contra el calor y la luz, de polímeros conteniendo halógenos, cuando se utiliza una mezcla de fosfito de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico como estabilizador para polímeros halogenados. De esta manera puede incrementarse esencialmente la estabilización contra el calor permaneciendo la estabilización contra la luz, de los productos. La relación de cantidad de la mezcla puede variar en amplios límites entre 5 y 95%. Tales mezclas de fosfito de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico pueden obtenerse porque los distintos componentes se preparan independientemente de manera conocida en sí y después se mezclan íntimamente entre sí en un mezclador adecuado. Para evitar una separación posterior de la mezcla no se requieren medidas de precaución especiales, puesto que la forma de los cristales, tamaño de los mismos, peso específico, peso al verter y semejantes de ambos productos son muy similares.

15

20

25

También puede procederse de modo que se parte de una solución acuosa de un acetato de plomo bibásico haciendo reaccionar éste, por ejemplo, con una solución de fosfito

25 FEB



- 2 -

1 sódico, siendo la cantidad empleada de fosfito sódico precisa-
mente suficiente para hacer reaccionar sólo una parte del ace-
tato de plomo bibásico para formar fosfito de plomo bibásico.
Después de efectuada la reacción se agrega una solución acuosa
5 de sulfito sódico, que es suficiente para transformar el resto
de -1 acetato de plomo bibásico en sulfito de plomo bibásico.
Todavía son posibles otros caminos, así por ejemplo la reacción
de una solución acuosa de acetato de plomo neutro o nitrato de
plomo neutro, con fosfito sódico y lejías de sosa, debiendo ele-
10 girse las proporciones de cantidad de modo que el plomo del ace-
tato de plomo empleado se precipite totalmente en forma de fos-
fito de plomo bibásico. A continuación de ello puede agregarse
una solución de acetato de plomo neutro y por adición de otra
solución de sulfito sódico y lejía de sosa puede formarse y pre-
15 cipitarse sulfito de plomo bibásico. El orden de sucesión de
las reacciones también puede efectuarse de manera inversa.

Naturalmente que también puede hacer-
se reaccionar una suspensión de óxido de plomo en presencia de
pequeñas cantidades de ácido acético, con una solución acuosa
20 de ácido fosforoso mediante agitación a 60 - 70°C, eligiéndose
la proporción de cantidades entre óxido de plomo y ácido fosforo-
so de tal modo que la cantidad empleada de ácido fosforoso no sea
suficiente para transformar todo el óxido de plomo en fosfito
de plomo bibásico. Cuando esta reacción está terminada, se in-
25 troduce una solución acuosa de dióxido de azufre, que debe trans-
formar el resto del óxido de plomo libre en sulfito de plomo bi-
básico. Si se procede de esta manera, entonces existe la posibi-
lidad de que el ácido sulfuroso reaccionará posiblemente de mo-



1 do principal con el óxido de plomo, pero que también una parte
del mismo puede efectuar reacción con el fosfito de plomo bibá-
sico ya formado. De esta manera es posible que la mezcla, al la-
do de fosfito de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico,
también contenga cristales mixtos de sulfito de fosfito de plo-
5 mo bibásico. Esta circunstancia, sin embargo, no representa nin-
gún papel importante para la eficacia de la mezcla de un esta-
bilizador para polímeros halogenados.

Como se ha encontrado, tales mezclas de fos-
fito de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico tienen con-
siderables ventajas frente a estabilizantes, que practicamente
se componen en exclusiva de fosfito de plomo bibásico. Así se
consigue, entre otras cosas, aumentar esencialmente la eficacia
10 del estabilizador, referida a la unidad de peso del producto
agregado al polímero, por lo que con cantidades menores de la
mezcla de estabilizador, según el invento, pueden conseguirse
resultados suficientes. Por otra parte, por la aplicación de
15 la nueva mezcla de estabilizador, en aquellas cantidades que
hasta ahora eran usuales para la estabilización de polímeros
conteniendo halógenos, se consigue un efecto de estabilización
aumentado. Así se demuestra una acción expresamente sinergisti-
ca de ambos componentes mencionados respecto a la estabiliza-
ción térmica de polímeros conteniendo halógenos, si se combina
20 fosfito de plomo con aquellas cantidades de sulfito de plomo
para que en la mezcla de estas dos sales de plomo, el conteni-
do de sulfito de plomo importe desde 5 hasta 70% de peso apro-
ximadamente. Con creciente contenido de sulfito de plomo resul-
ta, además de la estabilización térmica mejorada de los políme-



1 ros halogenados estabilizados obtenidos, también un efecto au-
mentado de estabilización contra la luz; las mezclas de fosfi-
to de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico, con un conte-
nido de sulfito de más de 70% de peso, especialmente de 70 a
5. 80%, al lado de ventajosas propiedades de estabilización, se
caracterizan por costes de producción disminuidos.

La presente patente se refiere a estabili-
zantes con un contenido de fosfito de plomo bibásico, que son
adecuados para la preparación de tales polímeros halogenados
estabilizados de la clase arriba indicada. Estos estabilizantes
10 según el invento están caracterizados porque contienen una mez-
cla de fosfito de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico,
en que la participación de sulfito de plomo bibásico importa
de 5 a 95% de peso, preferentemente de 5 a 70% de peso y con-
tienen eventualmente cristales mixtos de la misma composición.

15 En lo que sigue, para la ilustración de la
estabilización térmica mejorada de los polímeros halogenados
estabilizados obtenidos, se indican ensayos comparativos. En
estos ensayos se partió del siguiente producto inicial de polí-
mero:

20 100 partes de cloruro de polivinilo (Halvic
229)

43 partes de dioctilftalato.

Las cantidades de estabilizador y de medio
deslizante deben deducirse de la siguiente tabla.

25 Para el examen de la estabilidad térmica se
calentaron las pruebas en un horno con circulación de aire, du-
rante 60 minutos a 180°C; el calentamiento sucesivo después del



1 tratamiento térmico de una hora a 180° se efectuó a 190°C para abreviar el procedimiento de examen.

T A B L A :

5 Estabilizador Medio deslizante: sin deco- 1* deco- colora-
 Proporción Partes Clase Partes lorar has- loración ción cas-
 en la mez- ta minutos después taño os-
 cla de de minutos curo pa-
 Ph y S sante des-
 pués de
 minutos

10	1 : 0	2	B	1	75	90	
	1 : 1	2	B	1	105	135	
	1 : 0	2	N	0.7	45	60	75-90
	9 : 1	2	N	0,7	45-60	60-75	75-90
15	3 : 2	2	N	0,7	75	90	105
	2 : 3	2	N	0,7	90	105	105-120

20 Ph = fosfito de plomo bibásico
 S = sulfito de plomo bibásico
 B = estearato de plomo bibásico
 N = estearato de plomo neutro

Partes = % de peso referido a polimerizado de cloruro de polivinilo.

25 Ejemplo 1: 30 partes de fosfito de plomo bibásico y 70 partes de sulfito de plomo bibásico se mezclan íntimamente entre sí en un molino de bolas.

Ejemplo 2: 84,4 g de acetato de plomo bibá-



1 sico se disuelve en 2 l de agua y se mezclan agitando continua-
mente con una solución de 10,8 g de fosfito sódico en 200 cm³
de agua a una temperatura de 60 a 70°C. La reacción ha termina-
do después de 15 a 20 minutos. Después se añade una solución
5 de 12,6 g de sulfito sódico cristalizado en 200 ml de agua y se
mantiene la mezcla de reacción agitando a 60-70°C. En ello se
precipita sulfito de plomo bibásico que durante el proceso de
agitación se mezcla íntimamente con el fosfito de plomo bibási-
co. El producto precipitado se filtra, se lava cuidadosamente
10 con agua y se seca a 110°C. Se obtiene una mezcla de partes igua-
les de fosfito de plomo bibásico y sulfito de plomo bibásico.

N O T A

=====

15 La presente patente de introducción, com-
prende las siguientes reivindicaciones:

20 1.- Procedimiento para la preparación
de estabilizantes con un contenido de fosfito de plomo bibásico
para cloruro de polivilo, polimerizados mixtos de cloruro de po-
livinilo, así como para otros polímeros halogenados, caracteri-
zados porque se mezcla íntimamente fosfito de plomo bibásico con
sulfito de plomo bibásico.

25 2.- Procedimiento según la reivindica-
ción 1, caracterizado porque se introduce el sulfito de plomo
bibásico en cantidades de 5 a 95% de peso, preferentemente de
5 a 70% de peso, referido al fosfito de plomo bibásico.

3.- Procedimiento según las reivindica-
ciones 1 ó 2, caracterizado porque la mezcla de sulfito de plomo



1 bibásico con fosfito de plomo bibásico se efectúa en el lu-
gar de empleo, mezclando una solución de una sal de plomo
soluble, en cualquier orden de sucesión deseado, con una so-
lución conteniendo iones de sulfito y con una solución con-
teniendo iones de fosfito.

5 4.- Procedimiento para la preparación
de estabilizantes.

Según se describe y reivindica en la
presente memoria descriptiva.

10 Consta esta memoria de siete hojas fo-
liadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 25 FEB. 1967

CARLOS ROEB
Carlos Roeb

15

20

25