

358726



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

a favor de:

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormals Meister
Lucius & Brüning, de nacionalidad alemana, residente
en Frankfurt (Main) (República Federal Alemana) por:
"PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE MASAS DE MOLDEO TER-
MOPLASTICAS DE POLIESTERES".

Memoria Descriptiva

Es conocida la elaboración en artículos moldeados
de masas de moldeo termoplásticas de poliésteres lineales
saturados de ácidos dicarboxílicos aromáticos y de dioles
alifáticos o cicloalifáticos.

5

Es sabido, además, que, mediante la adición de



agentes de nucleación, puede mejorarse la estabilidad de la forma de los compuestos de poliéster. Los artículos moldeados resultantes se caracterizan sin embargo, sólo por una moderada resistencia al choque.

10 Ahora bien, se ha comprobado que las masas de moldeado termoplásticas de poliésteres, obtenidos partiendo de poliésteres lineales saturados de ácidos dicarboxílicos aromáticos y de dioles alifáticos o cicloalifáticos y de polialquilendiol - sometiendo eventualmente los productos de
15 transformación a una condensación ulterior en estado de fusión o en estado sólido -, poseen excelentes propiedades.

 Como polialquilendiol se empleó para la condensación con poliésteres el producto de hidrogenación de polibutadiendiol. En general, se emplean cantidades del 2 al 20%
20 en peso referido a la cantidad total, pero preferiblemente del 3-15% en peso del polialquilendiol. El polibutadiendiol inicial posee una viscosidad de 20-100 poise, medida a 30° C. El índice de hidroxilo se encuentra entre 18 y 90 mg KOH/g. Como poliéster lineal saturado de ácidos dicarboxílicos aromáticos y dioles alifáticos y cicloalifáticos se emplea preferiblemente el poli-(tereftalato de etilenglicol). Sin embargo, pueden emplearse también otros poliésteres, por ejemplo poli-(tereftalato de 1,4-dimetilolciclohexano). También pueden emplearse poli-(tereftalatos de etilenglicol) modificados que, además de ácido tereftálico, contienen como unidad
25
30



fundamental otros ácidos dicarboxílicos aromáticos o también alifáticos, por ejemplo ácido naftalindicarboxílico-2,6 o ácido adípico. Además, pueden emplearse poli-(terftalatos de etilenglicol) modificados que, además de glicol etilénico, contienen otros dioles alifáticos, como por ejemplo glicol neopentílico o butandiol-1,4 como componente alcohólico.

Los poliésteres tienen que tener una viscosidad específica reducida dl/g (medida en una solución al 1% de fenol/tetracloroetano 60:40 a 25°C.) entre 0,6 y 2,0 y preferiblemente entre 0,9 - 1,0 y 1,4 - 1,6.

También se puede partir de poliésteres de viscosidad específica reducida inferior y provocar por condensación ulterior, durante el proceso de mezcla y de transesterificación, la viscosidad superior deseada.

La incorporación de unidades polialquilendioles en poliésteres por transesterificación con formación de estructuras en bloques se verifica ventajosamente en estado de fusión. Para ello, se junta la masa de fusión de poliéster con el polialquilendiol con exclusión de aire y de humedad, se mezcla bien y se interrumpe la transesterificación una vez alcanzado el aumento deseado de viscosidad y se le da forma de granulado al producto de condensación por métodos corrientes.

En general, se lleva la condensación a un punto



tan avanzado que el policondensado alcanza una viscosidad específica reducida de 1,0 a 1,7 y preferiblemente comprendida entre 1,1 y 1,6.

60 Otra forma de ejecución consiste en someter la mezcla homogénea de poliéster con polialquilendiol a una condensación ulterior en fase sólida, a temperatura elevada y en vacío.

65 La velocidad de la condensación aumenta al aumentar la temperatura y tiene que ser elegida de modo que, durante la transesterificación, no se produzca concreción alguna por sinterización del granulado.

70 Para aumentar la velocidad de cristalización y el grado de cristalización, se puede ejecutar la condensación de poliésteres con polialquilendiolos en estado de fusión o en fase sólida, en presencia de agentes de nucleación. Como agentes de nucleación, pueden emplearse materias inorgánicas en estado de fina distribución, eventualmente también en combinación con compuestos orgánicos. El agente de nucleación puede ser aplicado también ulteriormente sobre el
75 policondensado por bloques de elevado peso molecular, tratando el granulado de poliéster durante algún tiempo, bajo nitrógeno o en vacío, en un recipiente giratorio con el agente de nucleación.

80 Las masas de poliéster que contienen por ejemplo talco, aluminio o un pigmento orgánico, tienen una elevada



85 velocidad de cristalización, de modo que en la producción de artículos moldeados se obtienen, especialmente por el procedimiento de moldeo por inyección, artículos moldeados de elevada proporción cristalina, que no cambia apenas incluso por encima de la temperatura de fraguado del poliéster. La consecuencia de ello es que los artículos moldeados así obtenidos de poliéster lineales saturados de elevado peso molecular son de forma muy estable y no se contraen.

90 Para reducir la absorción de humedad durante el almacenamiento o la elaboración, los productos de condensación granulados según la invención de estructura por bloques pueden ser provistos de un revestimiento constituido por una materia inerte hidrófoba, como por ejemplo parafina, cera o un derivado de silicona. Esto puede hacerse, por ejemplo, aplicando un 0,4% en peso de una cera (de un punto de goteo de 56° C.) y volteado a 90° durante 5 horas.

100 Durante la elaboración de las masas de poliéster según la invención a temperaturas de moldeo superiores a la temperatura de fraguado - eligiéndose en general una temperatura de 120 - 170° C. - se obtienen artículos moldeados que, de manera imprevista, además de una buena estabilidad de forma, se caracterizan por su mayor resistencia a los choques y a la flexión. La obtención de masas de poliéster reforzadas por combinación de los poliésteres obtenidos por polimerización por bloques según la invención con materias

105



de relleno en sí conocidas y la producción de mezclas con otros poliésteres es también posible y conduce a la obtención de productos provistos de valiosas propiedades.

Ejemplo

110 Se fundieron de manera homogénea a 270° C, en vacío, 94,4 partes de poli-(tereftalato de etilenglicol) en estado de fina distribución, con una viscosidad específica reducida de 0,865 dl/g y 5,6 partes de polialquilen diol (obtenido por hidrogenación de polibutadiendiol de
115 una viscosidad de 50 poise a 30° C.). Después de 1,5 horas, se enfrió la masa de fusión, se fraccionó el condensado y se determinó la viscosidad específica reducida. Esta era de 0,740 dl/g (medida en una solución al 1% de fenol/tetracloroetano 60:40 a 25° C.). A continuación, se sometió el producto durante 13 horas, a 240° C. en vacío y en
120 un aparato rotatorio, a la condensación en estado sólido, obteniendo un policondensado de una viscosidad específica reducida de 1.112 dl/g. Para la nucleación, se volteó bajo nitrógeno durante 2 horas, a temperatura ambiente, con 0,2% en peso de China Clay Dinkie A. A continuación, se inyectaron con este poliéster, a 270° C, placas de 60 x 60 x 2 mm.

125 La temperatura de moldeo era de 150° C. y el tiempo de inyección de 15 segundos. La resistencia al choque fué determinada mediante un ensayo de caída. Para ello, se
130 expusieron las placas inyectadas a una sollicitación de cho



que haciendo caer verticalmente sobre la placa montada en un bastidor, desde distintas alturas, un cuerpo de caída que se deslizaba sobre carriles de poca fricción. La punta del martinete de caída estaba constituida por una semi
135 esfera de un radio de 10 mm. y el peso del martinete de caída era de 500 g. Como medida para la resistencia al choque se tomó la altura de caída F_{20} , es decir aquella altura a la cual la energía del choque bastaba para provocar la rotura del 20% de las placas sometidas al ensayo. Por cada
140 altura se ensayaron cada vez 10 placas.

La altura de caída del policondensado inyectado era $F_{20} = 91$ cms.

A título de comparación, se midió la resistencia al choque de un poliéster de ácido tereftálico y de glicol
145 etilánico de un valor η_{red} de 1,40 dl/g, medido en una solución al 1% de fenol/tetracloroetano 60 : 40, a 25º C. La misma era $F_{20} = 50$ cms.

Esta solicitud que corresponde a la depositada en Alemania el día 7 de Octubre de 1967 con el número F 53 703
150 IVd/39c, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

155 1). Procedimiento de fabricación de masas de moldeo termoplásticas de poliéster, caracterizado por obtenerse por



transformación de

a) un poliéster lineal saturado de ácidos dicarboxílicos aromáticos y de dioles alifáticos o cicloalifáticos, y

160

b) polialquilendioles en cantidades de 2 al 20% en peso, referido a la cantidad total, sometiendo eventualmente los productos de la transformación a una condensación ulterior en estado de fusión o en estado sólido.

2). "PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DE MASAS DE MOLDEO TERMOPLASTICAS DE POLIESTERES".

165

Esta Memoria consta de ocho hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, 2 de Octubre de 1968