

381272 10 DIC 1967



SECCION TECNICA
• SECCION I.P.E.
CLASE B 01
• CLASE E

memoria descriptiva

CLASE DE
REGISTRO

PATENTE DE INVENCION, por veinte años en España

NOMBRE Y
NACIONA-
LIDAD DEL
SOLICITANTE

CHEMISCHE WERKE MUNCHEN OTTO BARLOCHER GmbH.

- sociedad alemana -

RESIDENCIA
Y DOMICILIO

8 München 54 (Alemania)
Riesstrasse 16

OBJETO

" PROCEDIMIENTO PARA LA GRANULACION DE MATERIALES PULVERULENTOS
DIFICILMENTE SOLUBLES O INSOLUBLES EN AGUA "

PRIORIDAD:

Solicitud patente alemana P 16 42 986.0 del día 14 de Diciembre
de 1967.

INVENTOR:

D. Christian Rosenthal; de nacionalidad alemana.



1

El objeto de la patente española nº 335.129 es un procedimiento para la granulación de materias químicas difícilmente solubles o insolubles en agua, que tienden a la formación de polvo, dispersables en agua, como sales metálicas, especialmente jabones metálicos y pigmentos, precipitándose, según el invento, los materiales desde una suspensión en un medio acuoso, a temperaturas por encima de aproximadamente 60°C, en presencia de compuestos orgánicos difícilmente solubles en agua, respectivamente insolubles, con un peso molar superior a 150, preferentemente por encima de 200 y con un punto de reblandecimiento inferior a 100°C, aislando el precipitado y secándolo.

5

10

15

Los medios auxiliares de granulación presentan frecuentemente un resto alifático de cadena más larga.

20

25

30

Como medios auxiliares de granulación han dado buen resultado aquí especialmente ésteres de alcohol graso, ésteres de ácido graso de alcoholes polivalentes, alquidésteres, ceras de éster, amidas de ácido graso, alquilolamidas de ácido graso, nitrilos de ácido graso, alquilfenoles, cetonas grasas, mezclas de aceites minerales y parafinas líquidas con jabones metálicos, anhídridos de ácidos grasos y mezclas, que contienen aceites minerales o parafinas líquidas y presentan un punto de reblandecimiento inferior a 100°C. También los ésteres de alcohol graso pueden utilizarse según el invento como medios auxiliares de granulación. Entre los ésteres de ácido graso de alcoholes polivalentes son especialmente adecuados alquilenglicolésteres incluyendo los polialquilenglicolésteres, siendo generalmente etileno el



1 presentes en distribución acuosa.

Se encontró además que la granulación según el procedimiento del invento puede ejecutarse aceleradamente y a temperatura más baja cuando al lado de los medios auxiliares de granulación conocidos por las patentes españolas 335.129 y 339.889 se agregan además en la granulación disolventes orgánicos, insolubles en agua. Este es el objeto del certificado de adición 342.144 (adición a la patente nº 335.129). Se trata de un procedimiento para la granulación de materias químicas difícilmente solubles en agua o insolubles pero dispersables, que tienden a la formación de polvo, que se caracteriza porque se granulan estos materiales utilizando medios auxiliares de granulación orgánicos adecuados, que contienen un resto de hidrocarburo y cuyo punto de fusión está situado por encima de 40°C, conjuntamente con disolventes orgánicos, insolubles en agua, con puntos de ebullición de hasta 135°C o de aquellos disolventes que son volátiles con vapor de agua, suspendiendo como lodo en agua el material a granular, los medios auxiliares de granulación y los disolventes, calentando con agitación hasta que se haya formado un precipitado granuloso, filtrando después y eventualmente lavando y secando.

Como disolventes entran en consideración, por ejemplo, hidrocarburos insolubles en agua, aromáticos, alifáticos o clorados, alcoholes, éteres, ésteres y cetonas con puntos de ebullición hasta 135°C, pero preferentemente por debajo de 100°C, pero también disolventes con puntos de ebullición más altos, que son volátiles con vapor de agua; son

30



1 disolventes adecuados en detalle, por ejemplo, bencinas ali-
fáticas, con puntos de ebullición de 80 - 100°C, metilenclo-
ruro, tricloretileno, tetraclorcarbono, benzol, toluol, xi-
5 lol, ciclohexanol, ciclohexanona y nitrobenzol.

5 El procedimiento trae consigo una serie de ventaj-
as: La granulación puede ejecutarse a temperaturas más ba-
jas que según las patentes españolas 335.129 y 339.889.
Como temperatura más baja ya no se necesitan 60°C, sino aho-
ra sólo aproximadamente 40°C. El tiempo de granulación,
10 por la adición de los disolventes, como promedio se reduce
a la mitad.

15 Los granulados se hacen más regulares y oscilan
normalmente entre 0,1 y 1 mm de diámetro. Con participacio-
nes más elevadas de disolvente, también pueden obtenerse
granulados con 5 mm de diámetro y más. Inversamente puede
disminuirse el diámetro de los granulados por aumento de la
velocidad de agitación.

20 Este procedimiento puede utilizarse con éxito para
granular resinas artificiales, como polialquilenos, por ejem-
plo, polietileno, pero especialmente cloruro de polivinilo
y sus copolímeros, especialmente halogenuros de polivinilo,
meramente con adición de plastificantes y/o disolventes.

25 El objeto de la solicitud de patente alemana
C 42061 IVc/39b, es un procedimiento para la granulación de
polímeros conteniendo halógenos, caracterizado porque se
disuelve una parte de los polímeros a temperatura aumentada
en plastificantes y/o disolventes, suspendiendo el resto de
30

10 D 10 1953

- 5.-

1 los polímeros en agua a temperatura más baja, revolviendo
la solución de los polímeros en la suspensión acuosa y calen-
tando después lentamente hasta que se haya producido la gra-
nulación. La agitación se suprime después, se agrega agua
5 otra vez y se calienta durante breve tiempo a una temperatu-
ra de hasta 80 a 100°C. Utilizando simultáneamente disol-
ventes, estos se separan por evaporación con el agua.

Como plastificantes son adecuados todos los plasti-
ficantes usuales, especialmente plastificantes de ftalato,
10 pero al lado también de éster de ácido sebacínico, éster de
ácido adípico, reblandecedores de fosfato y no por último
plastificantes de polímero.

Como disolventes se utilizan aquellos conjuntos
de ebullición entre 30 y 200°C, ventajosamente de 60 a 110°C
15 y aquellos disolventes, que son volátiles con vapor de agua.
Deben citarse: hidrocarburos aromáticos, preferentemente
benzol, toluol, xilol, hidrocarburos alifáticos, ésteres,
como butilacetato, cetonas, como ciclohexanona, éteres como
dibutiléter o también mezclas de disolventes, como por ejem-
20 plo de toluol y acetona. Hidrocarburos clorados como tetra-
clorocarbono dan buen resultado en la granulación de cloruro
de polivinilo de emulsión.

Según el procedimiento descrito en la solicitud
de patente alemana G 42.061, pueden granularse cloruros de
25 polivinilo de suspensión y de emulsión de todos los valores
usuales de K o también mezclas de cloruro de polivinilo de
suspensión y emulsión y eventualmente también polimerizados
mixtos, que contienen polímeros halogenados. Especialmente

30



1 el procedimiento descrito en la solicitud de patente alemana C 42.061 puede servir para aplicar la granulación a partir de la suspensión, respectivamente de la emulsión.

5 Esto es especialmente ventajoso para la granulación de cloruro de polivinilo de emulsión, porque los emulsionadores - que frecuentemente molestan en la ulterior elaboración - se extraen por lavado ampliamente por la granulación.

10 Según el procedimiento descrito en la solicitud de patente alemana nº C 42.061, es posible la preparación de granulados duros de polivinilo y de granulados blandos de cloruro de polivinilo con cualquier contenido de plastificante deseado.

15 Las cantidades de plastificante están situadas entre 10 y 100 partes por cada 100 partes de resina, utilizando preferentemente las cantidades usuales en la práctica entre 30 y 80 partes por cada 100 partes de resina. Para la granulación se utiliza naturalmente aquella cantidad de plastificante, que se desea en el granulado blando acabado.

20 Con las cantidades de plastificante, usuales en la práctica, de 80 a 30 partes, por 100 partes de cloruro de polivinilo, se consigue la granulación de acuerdo con el procedimiento descrito según la solicitud de patente alemana nº C 42.061, solamente con ayuda de los plastificantes, sin utilizar adicionalmente disolventes. En el caso de menores cantidades

25 de plastificante, entonces tienen que añadirse en la granulación disolventes en medida creciente.

30 En la granulación de cloruro de polivinilo duro

10 DIC 1968



- 7.-

1 se utilizan desde 10 a más de 400 partes de disolvente por
cada 100 partes de cloruro de polivinilo, pero preferentemen
te de 100 a 200 partes. Según el procedimiento descrito en
5 la solicitud de patente alemana C 42.061, si se desea, pue-
den granularse simultáneamente también materias adicionales
como estabilizadores o resbalantes. El procedimiento des-
crito en la solicitud de patente alemana nº 42.061, también
permite poner a disposición del elaborador granulados libre
mente fluidos, presentes en composición óptima para las res
10 pectivas condiciones de elaboración, como compuestos con to-
das las materias adicionales, como plastificantes, estabili-
zadores, materiales de relleno, antiestáticos, antiinflamam
tes, colorantes, etc.

15 Para la ejecución del procedimiento descrito en
la solicitud de patente alemana nº C. 42.061, se disuelve
una pequeña parte del cloruro de polivinilo, preferentemen-
te de 1 a 3% a temperatura elevada entre 35 a 200°C en la
totalidad del plastificante/disolvente. La parte principal
restante de la resina se suspende separadamente, a tempera-
20 tura ambiente, en agua, preferentemente en una cantidad de
agua simple hasta doble, referida a la resina. Seguidamente
se calienta con agitación hasta que se produzca la granulae
ción, lo que es el caso generalmente entre 40 y 60°C.
Seguidamente se detiene la agitación y se calienta de 80 a
25 100°C. Si se trabaja sin disolventes, después de un breve
tiempo de calentamiento - ya después de 5 a 15 minutos -
puede dejarse salir el granulado terminado. Cuando se gra-
nula con disolventes, estos se evaporan ventajosamente con

30



1 el agua y se recuperan. Los tiempos de calentamiento entonces se hacen correspondientemente más prolongados.

5 En la patente española nº 342.293, se describe finalmente la manera de hacer posible granular polímeros conteniendo halógenos, con disolventes y/o plastificantes, sin disolver previamente una parte del polímero en los plastificantes y/o disolventes.

10 El objeto de la solicitud de la patente española nº342.293, es un procedimiento para la granulación de polímeros, conteniendo halógenos, caracterizado porque se diluyen con agua los polímeros, las resinas en suspensión o emulsión, agregando para esta dilución, agitando, disolventes y/o plastificante, revolviendo hasta que se produzca defloculación y siguiendo la agitación a temperatura ambiente o con
15 ligero calentamiento, aproximadamente a 40°C, hasta que se haya formado un precipitado granuloso.

20 Especialmente para la granulación de cloruro de polivinilo de emulsión, antes de la adición de los disolventes y/o plastificantes, se agrega 0,1 - 2%, preferentemente 0,25 - 1,25%, referido a la resina, de una sal del grupo alcalino térreo, del aluminio o de los metales pesados, calculado como sal sólida, en forma de una solución acuosa.

25 Como disolvente para la granulación de cloruro de polivinilo de emulsión, según este procedimiento, sirven preferentemente aquellos que se hinchan con cloruro de polivinilo de emulsión, respectivamente aquellos que hacen -
30 gelatinizar el cloruro de polivinilo de emulsión, por ejemplo hidrocarburos aromáticos, como benzol, toluol xilol o

1 hidrocarburos de cloro, como por ejemplo tetraclorocarbono.

Sin embargo, tambien son adecuados disolventes no gelatinizantes para la granulaci3n de cloruro de polivinilo de emulsi3n, por ejemplo, 3steres, butilacetato, cetonas, como ciclohexanona, 3teres, como dibutil3ter, alcoholes como n-butanol o hidrocarburos alif3ticos, como petrol3ter; Tambien mezclas de los mencionados disolventes pueden ser utilizadas.

10 Para la granulaci3n de cloruro de polivinilo de emulsi3n, libre de plastificante, se utilizan de 10 a 400 partes de disolvente, por 100 partes de cloruro de polivinilo, pero preferentemente de 100 a 200 partes. Las temperaturas de granulaci3n aplicadas tienen que estar situadas forzosamente por debajo del punto de ebullici3n del agua y por encima del punto de ebullici3n del disolvente utilizado.

15 Como plastificantes para granulados de cloruro de polivinilo de emulsi3n, conteniendo plastificantes, son adecuados todos los plastificantes usuales, especialmente plastificantes de ftalato, pero al lado tambi3n 3ster de 20 3cido sebac3nico, 3ster de 3cido ad3pico, plastificante de fosfato, plastificante de pol3mero o 3steres de 3cidos grasos y alcoholes conteniendo de 4 a 22, preferentemente de 3 a 8 3tomos de carbono. Tambi3n son adecuados para este procedimiento las cloroparafinas solas o conjuntamente con 25 otros plastificantes. Las cantidades de plastificante pueden elegirse a discreci3n y est3n situadas entre 10 y 100 partes por cada 100 partes de resina, preferentemente 30 a 80 partes.

30



102.0

- 10.-

1 Los plastificantes pueden utilizarse solos o conjuntamente con los disolventes para la granulación de cloruro de polivinilo de emulsión.

5 El procedimiento expuesto en la patente española nº 342,293, por lo tanto, es de importancia especial para la granulación del cloruro de polivinilo, libre de plastificantes, donde no es posible una disolución previa según la solicitud patente alemana nº C 42.062, en el plastificante.

10 Para la granulación del cloruro de polivinilo de suspensión, libre de plastificante, son adecuados prácticamente solo aquellos disolventes, que gelatinizan el cloruro de polivinilo, por ejemplo, toluol. La granulación de cloruro de polivinilo de suspensión, conteniendo plastificante se efectúa preferentemente según el procedimiento descrito
15 en la solicitud de patente alemana nº C 42.061, según el cual una parte del polímero, conteniendo halógeno, se disuelve previamente en el disolvente y/o en el plastificante.

20 Ya en la patente de invención española nº 335.129, y en la solicitud de patente de adición alemana nº C 42.061, se había indicado que el procedimiento según el invento es aplicable también a materias plásticas como poliolefinas, por ejemplo, polietileno, compuestos de poliacrilo o polimerizados mixtos, y no sólo a polímeros conteniendo halógenos.

25 Se encontró según la patente española nº 351.852, que los procedimientos expuestos en la solicitud de patente alemana nº C 42.061 y española, 342.293, para la granulación de polímeros conteniendo halógeno, son aplicables no solo a
30



1 estas materias plásticas, sino también a otras, y que las
materias plásticas mismas pueden servir de medio auxiliar
de granulación para sí mismas o para otras materias plásticas.
5 Son materias plásticas o mezclas de materias plásticas
que pueden ser granuladas:

Acidos de poliacrilo, polimetacrilatos, y sus polimerizados mixtos, polivinilos, como polivinilhalogenuros, polivinilacetatos o sus polimerizados mixtos, poliolefinas, como polietileno, polipropileno o polibutileno, derivados
10 de celulosa, polistírol, poliésteres, poliamidas o policarbonato.

Al lado de estas materias termoplásticas son también adecuadas ciertas materias duroplásticas, como resinas de fenol o de cresol o epoxiresinas. También son adecuados
15 elastómeros como caucho natural o clases de caucho de síntesis sin vulcanizar, como ABS (acrilnitrilo, butadieno, estírol) o ABR (acril-butadieno-goma) o cloropreno. También son adecuados los polisiloxanos, poliuretano o poliéster y otros más.

20 Para la ejecución del procedimiento, en materias plásticas reblandecidas con plastificante se procede de tal modo que una parte de los polímeros se disuelve a temperatura elevada en plastificantes y/o disolventes, suspendiendo en agua el resto de los polímeros a temperatura aumentada,
25 revolviendo la solución de los polímeros en la suspensión acuosa y calentando lentamente hasta que se haya producido la granulación.

Se disuelven previamente 1 - 10%, preferentemente

30



1 5 - 7% de los polímeros en el plastificante y/o disolvente.
También otros materiales que son gelizables en el
plastificante y/o disolvente, pueden utilizarse como medios
auxiliares de granulación; así por ejemplo, estearato de li-
5 tio en dioctilftalato o estearato de calcio y/o estearato
de bario o estearato de aluminio o estearato de litio en
aceite mineral.

La granulación se efectúa tanto más fácilmente,
cuanto mejor soluble sea el material plástico en el plasti-
10 ficante, respectivamente en el disolvente, También pueden
granularse simultáneamente materiales aditivos, como esta-
bilizadores o medios deslizantes, de modo que puede ponerse
a disposición del elaborador, granulados acabados, presentes
para las respectivas condiciones de elaboración en composi-
15 ción óptima, siendo libremente fluídos, como compuesto con
todas las materias aditivas, como plastificantes, estabili-
zadores, materiales de relleno, antiestáticos, antiinflamantes,
colorantes, etc.

Ocasionalmente es favorable ejecutar la autogranu-
20 lación previamente con el mismo material plástico, pero de
peso molecular más bajo. Por ello no sólo se efectúa la
granulación más fácilmente, sino que también pueden conse-
guirse otras ventajas técnicas. Si se utiliza como medio
auxiliar de granulación para granular cloruro de polivinilo,
25 por ejemplo, un cloruro de polivinilo de bajo valor K, enton-
ces por ello se aumenta la resistencia a la percusión en
frio.

En el caso de materias plásticas no reblandecidas



10 OCT 1968

- 13.-

1 se efectúa la "disolución" de los medios auxiliares de gra-
nulación en adecuados disolventes, en los que las materias
plásticas, que sirven de medio auxiliar de granulación, son
solubles o por lo menos hinchables. Como disolventes sirven
5 predominantemente aquellos con puntos de ebullición hasta
135°C, pero preferentemente por debajo de 100°C ó aquellos
disolventes, que son volátiles con vapor de agua.

10 Para la granulación de materias plásticas libres
de plastificante, se procede ventajosamente según la paten-
te española nº 342.293 diluyendo con agua las resinas polime-
rizadas existentes en suspensión o emulsión, calentando des-
pués, preferentemente a una temperatura por encima de 80°C,
agregando a esta dilución el medio auxiliar de granulación
15 en forma de un precipitado granuloso, que después se tamiza
y se seca.

20 Para este objeto entran en consideración, por lo
tanto, materias plásticas con puntos de fusión bajos, res-
pectivamente aquellas materias plásticas, que se reblandecen
por debajo del punto de ebullición del agua y por ello pue-
den servir de medio auxiliar de granulación, especialmente,
por lo tanto, materias plásticas de bajo valor molecular,
como por ejemplo polietilenos y polietilenglicoles de bajo
valor molecular.

25 Si se granula bajo presión y se aumenta por ello
el punto de ebullición del agua, puede trabajarse también
con materias plásticas que, se reblandecen más elevadamente,
como medios auxiliares de granulación.

30 En el procedimiento descrito en la patente de in-

1 vención española nº 335.139 se producen entonces compuestos
de cloruro de polivinilo en forma de granulado, que presen-
tan un determinado grado de gelización pasante, que es sufi-
5 ciente para todas aquellas aplicaciones, en las que en las
máquinas elaboradoras está dada una cierta medida mínima de
fricción, tal como es usual, por ejemplo, en la elaboración
de compuestos de cloruro de polivinilo según el procedimien-
to de fundición inyectada, especialmente cuando se emplean
10 máquinas de alta presión.

10 El grado obtenible de gelización previa, sin em-
bargo, no es suficiente para fabricar productos de extrusión
blandos, claros como el cristal, y también en la elaboración
en máquinas de tornillo sin fin único para obtener cables,
por conducción correspondiente de la temperatura por utili-
15 zación de prensas de tornillo sin fin, tiene que procurarse
con una compresión de por lo menos 1:4 y eventualmente tam-
bién por montaje de cribas adicionales debe cuidarse, que
se suministre al material en la máquina elaboradora la ener-
gía requerida para una gelización pasante sin restos.

20 Como estas medidas en las máquinas de marcha rápi-
da para fabricar cables pueden afectar a la extrusión, se
consideró deseable suministrar a los granulados, ya antes
de la elaboración en la materia final, la energía requerida
para una mejor gelización previa en forma de energía térmica.

25 Se intentó alcanzar ésto

- 1.) Por aumento de la temperatura de desecación, y
- 2.) por tratamiento posterior de los granulados,
formados a presión en el auto-clave.



10-01-1968

- 15.-

1 La temperatura aumentada de desecación tiene el
inconveniente de que tiene que contarse con pérdidas de plas-
tificante y que el material posiblemente tienda a quemadu-
ras. Las sollicitaciones oxidativas y térmicas durante el
5 proceso de desecación traen consigo el peligro de anular
por lo menos parcialmente las ventajas del procedimiento
descrito en la patente de invención española nº 335.129
respecto a la economía de estabilizadores.

10 Ahora se ha encontrado que estos inconvenientes
no están dados, cuando se trabaja según el procedimiento
descrito bajo el párrafo 2.).

15 En ello, el granulado formado según la patente de
invención española nº 335.129 y adiciones, después de ter-
minada la granulación, a presión normal, preferentemente
20 agitando, se sigue calentando a una presión entre 0,5 y 7,5
atmósferas de sobrepresión y por encima. Se alcanzan tem-
peraturas de 110 a 180°C durante un tiempo de tratamiento
de 20 segundos hasta 30 minutos. El aumento de temperatura
también puede efectuarse de otra manera, entrando en consi-
deración también un calentamiento en el campo de alta fre-
cuencia según la patente suiza nº 424.243. Los granulados,
fabricados según este procedimiento, sólo se diferencian
poco en sus propiedades de los granulados plenamente geliza-
dos de modo pasante, como se obtienen en los extrusores,
25 cilindros y máquinas granuladoras semejantes. Los granula-
dos tratados según este procedimiento, dan por resultado
artículos terminados con alta transparencia y con una super-
ficie totalmente lisa; el rendimiento de extrusión en el ex

30



1 trusor, en comparación con los granulados no tratados poste-
riormente, está esencialmente aumentado.

5 Por el tratamiento posterior según el invento de
los granulados preparados según la patente de invención es-
pañola 335,129 y según la solicitud de patente alemana O
42.061 y las patentes españolas nº 342.293 y 351.852 en com-
paración con una granulación bajo presión, como se describe
en la patente española nº 351.852 son suficientes tiempos
menores para el tratamiento de presión.

10 La sollicitación mecánica del material, por ello
es menor y su estabilidad final es correspondientemente ma-
yor.

Ejemplo 1

15 50,0 partes de cloruro de polivinilo de suspensión,
70/54

30,0 partes de dioctilftalato

0,5 partes de BCR 02 (estabilizador de bario-cadmio)

0,1 partes de BC 12 SL (estabilizador de bario-cad-
mio)

20 El material de esta receta se granuló con cloruro
de polivinilo, disuelto previamente en la suspensión. Se-
guidamente en la fase acuosa con agitación siguió un trata-
miento a presión. La presión se mantuvo en ello durante 10
minutos a 5 atmósferas de sobrepresión (157,9°C de equiva-
lente de presión-temperatura). El granulado de cloruro de
25 polivinilo así tratado, era transparente y tenía una super-
ficie lisa, mientras que el granulado no tratado a presión,
no presentó ninguna transparencia y tenía una superficie
ondulada.



1 El granulado de cloruro de polivinilo, tratado bajo presión, tenía un peso vertido de 500 g/l. En contraposición a ello, un granulado no tratado posteriormente a presión, tenía solamente un peso vertido de 365 g/l.

5 Ejemplo 2

50,0 partes de cloruro de polivinilo de suspensión 70/54

30,0 partes de dioctilftalato

0,5 partes de BCR 02 (estabilizador de bario-cadmio)

10 0,1 partes de BC 12 SL (estabilizador de bario-cadmio)

También el material de esta receta se granuló con cloruro de polivinilo disuelto previamente en la suspensión. Seguidamente se efectuó agitando un tratamiento a presión en la fase acuosa. La presión se mantuvo en ello durante 15 20 minutos a 5 atmósferas de sobrepresión (157,9°C de equivalente de presión-temperatura). Estos granulados de cloruro de polivinilo eran transparentes y tenían una superficie lisa, mientras que los granulados de cloruro de polivinilo no tratados carecían de transparencia y presentaban 20 una superficie ondulada.

Por el tratamiento a presión prolongado se mejoró el peso vertido de los granulados de cloruro de polivinilo a 550 g/l. En comparación con esto, un granulado no tratado 25 posteriormente a presión, sólo tenía un peso vertido de 365 g/l.

Ejemplo 3 (para cables)

40,00 partes de cloruro de polivinilo en suspensión



1

5

10

15

20

25

30

- 17,15 partes de diisonilftalato
- 9.00 partes de creta
- 1,00 partes de blanco de plomo
- 0,16 partes de estearato de calcio
- 0,28 partes de aceite de parafina

El material de esta receta se granuló con cloruro de polivinilo disuelto previamente, en la suspensión. Todavía en fase acuosa se sometió el granulado de cloruro de polivinilo a presión. Esta se mantuvo durante 15 minutos a 5 atmósferas de sobrepresión (157,9°C) de equivalente de presión-temperatura) y seguidamente, después de desecación, se determinó el peso vertido de los granulados de cloruro de polivinilo. Importó 550 - 560 g/l, mientras que un granulado de cloruro de polivinilo, no tratado a presión, sólo presentaba un peso vertido de 450 - 460 g/l.

La superficie de los granulados tratados a presión era totalmente lisa. Frente a esto un granulado no tratado tenía en la superficie lugares ásperos.

En la elaboración en el extrusor, el rendimiento de extrusión del granulado de cloruro de polivinilo, tratado posteriormente a presión, era más elevado aproximadamente por 25%, que el rendimiento de un material no condensado a presión.

- - - - -
N O T A . -
= = = = =



1 La presente patente de invención, comprende las
siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para la granulación de materia-
les pulverulentos difícilmente solubles ó insolubles en agua,
caracterizado porque el granulado formado en suspensión acuosa,
preferentemente agitando, a una presión superior a 0,5
atmósferas de sobrepresión se sigue calentando durante un
tiempo de tratamiento desde 20 segundos a 30 minutos.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque el calentamiento se efectúa en el campo
de alta frecuencia.

3.- Procedimiento para la granulación de materiales
pulverulentos difícilmente solubles ó insolubles en agua.

15 Según se describe y reivindica en la presente me-
moria descriptiva, la cual consta de diecinueve hojas folia-
das y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 10 DIC. 1968

CARLOS ROEB
P.R.

20

25

30