

19 ABR



PATENTE DE INVENCION

ICI Case P.21218 - SPAIN

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>B-01</u> <u>B-29</u>
SUBCLASE <u>F</u> <u>B</u>

369532

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la producción de composiciones que contienen politetrafluoretileno.

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

El presente invento se refiere a la incorporación de politetrafluoretileno en materiales termoplásticos, y más particularmente a la incorporación de politetrafluoretileno en polie
5. tileno.

19 AGO. 1954



- Un problema que ha surgido en la extrusión de polietileno bajo la forma de una lámina amplia se debe a que el polímero tiende a estrecharse, o sea disminuir su ancho al ser extruido.
5. Problemas similares surgen con otras poliolefinas empleadas para recubrir papeles, por ejemplo, polímeros y copolímeros de propileno ó 4-metilpenteno-1 ó copolímeros del etileno con ácidos grasos insaturados o sus derivados tales como acrilatos, metacrilatos o acetato de vinilo. Se ha encontrado que el grado al cual el polímero se estrecha es menor si se incorpora politetrafluoretileno al polímero. Se ha sugerido ya la incorporación de politetrafluoretileno a otros materiales poliméricos
10. que son subsiguientemente procesados a temperaturas cerca y ligeramente superiores a aquella de ablandamiento del polímero base. No obstante, se ha encontrado que la presencia del politetrafluoretileno da origen a propiedades mejoradas a temperaturas más
15. altas y que si se emplea un método especial para incorporar el politetrafluoretileno, se requiere una menor cantidad de éste para lograr el efecto de seado.
20. De acuerdo con el presente invento se provee un procedimiento para la producción de composiciones que contienen politetrafluoretilenos que puede ser fácilmente dispersado en un material polimérico, y cuyo procedimiento comprende mezclar una emulsión acuosa de politetrafluoretileno y una emulsión o solución de un portador pa
25. 30.



19 AGO. 1961

ra el politetrafluoretileno, y secar la mezcla por aspersión.

- Las composiciones obtenidas mediante el procedimiento de esta invención son particularmente apropiadas para incorporar a materiales
5. termoplásticos en bruto a fin de producir composiciones que contienen una pequeña cantidad de politetrafluoretileno que se encuentra bien dispersado en ella. La naturaleza del portador a emplear depende del material termoplástico al cual deba incorporarse la composición. El portador debe ser una sustancia que recubra las partículas de politetrafluoretileno durante el procedimiento del invento
10. y es luego librado desde las partículas cuando la composición se incorpora al material polimérico, de tal manera el portador puede ser de cualquier material apropiado siempre que sea fácilmente dispersable o soluble en el medio en el cual la composición deba ser dispersada, y que no tenga efecto de
15. letereo sobre las propiedades físicas del medio. Portadores distintos pueden ser apropiados para la formación de composiciones adecuadas para dispersión en diferentes materiales poliméricos en bruto. El presente invento es particularmente apropiado para proveer una composición que contenga politetrafluoretileno para su incorporación en polietileno y en esta circunstancia el polietileno mismo será un portador particularmente apropiado. El polietileno puede ser de un índice de flujo fundido
20. elevado, por ejemplo 20 ó superior (medido de acuerdo
25. con el método de prueba de flujo fundido de ASTM D 1505)
30. con el método de prueba de flujo fundido de ASTM D 1505)

19 AGO



- do con el British Standard 2782 parte 1/1050 emplean do una carga de 1 kilogramo a 190°C) no obstante po litenos que tienen índices de flujo fundido de 4 tienen menos probabilidad de acumularse en los apa ratos de mezcla. El portador preferido comprende una emulsión de polietileno. Otros portadores apro piados incluyen soluciones o emulsiones o resinas y derivados de resinas tales como ésteres de resina, resinas hidrogenadas, ésteres de resinas hidrogena das, resinas polimerizadas, polietileno glicol o sus derivados. Pueden emplearse también derivados del óxido de polietileno y ejemplos de tales deri vados incluyen condensados del óxido de etileno, con, por ejemplo, alcoholes de cadena larga tales como alcohol de cetilo o oleilo, con mezclas de al coholes de cadena larga, con alquil fenoles tales como octil y nonil fenol, con ácidos grasos tales como los ácidos ricinoleico y esteárico, o con ami nas de cadena larga tales como la estiril amina y la lauril amina.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- La emulsión del portador será generalmente estabilizada con un emulsificador que debe ser compatible con el emulsificante empleado para estabilizar la emulsión de politetrafluoreti leno, de manera que se evite la coagulación. Se prefiere emplear un agente emulsificante no -ióni- co pues ellos son generalmente compatibles con el emulsificante empleado para la emulsión de polite- trafluoretileno, no obstante, cuando la incompati- bilidad no constituye un problema serio, agentes
- 25.
- 30.



5. emulsificantes aniónicos pueden ser útiles para obtener composiciones que no son pegajosas. Además, la cantidad de emulsión portadora que se emplea en proporción a la cantidad de emulsión de politetrafluoretileno debe ser tal que no ocurra coagulación. La cantidad permitible ha de depender de la naturaleza del portador y puede ser determinada por simple experimentación.

10. El secado por aspersión constituye una técnica bien conocida en la cual una masa acuosa de una sustancia a ser secada es atomizada en gotículas que caen a través de una corriente en espiral de aire caliente, la cual evapora la humedad, dichas partículas de material cayendo a través

15. de la corriente de aire para lograr un polvo seco. Las temperaturas preferidas para el aire que deben ser empleadas en los procesos de secado por aspersión dependen del material a ser secado. No obstante a fin de que la variación de tamaño de las

20. partículas secadas por aspersión sea tan pequeña como posible resulta preferible que una vez que la superficie de la partícula se encuentre seca no sean estas calentadas a una temperatura superior a su punto de ablandamiento, y por lo tanto se evita la

25. coalescencia. Si se emplea polietileno como material portador la temperatura de escape del gas para el secador por aspersión es de entre 45°C y 65°C, pues resulta la más apropiada.

30. El tamaño de las partículas de politetrafluoretileno es importante y el objetivo



es emplear partículas cuyos diámetros medios son me
nores a 50 μ y, preferentemente, inferiores a 25
 μ .

- Resulta preferible que cuando se
5. emplee una emulsión o dispersión del portador, el tamaño de partícula del material portador sea comparable con el tamaño de las partículas de politetrafluoretileno en la dispersión. Esto tiene la ventaja de que se obtiene un producto no pegajoso que
 10. puede ser fácilmente sacado del secador y también fácilmente almacenado. Si las partículas del portador son muy grandes el producto del secado por aspersión tiende hacer partículas de portador revestidas con partículas de politetrafluoretileno pegajosas, las cuales son muy difíciles de manejar.
 - 15.

- Las composiciones preparadas mediante el presente invento pueden ser incorporadas a la mayoría de los materiales poliméricos. El método de incorporación dependerá de la naturaleza de
20. tanto el portador cuanto el material polimérico. Dentro de las técnicas adecuadas, puede incluirse la de primero hacer una partida básica compuesta en mezcladoras convencionales tales como mezcladoras por extrusión, Banburys, pero preferentemente un
 25. molino de 2 rodillos. La partida básica es luego mezclada por extrusión con más polímero (llamado de aquí en adelante "polímero en bruto") para obtener el producto en bruto. Se considera posible que el mezclado en seco también pueda emplearse para
 30. esta aplicación.

19 AGO. 1950



Como se dijera anteriormente el invento resulta particularmente apropiado para la producción de composiciones de politetrafluoretileno no adecuadas para incorporación al polietileno y provee una manera de dispersar uniformemente polite
5. trafluoretileno en el polietileno y es particularmente útil en los tipos de polietileno para revestimiento por extrusión. Cuando se extruye polietileno bajo la forma de láminas o películas en un ro
10. dillo que gira a una velocidad superior a la del material que está siendo extruido, el polietileno tiende a angostarse; y eso produce un borde más grueso, o porciones de borde más gruesas a lo largo de los costados de la lámina, y es necesario cor
15. tar y tirar estas porciones más gruesas a fin de obtener una lámina de espesor uniforme. Generalmente mientras mayor sea la diferencia entre las velocidades a las cuales la película es extruida y la velocidad periférica a la cual gira el rodi
20. llo (conocida como velocidad de estiraje) es menor la tendencia de la película a enangostarse. Se ha encontrado que este angostamiento puede ser conside
25. rablemente reducido si se incluye politetrafluoretileno en el polietileno. Se ha encontrado también que la velocidad de estiramiento de polietileno pue
30. de ser aumentada si se incorpora politetrafluoretileno en el mismo. La velocidad de estiramiento es la diferencia entre la velocidad a la cual el material es extruido y la velocidad periférica del rodillo de recubrimiento a cuya velocidad perifé-



5. rica se rompe la lámina extruida. Estos efectos deseables pueden lograrse si se emplea polietileno con-
teniendo cantidades tan pequeñas como de hasta 0,02% en peso de politetrafluoretileno, si este último es
obtenido de una composición producida mediante el
procedimiento de este invento. Para esta aplicación
específica de recubrimiento se prefiere emplear po-
lietileno que contenga entre 0,01 y 0,05% en peso
de politetrafluoretileno.

10. El presente invento queda ilus-
trado pero de ninguna manera limitado por el siguien-
te ejemplo.

Ejemplo

15. Se agitaron 1670 partes en peso
de una dispersión acuosa al 18% de politetrafluore-
tileno (el diámetro medio de las partículas era in-
ferior a 10 μ) con 700 partes en peso de una emul-
sión de polietileno con 43% de sodio.

20. La mezcla fué luego secada en un
secador por aspersion que tenía una temperatura de
entrada de aire de 125-127°C y una temperatura de
escape de 58-62°C. El producto resultó un polvo de
escurrimiento libre que fué incorporado al polieti-
lino en un molino de dos rodillos para rendir una
25. partida de base que contenía 2% de politetrafluore-
tileno y 98% de polietileno. Esta partida de base
al 2% se compuso por extrusión a otro polietileno
con un índice de flujo fundido igual a 40 y una
densidad de 0,923, apropiado para recubrimiento por
30. extrusión para producir compuestos conteniendo de



- 0,01% a 0,1% de politetrafluoretileno y 99,99% a 99,9% de polietileno. Estos compuestos fueron luego recubiertos por extrusión a una entrega constante de 35 kg/hora y una temperatura de fusión de
5. 300°C a través de un dado de 50 cm de ancho y 50 ml de espesor, sobre varias muestras de una base de papel Kraft que se movían a distintas velocidades. La línea de contacto entre los compuestos fundidos y el papel se encontraba a 11,2 cm por debajo de los labios del dado y se hallaba en el seno formado entre un rodillo de enfriamiento de acero inoxidable enfriado por agua y un rodillo de goma de presión.
- 10.

- Se tomaron medidas del ancho
15. del polietileno sobre el papel, producido a las diversas velocidades y los resultados obtenidos se expresan en la tabla siguiente:



19 AGO 1968

Compuesto	Ancho del recubrimiento sobre papel a las siguientes velocidades (en m/minuto)					Velocidad de estira miento en m/minuto
	42	57	83	120	167	
Polietileno	17,70	18,08	18,30	18,48	18,52	213
" + 0,01% PTFE	17,80	18,20	18,28	18,44	18,50	187
" + 0,02% PTFE	18,24	18,50	18,74	18,84	18,90	233
" + 0,05% PTFE	17,94	18,26	18,54	18,68	18,80	273
" + 0,1% PTFE	17,90	18,20	18,44	18,64	18,70	273

Estos resultados muestran que un 0,02% a 0,1% de "Fluon" reduce el angostamiento y aumenta la velocidad de estiraje.

N O T A

5. 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.
10. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 15 de julio de 1.968, bajo el número 33573/68, acogiendo se por tanto a los beneficios 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 sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COM
- 15.



POSICIONES QUE CONTIENEN POLITETRAFLUORETILENO; ca-
racterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Procedimiento para la pro-
ducción de composiciones que contienen politetrafluo-
retileno, fácilmente dispersables en un material po-
limérico, caracterizado porque comprende mezclar una
emulsión acuosa de politetrafluoretileno con una
emulsión o solución de un portador para el polite-
trafluoretileno, y a continuación secar por asper-
sión la mezcla resultante.
10. 2ª.- Procedimiento, según la in-
vención 1, caracterizado porque el material polí-
merico es un politeno.
15. 3ª.- Procedimiento, según las
reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el ma-
terial polimérico es un polímero o copolímero de
propileno, 4-metil-penteno-1 o un copolímero de eti-
leno con un compuesto elegido entre acrilato, meta-
crlato y acetato de vinilo.
20. 4ª.- Procedimiento, según las
reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se em-
plea una emulsión de politeno.
25. 5ª.- Procedimiento, según las
reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado porque se
emplea una emulsión de politeno que seca para pro-
ducir partículas de politeno con un diámetro medio
inferior a 50 μ .
30. 6ª.- Procedimiento para la pro-
ducción de composiciones que contienen politetra-
fluoretileno; tal y como queda sustancialmente des-



crito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de doce ho-
jas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

19 AGO. 1969

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES
LIMITED,

J. GÓMEZ ACEBO Y MODER
D. P. Fundador: A. GARCÍA BRANG