

400181



PATENTE DE INVENCION

=====

Cas ICI 71/1 - ICIA Case No.491

400181

Memoria Descriptiva

RECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE B 29
CLASE G

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES  
PLASTIFICANTES SOLIDAS.

-----

*Solicitante:* ICI AUSTRALIA LIMITED, entidad australiana, residente  
en 1 Nicholson Street, Melbourne, Victoria 3001,  
Australia.

-----

Esta invención se relaciona con  
un procedimiento para preparar composiciones plastifi-  
cantes adecuadas para plastificar materiales poliméri-  
cos sintéticos.

5. Ya se conoce en la técnica que se

400 181

25



- 2 -

- pueden preparar, en forma sólida, composiciones que incluyen un plastificante líquido capaz de ajustar las propiedades de las resinas vinílicas, mediante un procedimiento que comprende mezclar una proporción menor
5. de dicho plastificante líquido con una cantidad adecuada de resina; calentar a una temperatura suficiente para formar una composición líquida caliente homogénea; y dejar entonces que dicha composición líquida caliente se enfríe a temperatura ambiente para formar un sólido.
10. Sin embargo, hasta el presente no se han descrito composiciones sólidas útiles que comprenden un material resinoso y una proporción principal de plastificante normalmente líquido.
15. Se ha descubierto ahora que los plastificantes líquidos, ampliamente utilizados en la industria de los plásticos, pueden proporcionarse en forma sólida mediante mezcla de dichos plastificantes líquidos con una pequeña cantidad de una resina apropiada incluyendo opcionalmente otros aditivos deseables
20. para el procesado, estabilidad o acabado, para formar una mezcla, calentando simultáneamente o a continuación dicha mezcla a una temperatura adecuada para formar una masa líquida caliente prácticamente homogénea que comprende una proporción principal de plastificante, tras
25. lo cual se deja enfriar dicha masa caliente líquida a



la temperatura ambiente para formar un sólido, convirtiendo opcionalmente dicho sólido a una forma configurada deseada y, a continuación, se reviste opcionalmente el sólido resultante con un agente de revestimiento capaz de inhibir, reducir o evitar la aglomeración o empastado del sólido incluso cuando se envasa en bidones o bolsas.

5. Por consiguiente, se proporciona una nueva composición de materia que comprende como mínimo un material termoplástico, polimérico o copolimérico y por lo menos un material plastificante para dicho material polimérico o copolimérico, caracterizado porque dicha composición se encuentra en forma sólida y porque en adición el material plastificante constituye una proporción principal en peso de dicha composición.

10. Las composiciones obtenidas mediante el procedimiento de esta invención pueden comprender opcionalmente otros aditivos convencionales que mejoran la procesabilidad, estabilidad física y química, acabado y propiedades de almacenamiento de la composición.

15. La forma de estas composiciones sólidas no constituye un factor estrechamente crítico; así por ejemplo, dichas composiciones pueden encontrarse en forma de láminas, gránulos, pellets, perlas o polvos, de diversos

20.

25.

400181

- 4 -



grados de blandura y flexibilidad y, con preferencia, poseen, adherida a por lo menos parte de su superficie, una cantidad de un agente de revestimiento suficiente para inhibir, reducir, o evitar la aglomeración de la composición durante su almacenamiento.

5.

Como antes se ha indicado, se proporciona un procedimiento para la preparación de dichas composiciones sólidas, cuyo proceso comprende mezclar una mezcla que comprende una proporción mayor en peso

10.

de un material plastificante líquido con una proporción menor en peso de un polímero o copolímero termoplástico para formar una mezcla; calentar simultáneamente o a continuación dicha mezcla para formar un líquido caliente prácticamente homogéneo; y enfriar dicho líquido

15.

caliente para formar un sólido. Por el término "material plastificante" se quiere dar a entender un agente químico utilizado para modificar resinas sintéticas y que puede añadirse a las composiciones poliméricas para mejorar el flujo y la procesabilidad y reducir la fragilidad.

20.

Opcionalmente, se proporciona una etapa adicional en el proceso descrito anteriormente, mediante la cual la composición se convierte a una forma configurada deseada. De este modo, una composición sólida puede pulverizarse para formar un polvo; convertirse a tiras o láminas; o puede convertirse en gránulos o pellets. Una

25.

Una



- forma muy conveniente de estas composiciones consiste en una en la que las composiciones se convierte desde un estado líquido a partículas sólidas o perlas sólidas mediante técnicas de formación de perlas convencionales. Así, por ejemplo, la composición, mientras se encuentra en el estado líquido caliente, puede dejarse caer a través de una torre de formación de perlas para formar partículas o perlas configuradas.
- 5.
10. En una versión más preferida de este procedimiento como antes se ha descrito, se proporciona una etapa adicional, opcional, en la cual las composiciones sólidas citadas se revisten con una cantidad de un material sólido, en una cantidad suficiente para inhibir, reducir o evitar la aglomeración o empastado de las composiciones durante un periodo de almacenamiento. La temperatura a la cual puede calentarse dicha mezcla deberá ser tal que no sea superior a la temperatura de descomposición de la mezcla; por otro lado, dicha temperatura deberá ser suficientemente elevada para asegurar que la mezcla pueda vertirse, bombearse o pulverizarse, cuando, se desee, en forma de gotas desde un recipiente de reacción. La temperatura variará en función de la naturaleza de la mezcla y puede determinarse, para cada mezcla, mediante simple experimentación. Así, por ejemplo, una mezcla térmicamente
- 15.
- 20.
- 25.

400 181

- 6 -



- estabilizada que comprende 10 partes en peso de cloruro de polivinilo (PVC) y 100 partes en peso de ftalato de diisooctilo (DIOP) es suficientemente fluida para los fines de esta invención a temperaturas de 100 hasta 170°C aproximadamente. Cuando la composición de dicha mezcla se altera de forma tal que la relación PVC/DIOP es de 20 : 100, entonces la mezcla llega a ser más viscosa en particular en la gama de temperaturas que va de 100 a 150°C aproximadamente, pero puede pulverizarse o vertirse cuando la temperatura se mantiene por encima de 150°C aproximadamente. Si la relación se incrementa aún más a 30 : 100, la temperatura de operación mínima, adecuada, es de 165°C aproximadamente.
- La cantidad de polímero presente en estas composiciones sólidas no constituye un factor demasiado crítico pero se ha encontrado que las cantidades de polímero que son inferiores a 5 % en peso de una composición plastificante sin revestir, no son generalmente eficaces a la hora de producir una fase sólida, y que las cantidades de polímero superiores a 45 % en peso de una composición plastificante sin revestir, no son económicamente factibles. Una cantidad preferida de polímero es del orden de 8 al 25 % en peso de composición plastificante.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.

400181

- 7 -



La naturaleza del polímero en estas composiciones sólidas no constituye tampoco un factor demasiado crítico, pero deberá ser capaz de formar una masa líquida prácticamente homogénea con el plastificante a una temperatura elevada. Entre los polímeros adecuados pueden mencionarse los polímeros de cloruro de vinilo, copolímeros de cloruro de vinilo, tales como copolímeros de cloruro de vinilo-acetato de vinilo y ésteres de celulosa, tales como acetato de celulosa y acetilbutirato de celulosa. Los polímeros preferidos de las composiciones de materia según esta invención son el policloruro de vinilo y copolímeros del mismo. La naturaleza y cantidad del plastificante líquido en estas composiciones sólidas no constituye tampoco un factor demasiado crítico. El tipo de plastificante elegido es normalmente dictado por el costo y por las propiedades deseadas. Pueden utilizarse plastificante individuales o mezclas de plastificantes o mezclas de plastificantes y diluyentes. Así, los compuestos adecuados para la práctica de esta invención, como antes se ha descrito, son los plastificantes y diluyentes que se encuentran en forma líquida a las temperaturas en las cuales se utilizan. De este modo, por ejemplo, de los compuestos adecuados para utilizarse con polímeros y copolímeros de cloruro de vinilo, pueden mencionarse los

5.

10.

15.

20.

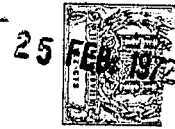
25.

400181

- 8 -



- plastificantes de solvatación tales como aquellos basados en ésteres de ftalato, por ejemplo, ftalato de dioctilo, ftalato de di-iso-octilo y ftalatos en los que las cadenas de alquilo se derivan de una mezcla, tal
5. como una mezcla que comprende una proporción con 7 átomos de carbono y una proporción con 9 átomos de carbono en la cadena. Cuando se requiere una elevada potencia de solvatación son útiles los compuestos tales como fosfato de tricresilo o ftalato de butilbencilo. Otros
10. plastificantes adecuados incluyen aquellos que son útiles en las aplicaciones a temperaturas frías, por ejemplo, ésteres derivados de ácidos grasos, tales como ácido adípico, ácido azeláico y ácido sebácico. Los compuestos típicos de este grupo incluyen adipato de di-
15. iso-octilo, azelato de di-2-etilhexilo y sebacato de dioctilo. Cuando se desea utilizar un plastificante de elevada permanencia, es decir, un plastificante que no migre fácilmente de la composición y que tenga una baja volatilidad, son eminentemente adecuados los plastificantes líquidos de poliéster, por ejemplo, un laurato de polipropileno modificado. Otros tipos aún de plastificantes adecuados para las aplicaciones particulares incluyen aquellos basados en tall-oil por ejemplo, el éster metílico de tall-oil, y los derivados del aceite
20. de soja, por ejemplo, un aceite de soja epoxidado. Pueden
- 25.



- mencionarse también la gran familia de plastificantes diluyentes de bajo costo, los cuales, a la vez que poseen cierto poder plastificante, se utilizan normalmente como diluyentes para los plastificantes más activos.
5. Ejemplos típicos de esta familia son el acetil-ricinoleato de butilo y las parafinas cloradas. Los compuestos más preferidos de esta invención para plastificar resinas de policloruro de vinilo y copolímeros del mismo son el ftalato de dioctilo y de di-iso-octilo y el
10. adipato de dioctilo y de di-iso-octilo.

- La naturaleza y cantidad del agente de revestimiento, cuando se utiliza, no son demasiado críticas y es adecuado cualquier material inerte capaz de evitar la aglomeración o empastado de estas
15. composiciones sólidas bajo las condiciones en las cuales se almacenan, transportan o utilizan.

- De los agentes de revestimiento adecuados para las presentes composiciones sólidas de materia, pueden mencionarse los sólidos finamente divididos, tales como talco, caolín, creta en polvo,
20. kieselguhr, dolómica, carbonato cálcico, magnesia en polvo, tierra de Fuller, yeso, tierra de Hewitt, tierra de diatomeas, arcilla caolínica y bentonita. Dichos
25. agentes de revestimiento pueden utilizarse con ventaja cuando se desea proporcionar, por ejemplo, un grado de

400181



- 10 -

opacidad o translucidez en una composición plastificada. Cuando se desea preparar una composición que tenga poca o ninguna opacidad, es conveniente emplear, como agente de revestimiento, un polímero sintético en forma finamente dividida.

- 5.
- La forma o configuración física de las presentes composiciones sólidas plastificantes, puede variar según las necesidades, pero es preferible prepararlas como gránulos de tamaño de partícula del
10. orden de 0,13 cm a 0,64 cm de diámetro. Son también útiles las composiciones en polvo según esta invención. En ciertas versiones de esta invención, en las que las presentes composiciones sólidas se tratan adicionalmente con un medio de revestimiento, el contenido en plastificante de estas composiciones puede controlarse convenientemente ajustando el tamaño de los gránulos de las presentes composiciones antes del revestimiento.
15. Así, por ejemplo, el fundido calentado de las presentes composiciones puede añadirse a un agente de revestimiento adecuado en forma de gotitas de tamaño controlado con lo cual pueden prepararse gránulos revestidos de una gama de tamaños controlada. Alternativamente, el fundido caliente puede añadirse al agente de revestimiento con el fin de obtener gránulos revestidos de diversos
20. tamaños, y dichos gránulos revestidos pueden separarse
- 25.



5. rarse entonces en fracciones de una gama deseada de tamaños de partícula por medios convencionales, por ejemplo, por medio de un ciclón o de un tamiz. En la preparación de tales partículas revestidas, se ha encontrado que el contenido en plastificante de tales partículas incrementa generalmente a medida que lo hace el tamaño de partícula.

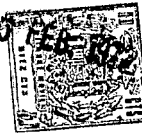
10. Es bien conocido en la técnica que muchos materiales resinosos, en particular materiales poliméricos sintéticos, tales como , por ejemplo, policloruro de vinilo, requieren la combinación con aditivos al objeto de mejorar sus propiedades físicas y químicas antes de convertirse en artículos de comercio.

15. Por ejemplo, el policloruro de vinilo o los copolímeros de cloruro de vinilo requieren con frecuencia un tratamiento preliminar con compuestos, conocidos en la técnica como plastificantes, que son capaces de incrementar la facilidad de flujo del polímero durante el procesado y que incrementan también la flexibilidad del

20. artículo resinoso final. Dos clases de compuestos químicos ampliamente utilizados para plastificar el policloruro de vinilo, son los ésteres de ftalato de dialquilo, líquidos, de elevado peso molecular y los ésteres de adipato de dialquilo, líquidos, de elevado peso molecular.

25. El policloruro de vinilo ha sido plastificado

400 18 12



- 12 -

hasta nuestros días mediante uno de los procedimientos descritos más abajo y a veces mediante una combinación adecuada de ambos.

- Convencionalmente, el polvo de polímero y el plastificante líquido y, opcionalmente, otros aditivos, tales como lubricantes, cargas, pigmentos, anti-oxidantes y estabilizadores térmicos y de la luz, son cargados en un dispositivo mezclador, mezclándose a temperatura ambiente para formar una premezcla.
5. Esta premezcla se combina entonces en caliente alimentándola a un dispositivo tal como un mezclador Banbury tras lo cual se alimenta el compuesto a través de un juego de rodillos calientes para producir una tira semi-sólida de composición del polímero/plastificante, la cual se granula entonces. Alternativamente, la mezcla de la etapa inicial de mezcla en frío puede alimentarse directamente a los rodillos calientes y granularse entonces. Los gránulos producidos de esta manera son entonces alimentados en las tolvas de maquinaria de conversión adecuada, tal como un extruder o una máquina de moldeo por inyección, en donde se someten a calor, presión y dispersión mecánica, para producir un artículo flexible y tenaz que comprende policloruro de vinilo.
- 10.
- 15.
- 20.

- Otros procedimientos ampliamente utilizados comprenden el mezclado en frío de los ingredientes
- 25.



- como anteriormente se ha descrito y el calentamiento simultaneo o ulterior de la masa viscosa así formada para absorber la mayor parte del plastificante líquido dentro de las partículas poliméricas, con el fin de formar
5. un polvo de libre flujo el cual se alimenta entonces directamente a la tolva de un extruder o de una máquina de moldeo por inyección. Esta técnica es facilitada por el empleo de grados de polvo de resina caracterizados por una partícula polimérica altamente porosa capaz de
10. absorber más rápidamente el plastificante líquido.

- Sin embargo, estos métodos para plastificar policloruro de vinilo o combinaciones de los mismos, sufren de diversas desventajas. La primera técnica descrita es relativamente compleja y necesita una
15. elevada inversión de capital en instalaciones de mezcla, combinación y granulado y consume tiempo. El segundo proceso, si bien requiere menos maquinaria y menos tiempo, necesita un grado más costoso de policloruro de vinilo en polvo y requiere también una etapa de calentamiento y a veces una etapa de enfriamiento ulterior, sin
20. que el producto sea muy difícil de alimentar, por gravedad solo, a través de la tolva de suministro de la maquinaria de conversión. De hecho si se omiten las etapas de calentamiento y de enfriamiento, puede ser necesario
25. una instalación de alimentación compleja para sumi-

400181



- 14 -

nistrar el polvo húmedo desde el mezclador al extruder o máquina de moldeo por inyección.

Se ha descubierto ahora un procedimiento que resuelve prácticamente las dificultades y desventajas de estos métodos de la técnica anterior, y que proporciona un método más simple, más económico y menos consumidor de tiempo para plastificar materiales poliméricos sintéticos, empleandose las composiciones de la presente invención como medios plastificantes.

5. Por consiguiente, se proporciona un procedimiento para plastificar materiales poliméricos sintéticos, cuyo proceso comprende mezclar primeramente el citado material polimérico en polvo o en forma granular con una cantidad adecuada de una composición plastificante, sólida, de acuerdo con esta invención, y, opcionalmente, con otros aditivos convencionales, tales como lubricantes, pigmentos, cargas, antioxidantes y estabilizadores térmicos y de la luz para formar una mezcla; aplicar en segundo lugar calor y opcionalmente presión y fuerzas de mezclado mecánicas a dicha mezcla para producir un material polimérico sintético plastificado. En este proceso, puede añadirse opcionalmente a la mezcla que se está plastificando, otro plastificante en forma líquida; así, por ejemplo, cuando el material polimérico sintético, plastificado, deseado, es un material
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



pigmentado, el pigmento se añade con frecuencia a la composición a procesar en forma de una dispersión de pigmento en un plastificante líquido. Sin embargo, el procedimiento para plastificar materiales poliméricos

5. sintéticos como antes se ha descrito, se caracteriza porque se añade una proporción del plastificante en forma de una composición sólida de acuerdo con esta invención.

10. El procedimiento proporcionado anteriormente es particularmente útil cuando el material polimérico sintético comprende homopolímeros de cloruro de vinilo o copolímeros de cloruro de vinilo con al menos un comonomero seleccionado del grupo consistente en olefinas monoetilénicamente insaturadas, éster, éteres y ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados
15. y compuestos aromáticos vinílicos, o mezclas de dichos homopolímeros y copolímeros. Por consiguiente, se proporciona un procedimiento, como antes se ha descrito, para plastificar materiales poliméricos sintéticos, en
20. cuyo proceso los materiales poliméricos comprenden los homopolímeros y copolímeros de cloruro de vinilo antes descritos.

25. Las composiciones poliméricas plastificadas de esta invención son adecuadas por si mismas para su conversión a artículos plásticos. Dichos artí-

400181

- 16 -

25 . EB.



- culos pueden prepararse por los procedimientos convencionales tales como, por ejemplo, extrusión, moldeo, fundición y calandrado. Estas composiciones plastificadas son eminentemente adecuadas para tales procedimientos ya que las mismas se preparan de forma simple y económica y no necesitan ningún tratamiento preliminar de calentamiento y enfriamiento antes de convertirlas a los artículos plásticos conformados.
- 5.
- Por lo tanto, se proporcionan artículos plásticos conformados que comprenden las composiciones de materia según esta invención. Es preferible que tales composiciones de materia comprendan policloruro de vinilo y copolímeros del mismo. Se proporciona también, en un proceso conocido de conversión de una composición polimérica plastificada a un artículo plástico conformado, la mejora consistente en el empleo de una composición de materia según esta invención, comprendiendo preferiblemente policloruro de vinilo o copolímeros del mismo, como medio plastificante.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- Un polvo de libre fluencia o un granulado que comprende el material polimérico sintético plastificado preparado mediante los procesos antes descritos, opcionalmente con aditivos tales como pigmentos, cargas, lubricantes y antioxidantes y también, opcionalmente, con otras cantidades de las composiciones plasti-

400181



- 17 -

ficantes sólidas anteriormente descritas, se alimenta fácilmente por gravedad desde una tolva que conduce a un mecanismo de corte tal como el cilindro de un extruder.

5. Alternativamente, puede alimentarse fácilmente una premezcla de libre fluencia que comprende polímero sintético en polvo o en forma granular y una cantidad deseada de una composición plastificante sólida según esta invención y, opcionalmente, aditivos
10. tales como pigmentos, cargas, lubricantes y antioxidantes, desde una tolva, por gravedad, al cilindro de un extruder, en el que bajo calor y presión se produce un artículo de resina plastificada.

15. Por lo tanto, se proporciona, en un proceso conocido para preparar artículos plásticos mediante alimentación de una composición polimérica a un aparato, aplicación de algo o la totalidad de calor presión y mezclado, a dicho material polimérico en el citado aparato para formar un artículo plástico, la mejora
20. consistente en alimentar a dicho aparato una mezcla que comprende material polimérico en polvo o en forma granular y una cantidad adecuada de una composición sólida que comprende una proporción principal de material plastificante y, opcionalmente, aditivos tales como agentes
25. de anti-apelmazamiento, estabilizadores térmicos y de la luz, materias colorantes tales como pigmentos o tintes,

400181

- 18 -



diluyentes y cargas, lubricantes, antioxidantes y plastificante adicional en forma líquida.

- Las composiciones sólidas descritas anteriormente que comprenden una proporción principal
5. de plastificante son ventajosas con respecto a los plastificantes líquidos. Dichas composiciones pueden manejarse y transportarse fácilmente en sacos o bolsas y no requieren la provisión de tanques y líneas de conducción para su almacenamiento y distribución. Este último aspecto
10. es particularmente ventajoso cuando la fabricación de los artículos plásticos se lleva a cabo a una escala relativamente pequeña y la provisión de tanques y líneas de conducción supone un gran gasto para el fabricante.

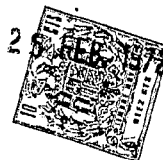
- Las composiciones tienen una auto-
15. vida muy prolongada.

- Así, dichas composiciones se han almacenado durante más de dos años en cuyo tiempo no se deterioraron aparentemente y se comportaron satisfactoriamente cuando se utilizaron después de este periodo de
20. almacenamiento. Las composiciones son particularmente útiles cuando se utilizan como medio plastificante para la preparación de mezclas de materiales poliméricos y plastificante que pueden convertirse a materiales relativamente flexibles, por ejemplo, suelas de zapato.

25. Las composiciones y procedimiento

400 181

- 19 -



de esta invención se ilustran, pero no se limitan por los siguientes ejemplos, en los cuales las partes y porcentajes se indican en peso a menos que se especifique lo contrario.

5.

EJEMPLOS 1 Y 2

- Estos ejemplos se presentan en la Tabla I siguiente. En cada uno de estos ejemplos, se mezclaron 10 partes de resina de policloruro de vinilo disponible en el comercio como "Corvic" 20650600 ("Corvic" 20650600 es una marca registrada de ICI AUSTRALIA LIMITED) con 100 partes de plastificante líquido, se añadieron entonces las cantidades indicadas de los otros aditivos y la mezcla se calentó a la temperatura mostrada, para formar una masa líquida prácticamente homogénea que se solidificó, granuló y revistió, dejando caer el líquido caliente, gota a gota, desde una altura de 1,8 metros al interior de un lecho fluidificado de agente de revestimiento en polvo, frío y seco. Los pequeños gránulos revestidos así producidos, una vez fríos, fueron separados del agente de revestimiento en exceso mediante tamizado, almacenándose y examinándose después de 12 meses y 24 meses de almacenamiento, para examinar las señales de apelmazamiento y aglomeración.

400181

400181

- 20 -

## T A B L A J

## Ejemplos 1 y 2

Ejemplo. N°	Resina de PVC "Corvic" 20650600 (partes)	Plastificante	Otros aditivos (partes)	Calentamiento a una temperatura de:	Agente de revestimiento	Estado después de 24 meses de almacenamien- to
1	10	Ftalato de di- isooctilo	Mark M* 1½ Mark PL* ½ Mark C* 1	120°C	Polvo de resina PVC "Corvic" 20650600	Gránulos de libre fluencia
2	10	Adipato de di- isooctilo	-	135°C	Talco	Gránulos de libre fluencia

\* Estas son marcas nuestras de composiciones establi-  
zantes que comprenden bario y cadmio orgánicamente  
enlazados, zinc orgánicamente enlazado y un agente  
de quelación de fosfito, respectivamente, vendidas  
Por ARGUS CHEMICAL CORP., de New York.



400181

- 20 -

## T A B L A I

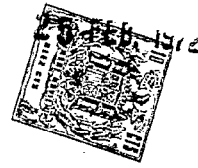
Ejemplos 1 y 2

Ejemplo. Nº	Resina de PVC "Corvic" 20650600 (partes)	Plastificante	Otros aditivos (partes)	Calentami temperatu
1	10	Ftalato de di- isooctilo	Mark M* 1½ Mark PL* ½ Mark C* 1	120°C
2	10	Adipato de di- isooctilo	-	135°C

\* Estas son marcas nuestras de composiciones estabilizantes que comprenden bario y cadmio orgánicamente enlazados, zinc orgánicamente enlazado y un agente de quelación de fosfito, respectivamente, vendidas Por ARGUS CHEMICAL CORP., de New York.

400181

25 FEB 1972



Calentamiento a una temperatura de:	Agente de revestimiento	Estado después de 24 meses de almacenamiento
120°C	Polvo de resina PVC "Corvic" 20650600	Gránulos de libre fluencia
135°C	Talco	Gránulos de libre fluencia

400181

- 21 -



EJEMPLO 3

- Se repite el procedimiento general del ejemplo 1, excepto que las 100 partes de ftalato de diisooctilo de dicho ejemplo, son reemplazadas por
5. una mezcla consistente en 90 partes de ftalato de diisooctilo y 10 partes de una cera de parafina clorada, comercialmente disponible por IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, bajo el nombre registrado de "Cereclor" S 52. Las 10 partes de "Corvic" 20650600 del ejemplo 1 se
10. reemplazan por 10 partes de un copolímero de cloruro de vinilo y acetato de vinilo comercialmente disponible por IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED bajo el nombre registrado de "Corvic" 236581. El material granular así obtenido es de libre fluencia después de un almacenamiento
15. durante 6 meses.

EJEMPLO 4

- Se mezclan 50 partes del granulado de libre fluencia preparado en el ejemplo 1 con 100 partes de "Corvic" 20650600 (resina de policloruro de
20. vinilo) y la mezcla se carga en una tolva de alimentación de un extruder de husillo. La mezcla se alimenta fácilmente bajo la influencia de la gravedad y se extru-

400181

25 FEB 1972

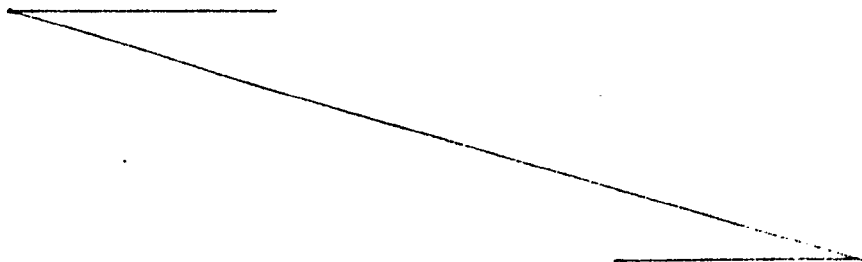


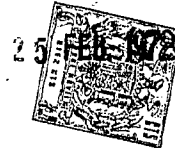
- 22 -

ye para formar una varilla de policloruro de vinilo semiflexible plastificada.

EJEMPLO 5

- Se repite el procedimiento general
5. del ejemplo 1, excepto que las 10 partes de "Corvic" 20650600 de dicho ejemplo se incrementan a 20 partes y la mezcla se calienta a 155°C antes de gotearla en el interior del agente de revestimiento. El material granular así obtenido se tamiza para separarlo de la masa
  10. del agente de revestimiento y se clasifica entonces, mediante otro tamizado, en una primera fracción que es retenida en un tamiz de malla 12, y en una segunda fracción en la cual las partículas pasan a través de un tamiz de malla 12, pero son retenidas en un tamiz de malla
  15. 18. Los gránulos revestidos de la primera fracción tenían un contenido en plastificante medio del 62 %, mientras que los gránulos revestidos de la segunda fracción tenían un contenido en plastificante medio del 55 %. Ambas fracciones eran de libre fluencia después de su almacenamiento durante 6 meses.
  - 20.



EJEMPLO 6

5. Se repite el procedimiento general del ejemplo 1, excepto que las 10 partes de "Corvic" 20650600 de dicho ejemplo son incrementadas a 30 partes y la mezcla se calienta a 175°C antes de gotearla en el agente de revestimiento. El material granular así obtenido es de libre fluencia después de un almacenamiento durante 6 meses.

EJEMPLO 7

10. Se repite el procedimiento del ejemplo 6, excepto que en lugar de gotear el fundido en el agente de revestimiento, el fundido se gotea sobre una superficie fría. El producto así obtenido se fuerza entonces a través de un pequeño orificio por medio de un extruder de pistón, se corta en pequeños gránulos y se reviste con policloruro de vinilo en polvo. El material así preparado contiene 67 % de plastificante.

EJEMPLO 8

20. Se repite el procedimiento general del ejemplo 1, excepto que el líquido caliente se deja

400 181



- 24 -

5. caer sobre una superficie metálica fría en lugar de hacerlo en un lecho de agente de revestimiento. El producto así obtenido se granula a una forma adecuada para la adición como medio plastificante a un polvo de policloruro de vinilo.

EJEMPLO 9

10. Se añaden 25 partes de "Corvic" 20650600 a 100 partes de ftalato de dioctilo. La mezcla se agita y se añade a la misma una composición estabilizante que contiene 1,5 partes de Mark M, 1 parte de Mark C y 0,5 partes de Mark PL. La mezcla agitada se calienta entonces a una temperatura de 170°C y se pulveriza entonces en forma de gotitas desde una altura de 2,4 metros sobre un lecho fluidificado frío de un agente de
15. revestimiento en polvo. De este modo se producen gránulos revestidos que, después de enfriarse a temperatura ambiente, se separan del exceso de revestimiento mediante tamizado. Una muestra representativa de los gránulos revestidos así preparados fué analizada para determinar
20. el contenido en plastificante de los mismos. En la Tabla II se indica el contenido en plastificante de los gránulos preparados mediante el método general indicado anteriormente, empleando varios agentes de revestimiento.

400181

25 FEB 1977



- 25 -

T A B L A II

Agente de revestimiento	Contenido en plastificante %
Carbonato de calcio	67
Caolín calcinado	73
"Corvic" 206573 <sup>3*</sup>	66

<sup>3\*</sup> "Corvic" 206573 es una marca registrada para un tipo granular de policloruro de vinilo disponible en el comercio por ICI AUSTRALIA LTD.

EJEMPLO 10

5. Una mezcla preparada a partir de 68 partes de policloruro de vinilo en polvo, 90 partes de la primera fracción de gránulos del ejemplo 5, 45 partes de una pasta de pigmento marrón conteniendo 30 partes de material pigmentario y 15 partes de ftalato de dioctilo, se gelifica en un mezclador Banbury convencional. Después de efectuarse la gelificación, la mezcla se convierte a un crepé en un molino de dos rodillos,

4001845 FEB 1972

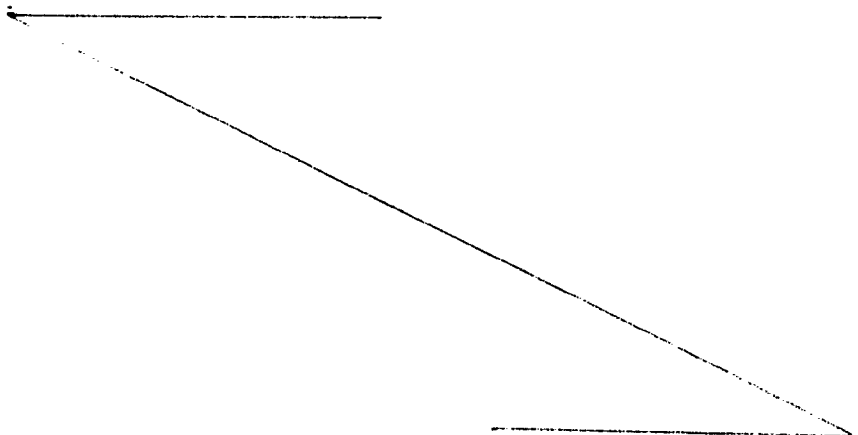
- 26 -

calentado y se calandra a continuación de forma convencional sobre un género de base algodón para formar un material de tapicería.

5. El producto así obtenido es similar en lo que respecta a propiedades a un producto fabricado en una forma comparativa similar pero en el que el plastificante de la composición comparativa se encontraba en su totalidad en forma líquida.

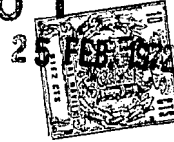
EJEMPLO 11

10. Se mezclan, al objeto de formar una mezcla, partes iguales de "Corvic" 20650600 y de los gránulos revestidos obtenidos como la segunda fracción del ejemplo 5. La mezcla así formada se convierte a un producto moldeado flexible después del tratamiento en
15. la forma convencional en una máquina de moldeo por inyección del tipo de tornillo o husillo en línea, preplastificante, acoplada con un molde para el ensayo del flujo en espiral.



400181

- 27 -

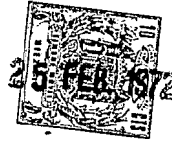


N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la forma 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Australia el 25 de febrero de 1971, con el Nº 4134/71, acogiéndose por lo 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 una Patente de Invención por 20 años en España, sobre:
5. PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES PLASTIFICANTES SOLIDAS, caracterizándose por lo siguiente:
10. 1.- Procedimiento para la obtención de composiciones plastificantes sólidas, caracterizado porque comprende mezclar una proporción principal en peso de un material plastificante líquido con una proporción menor en peso de un material termoplástico polimérico o copolimérico, para formar una mezcla; calentar simultáneamente o a continuación dicha mezcla para formar un líquido caliente prácticamente homogéneo; y enfriar dicho líquido caliente para formar un sólido.
15. 20.

400181

- 28 -



5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como material polimérico o copolimérico se mezcla al menos uno elegido del grupo consistente en policloruro de vinilo; copolímeros de cloruro de vinilo con al menos un comonomero elegido entre olefinas monoetilénicamente insaturadas y ésteres, éteres y ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados, y compuestos aromáticos vinílicos; y mezclas de policloruro de vinilo y uno o más de dichos copolímeros.

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como material plastificante líquido se mezcla al menos uno elegido del grupo consistente en ésteres, de ftalatos, fosfato de tricresilo, ésteres de ácidos grasos, poliésteres, ésteres de tall-oil, epóxidos de aceite de soja, ésteres de ácido ricinoléico y parafina clorada.

15.

20. 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el material plastificante se elige del grupo consistente en ftalato de dioctilo, adipato de diisooctilo y mezclas de los mismos.

25. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición resultante se conforma en gránulos, pellets, perlas o polvo.

6.- Procedimiento según la reivin-

400181

- 29 -



dicación 5, caracterizado porque en la composición resultante se adhiere, en al menos parte de su superficie, una cantidad de un agente de revestimiento suficiente para inhibir, reducir o evitar la aglomeración o apelmazado de la composición durante un periodo de almacenamiento.

5.

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho material polimérico o copolimérico se mezcla en una cantidad del 5 al 45 % p/p de la composición resultante.

10.

8.- Procedimiento para la obtención de composiciones plastificantes sólidas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15.

Esta Memoria consta de 29 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

25 FEB. 1972

ICI AUSTRALIA LIMITED

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
p. p. Firmado: L. GARCIA BRAVO

A large, stylized handwritten signature or scribble in the bottom left corner of the page.