

Int. Cl.: B29F



422279

## PATENTE DE INVENCION

a favor de

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT vormals Meister  
Lucius & Brüning, de nacionalidad alemana, residente en  
Frankfurt (Main) (República Federal Alemana) por:  
"PROCEDIMIENTO DE PLASTIFICACION DE ALCOHOL POLIVINILICO"

-----  
Memoria descriptiva

La presente invención concierne a un procedimien  
to para plastificar alcohol polivinílico, según el cual se  
obtienen los productos plastificados en forma extraordina-  
riamente homogénea y uniforme.

Los artículos moldeados de toda clase - por ejemplo,  
láminas, mangas, artículos moldeados por inyección solubles



en agua y resistentes a los disolventes - de un material soluble en agua y no tóxico, como el alcohol polivinílico (PVA1), van ofreciendo cada vez más interés debido a la creciente importancia de la protección ecológica.

10                    Para la elaboración termoplástica de alcohol polivinílico, es necesaria una adición de plastificantes porque el campo de ablandamiento termoplástico de alcohol polivinílico no plastificado se encuentra aproximadamente entre 200º y 230º C., según el grado de hidrólisis, y, por tanto, por encima de su temperatura de descomposición, superior a 140º C.,  
15                    según la duración del templado.

                    Incorporando plastificantes de alcohol polivinílico al polvo o granulado de alcohol polivinílico, se reduce a 100º hasta 200º C. aproximadamente el campo de ablandamiento termoplástico, es decir a temperaturas que se encuentran en el campo de trabajo normal de las máquinas elaboradoras de  
20                    materiales termoplásticos.

                    Son conocidos plastificantes de alcohol polivinílico unos compuestos solubles en agua, como alcoholes polivalentes o glicoles polietilénicos de bajo peso molecular, por ejemplo la glicerina, pentaeritrita, sorbita, glicol etilénico, glicol propilénico, glicol butilénico, trimetilolpropano o glicol polietilénico, de un peso molecular de hasta 400 aproximadamente.

30                    Desde el punto de vista técnico, es extraordinaria



mente difícil incorporar de manera homogénea el plastifican-  
te en alcohol polivinílico. A consecuencia de la estructura  
granular no unitaria del alcohol polivinílico, la difusión  
del plastificante en los elementos gruesos es demasiado len-  
35 ta, mientras que los elementos finos absorben la cantidad  
principal de plastificante. Una ulterior elaboración termo-  
plástica de un alcohol polivinílico plastificado de manera  
desigual conduce a irregularidades en la forma de granos,  
puntos o agujeros del cuerpo moldeado, por ejemplo de una lá-  
40 mina soplada. Este efecto está reforzado todavía por la desi-  
gual transmisión del calor a las partículas de distintas di-  
mensiones, contenidas en la prensa de extrusión, de alcohol  
polivinílico, plastificadas de distinta manera.

Por consiguiente, no pueden obtenerse artículos mol-  
45 deados termoplásticamente de manera perfecta sino de un al-  
cohol polivinílico cuyo gránulo está penetrado de forma ho-  
mogénea por el plastificante, lo cual, como se ha dicho ante-  
riormente, es extraordinariamente difícil de conseguir desde  
el punto de vista técnico.

50 Ahora bien, se ha hallado un procedimiento para  
plastificar alcohol polivinílico mediante la adición de  
cuando menos un plastificante y eventualmente de otras ma-  
terias auxiliares bien mezclados, que luego proporciona pro-  
ductos extraordinariamente homogéneos y plastificados de  
55 manera uniforme, si se mezcla con el plastificante un alco-



hol polivinílico hinchado en metanol y se elimina luego en metanol.

60 Por alcohol polivinílico deben entenderse todos los productos de hidrólisis y respectivamente de metanólisis de ésteres polivinílicos, especialmente de acetato de polivinilo, cuyo grado de hidrólisis sea de cuando menos el 70 % molar.

65 La cantidad de plastificante que hay que añadir y mezclar es del 5 al 50 %, referido a la mezcla de alcohol polivinílico seco y de plastificante. Como ulteriores materias auxiliares, pueden emplearse, por ejemplo, conocidos lubricantes, como el estearato de calcio, o estabilizadores. La adición y mezcla de plastificante puede verificarse antes o durante la eliminación del metanol del alcohol polivinílico hinchado, teniendo éste un contenido de metanol del 40 - 85% en peso.

75 La penetración del plastificante en el gránulo de alcohol polivinílico hinchado es mucho más rápida que en el gránulo seco, de modo que el plastificante es distribuido en un tiempo relativamente corto y de manera óptimamente uniforme en el gránulo de alcohol polivinílico.

80 Son particularmente adecuados para el procedimiento según la invención los alcoholes polivinílicos producidos por un procedimiento continuo en el cual una banda de gel de alcohol polivinílico es triturada y lavada con metanol. Tal



procedimiento está descrito, por ejemplo, en la Patente ale-  
mana 1.720.709 accesible al público. La eliminación del meta  
nol del alcohol polivinílico plastificado se verifica con  
preferencia por secado, El secado en presencia del plastifi-  
85 cante tiene que verificarse con un constante movimiento del  
producto para secar, para que en ningún punto del secador  
puedan verificarse incrustaciones del alcohol polivinílico  
plastificado.

Como dispositivos para el secado del gel del alcohol  
90 polivinílico en presencia de plastificantes, son de conside-  
rar con preferencia los secadores de largo tiempo, por ejem-  
plo secadores de caldero, de tubo rotatorio, de pala y de haz  
de tubos. Los secadores tienen que estar previstos de modo  
que las eventuales incrustaciones del producto seco puedan  
95 ser quitadas raspando o golpeando. También los calderos de me-  
canismo agitador corrientes, de camisa calentable, por ejem-  
plo provistos de agitador de anclas o de mecanismo agitador  
planetario, pueden utilizarse perfectamente para el procedi-  
miento de la invención. El secado mismo se verifica a tempera-  
100 turas comprendidas entre 50<sup>o</sup> y 130<sup>o</sup> C. a presión normal, con  
preferencia en corriente de nitrógeno y con recuperación del  
metanol. Para el secado por cargas del polvo o granulado de  
alcohol polivinílico plastificado y húmedo de metanol, se tra-  
baja primero con preferencia a presión normal y a 90<sup>o</sup> C. apro-  
105 ximadamente, eliminándose a continuación los restos de metanol



a presión reducida, de hasta 12 Torr. aproximadamente.

110 Todos los plastificantes conocidos de alcohol poli-  
vinílico tienen puntos de ebullición de más de 250° C. y,  
por tanto, muy bajas presiones de vapor, de modo que no es  
de temer su evaporación durante el proceso de secado. Los  
plastificantes anteriormente mencionados no forman tampoco,  
con el metanol, mezclas azeotrópicas de bajo punto de ebulli-  
ción.

115 Los alcoholes polivinílicos plastificados por el  
procedimiento de la invención pueden ser elaborados termo-  
plásticamente en mangas, láminas, juntas o artículos inyec-  
tados de toda clase, solubles en agua y estables a los disol-  
ventes.

Ejemplo 1

120 La instalación empleada estaba constituida por un  
recipiente con agitador de mecanismo de agitación planetario  
(30 r.p.m.), por una camisa para calentamiento y enfriamien-  
to con agua, por una conexión de vacío, por un dispositivo  
para la alimentación de nitrógeno y por un elemento de des-  
125 tilación.

Se cargaron 3800 partes en peso de un granulado de  
gel de alcohol polivinílico húmedo de metanol con un conteni-  
do de metanol del 73,7% en peso, de las características si-  
guientes, medidas en el alcohol polivinílico seco:

130 Viscosidad de una solución acuosa al 4% - 4 cP  
Grado de hidrólisis - 88 % molar



Después de cubrirse el alcohol polivinílico húmedo con nitrógeno, se alimentaron poco a poco, agitando rápidamente:

135           200 partes en peso de trimetilolpropano y  
              3 partes en peso de estearato de calcio.

Se calienta, agitando, a 80 - 90° C. el contenido del recipiente, separándose por destilación en 2 horas aproximadamente la parte principal del metanol del alcohol polivinílico cargado. Los restos de metanol se eliminan a 70° C., por evacuación del recipiente a unos 20 Torr., en aproximadamente 10 minutos.

Después del enfriamiento, se obtiene un granulado de alcohol polivinílico plastificado de excelente homogeneidad, con la curva de flujo 1 visible en la Fig. 1 y medida a 170° C. en el viscosímetro capilar. Al prensarse el material, se obtienen una placas claras, homogéneas y blandas.

145

#### Ejemplo comparativo 1

En el mismo aparato, se agitan durante unas 2 horas, de acuerdo con el Ejemplo 1, 1000 partes en peso del mismo alcohol polivinílico, pero en forma previamente secada con

150

200 partes en peso de trimetilolpropano y  
3 partes en peso de estearato de calcio, y

155

se calienta la mezcla a 90° C.

Después de enfriarse la mezcla, se obtiene un gra-



1914

160

nulado de alcohol polivinílico en el cual el plastificante ha penetrado sólo en la zona marginal exterior de la partícula de alcohol polivinílico, de modo que es imposible realizar con este producto una medición de la viscosidad de fusión en el viscosímetro capilar. Las placas obtenidas por prensado de este material son frágiles y muy heterogéneas.

Ejemplo 2

165

En el mismo aparato del Ejemplo 1, se mezclan en frío:

170

2880 partes en peso de un granulado de gel de alcohol polivinílico húmedo de metanol con un contenido de metanol del 65,3% en peso, de las características siguientes medidas en el alcohol polivinílico seco:

Viscosidad de una solución acuosa al 4%, 18cP,  
Grado de hidrólisis, 88% molar,

100 partes en peso de trimetilolpropáno,

175

30 partes en peso de glicol polietilénico, de peso molecular 1500, como lubricante.

180

Después de cubrirla con nitrógeno, se calienta la mezcla, agitando constantemente, con una temperatura de la camisa del recipiente de 95º C., separándose metanol por destilación. Los restos de metanol son eliminados a 80º C. por evacuación a 20 Torr. aproximadamente, en un plazo de 10 minutos.



El granulado de alcohol polivinílico plastificado así obtenido, después del enfriamiento contiene todavía un 4 - 5% en peso de metanol y es de excelente homogeneidad, como demuestra el prensado del material en un placa clara como el vidrio. La Fig. 1 muestra la curva de flujo 2, medida en el viscosímetro capilar de alta presión a 200° C., de la cual puede deducirse la buena elaborabilidad termoplástica del producto.

190 Ejemplo comparativo 2

En el mismo aparato del Ejemplo 1, se mezclan en frío:

1000 partes en peso del mismo alcohol polivinílico del Ejemplo 2, pero en forma secada previamente hasta un 95% en peso aproximadamente de contenido sólido,

100 partes en peso de trimetilolpropano,

30 partes en peso de glicol polietilénico, de peso molecular 1500, como lubricante.

Se agita la mezcla durante 2 horas aproximadamente y se calienta con una temperatura de la camisa del recipiente de 95° C. aproximadamente.

Una muestra del granulado obtenido después del enfriamiento no es mensurable en el viscosímetro capilar de alta presión. Las placas prensadas producidas con el producto están sólo sinterizadas de manera suelta, no son homogéneas



y son muy frágiles.

Esta Patente de invención se corresponde a la depo-  
sitada en Alemania (República Federal Alemana) con el número  
210 P 23 02 871.9, y tiene prioridad de 20 de Enero de 1973, por  
acogerse a los beneficios del artículo 21 del vigente Estatu-  
to sobre propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio  
de la Unión de París.

REIVINDICACIONES

- 215 1). Procedimiento de plastificación de alcohol polivinílico  
mediante la adición con buena mezcla de cuando menos un plas-  
tificante y eventualmente otras materias auxiliares, carac-  
terizado por mezclarse con el plastificante un alcohol poli-  
vinílico hinchado en metanol y eliminarse el metanol.
- 220 2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado  
por emplearse un gel de alcohol polivinílico que contiene me-  
tanol, obtenido por metanólisis de acetato de polivinilo des-  
pués de la eliminación del acetato de metilo formado como pro-  
ducto secundario y lavado con metanol del producto de la reac-  
225 ción.
- 3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) o 2), carac-  
terizado por el hecho de que el alcohol polivinílico hinha-  
do o el gel de alcohol polivinílico poseen un contenido de me-  
tanol del 40 al 85 % en peso.
- 230 4). "PROCEDIMIENTO DE PLASTIFICANTE DE ALCOHOL POLIVINILICO".

Es-

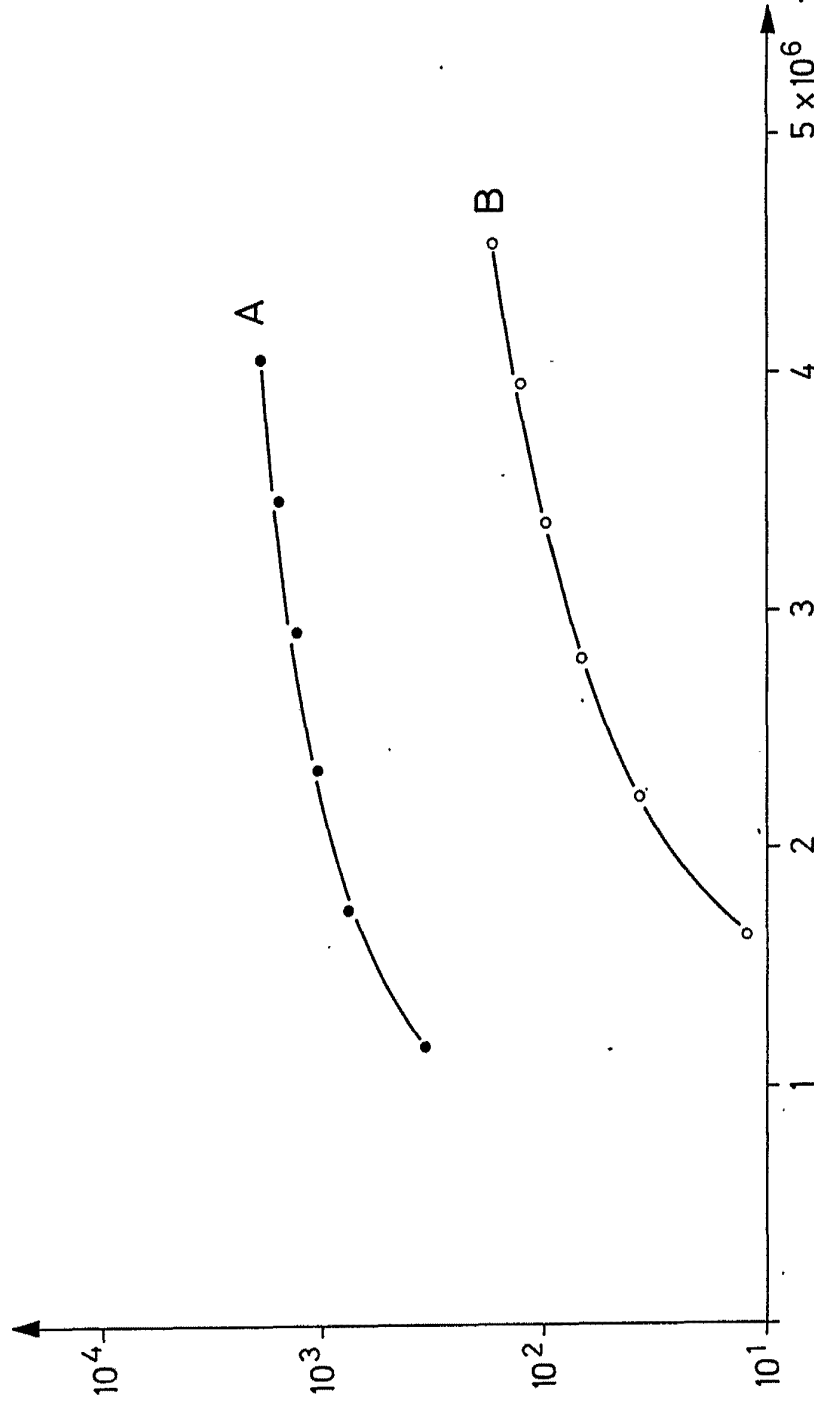


ta Memoria consta de once hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, 14 de Enero de 1974

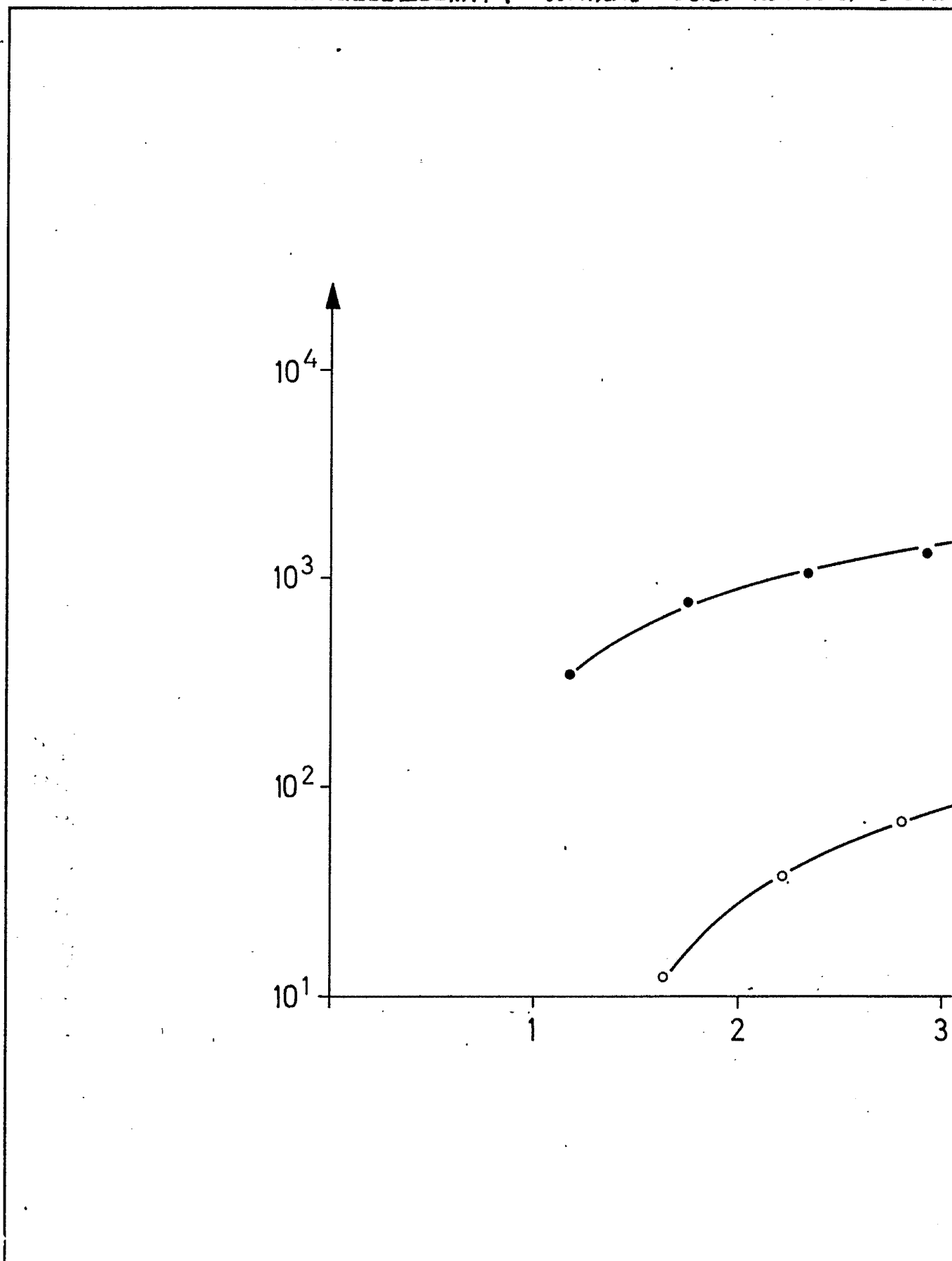
Handwritten signature or initials 'ba' inside a circle.

Handwritten signature or initials 'Ag'.



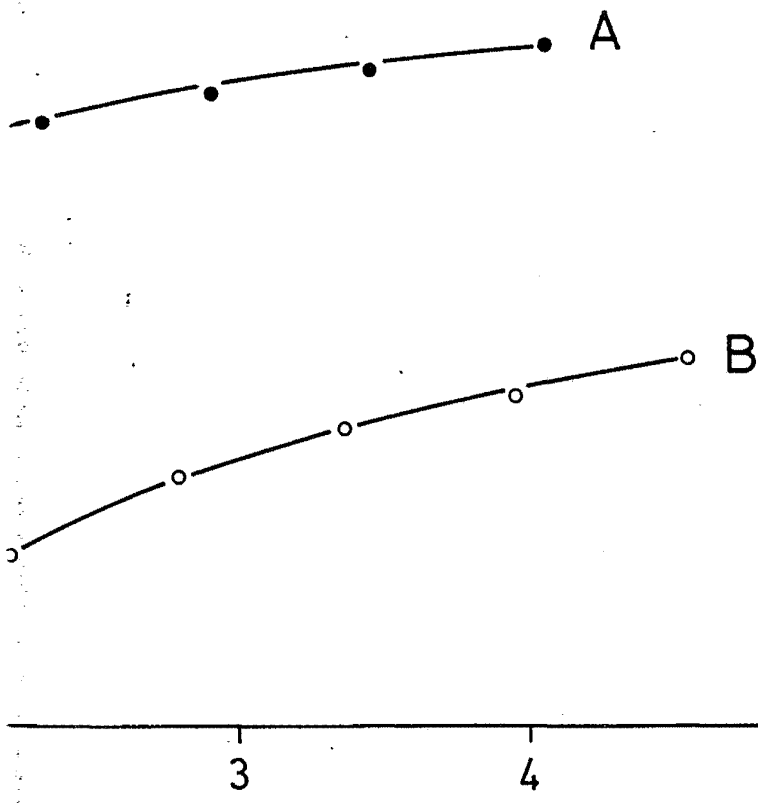
5 x 10<sup>6</sup> Escala variable  
Madrid, 17 Enero 1974

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT vormals Meister Lucius & Brünig



Ius & Brüning

Hoja única (doble)



Escala variable  
Madrid, 17 Enero 1974

*Chas*