

AÑO _____

Expediente núm. _____



237308

237308

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INTRODUCCION.

237308

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INTRODUCCION por 10 años, en España

a favor de

MONSANTO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana de nacionalidad
domiciliado en 1700 South Second Street,
St. Louis, Missouri, EE.UU. de A. núm.

por:

« Procedimiento de obtención de latex de interpolímeros ».

PATENTE DE INTRODUCCION
=====

237306

Your Case 23351/C-870.

237306

27 AG



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de obtención de latex de interpolímeros".

=====

Solicitantes : MONSANTO CHEMICAL COMPANY, entidad
norteamericana, residente en 1700 South Second
Street, St. Louis, Missouri, EE. UU. de A.

=====

Este invento se refiere a latex de polímeros
vinílicos para uso en las preparaciones destinadas al
revestimiento de superficies. Más especialmente, este
invento se refiere a latex de interpolímero vinílico,
5. útiles en la preparación de composiciones destinadas al
revestimiento de superficies, y a un método para
prepararlos.

Los latex de polímeros vinílicos, han demos-
trado su utilidad como vehículos en la preparación de
10. composiciones o mezclas para el revestimiento de super-

27 A



237306

- ficies, del tipo comunmente denominado pinturas "al agua" y las mezclas para el revestimiento de superficies basadas en latex de polimeros vinilicos convencionales, se utilizan en gran cantidad en el revestimiento de interiores. Sin embargo, las composiciones de este tipo no son generalmente satisfactorias para su empleo en las superficies exteriores que se hallan sometidas a los efectos perjudiciales de la luz solar, la humedad, las variaciones amplias y rápidas de temperatura, etc. Los latex satisfactorios para su aplicación al exterior, han de poder secarse para formar películas continuas a baja temperatura y, además han de permitir su preparación por un procedimiento que proporciones un latex estable, libre de granos o hebras y de grumos o terrones, susceptible de usarse sin ulterior tratamiento.
- 5.
- 10.
- 15.

Un objeto de este invento, es el suministro de latex perfeccionado de polimeros vinilicos.

- Otro objeto es proporcionar latex de polimeros vinilicos, útiles en la preparación de composiciones para el revestimiento de superficies, que puedan aplicarse en el exterior igual que en el interior.
- 20.

Otro objeto es facilitar un procedimiento perfeccionado para la preparación de latex de interpolimeros de vinilo y vinilideno.

- Un nuevo objeto de este invento es proporcionar un procedimiento para preparar latex de interpolimeros de vinilo y vinilideno, exentos de hebras y grumos, que formen películas continuas y resistentes a los efectos perjudiciales de la exposición a la intemperie.
- 25.

- Estos y otros objetos se consiguen interpolimeris
- 30.

27 AGO



237306

zando, en proporciones determinadas, como a continuación se indica, (1) un hidrocarburo aromático monovinilidénico, (2) un elemento de una clase restringida de ésteres alquílicos de ácido acrílico metacrílico, (3) ácido acrílico o un ácido acrílico, mono-fenil- o mono-metil-substituído, y (4) acrilonitrilo o metacrilonitrilo, polimerizándose los monómeros por un proceso modificado de polimerización cataáltica en emulsión acuosa, en el que la polimerización se inicia primitivamente entre el nitrilo monomérico y una parte del hidrocarburo aromático monovinilidénico, antes de la adición del resto de la carga de monómero.

Los ejemplos siguientes se hacen figurar para ilustración y no se destinan a limitar el alcance de este invento. Cuando se citan partes, son ponderales .

PREPARACIÓN DE LATEX CON UNA TEMPERATURA DE FUSION INFERIOR A UNOS 10°C.

EJEMPLO 1.

Interpolímero de 40% de acrilato 2-etilhexílico, 52% de estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

Prepárense las mezclas previas siguientes, a utilizar en la obtención de un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos:

	Mezcla previa "A" de monómero:	Partes
25.	Acrilonitrilo.....	6
	Estireno.....	14
	Mezcla previa "B" de monómero:	
	Estireno	38
	Acrilato de 2-etilhexilo.....	40
30.	Acido metacrílico.....	2

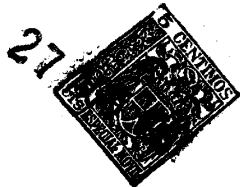
27



237306

Mezcla previa de catalizador:		Partes
	Persulfato potásico	0,5
	Solución en isopropanol, con un 30% de sólidos, de un poliéter sulfato alquil arílico	1,0
5.	Agua.....	25
Carga del recipiente de reacción:		
	Alcohol poliéter alkilarílico.....	0,2
	Agua.....	75

10. Introducir la carga del recipiente de reacción en una vasija de reacción vidriada, provista de condensador de reflujo y agitador. Elevar la carga a la temperatura de reflujo y añadir luego lentamente la mezcla previa de catalizador, en un período de 80 minutos.
15. Durante los primeros 30 minutos de este período, añadir lentamente la mezcla previa "A" de monómero, junto con el primer 30% de la mezcla previa de catalizador, y durante los últimos 50 minutos de dicho período, añadir lentamente la mezcla previa "B" de monómero, junto con el resto de la mezcla previa de catalizador. Mantener
20. la mezcla de reacción resultante a la temperatura de reflujo, hasta que ésta llegue a su máximo, en cuyo momento la reacción de polimerización es prácticamente completa. Enfriar el latex resultante a la temperatura ambiente y ajustar su pH alrededor de 8-9 con solución acuosa de amoníaco al 28%. Como resultado de esta reacción,
25. se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.



237306

EJEMPLO 2.

Interpolímero de 35% de acrilato 2-etilhexílico, 57% de estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

5. Repetir ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción, pero en este caso, usar las siguientes mezclas previas de monómero:

Mezcla previa "A" de monómero:		Partes
	Acrilonitrilo	6
10.	Estireno	14
Mezcla previa "B" de monómero:		
	Estireno	43
	Acrilato de 2-etilhexilo.....	35
	Acido metacrílico.....	2

15. Al final de la reacción de polimerización, se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

EJEMPLO 3.

20. Interpolímero de 40% de acrilato-2-etilhexílico, 52% de estireno, 6% de metacrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

25. Repetir ejemplo 1, utilizandola misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción, pero en este caso, usar las siguientes mezclas previas de monómero:

Mezcla previa "A" de monómero:		Partes
	Metacrilonitrilo	6
	Estireno.....	14

237306



Mezcla previa "B" de monómero:	Partes
Estireno.....	38
Acrilato de 2-etilhexilo.....	40
Acido metacrílico.....	2

5. Al final de la reacción de polimerización, se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

EJEMPLO 4.

10. Interpolímero de 40% de acrilato 2-etilhexílico, 30% de estireno, 22% de alfametil estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

15. Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción, pero en este caso, usar las siguientes mezclas previas de monómero:

Mezcla previa "A" de monómero:	Partes
Acrilonitrilo	6
Estireno.....	14

20. Mezcla previa "B" de monómero:

Estireno.....	16
Alfametil estireno.....	22
Acrilato de 2-etilhexilo.....	40
Acido metacrílico.....	2

25. Al final de la reacción de polimerización, se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

287306



EJEMPLO 5.

Interpolímero de 40% de acrilato 2-etilhexílico, 30% de estireno, 22% de 2,5-dicloroestireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

5. Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente, pero en este caso, usar las siguientes mezclas previas de monómero:

Mezcla previa "A" de monómero: Partes

10.	Acrilonitrilo.....	6
	Estireno	14

Mezcla previa "B" de monómero:

	Estireno.....	16
	2,5-dicloroestireno.....	22
15.	Acrilato 2-etilhexílico	40
	Acido metacrílico.....	2

20. Al final de la reacción de polimerización, se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

EJEMPLO 6.

Interpolímero de 40% de metacrilato 2-etilhexílico, 50% de estireno, 6% de acrilonitrilo y 4% de ácido acrílico.

25. Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción, pero en este caso, usar las siguientes mezclas previas de monómero:

Mezcla previa "A" de monómero: Partes

30.	Acrilonitrilo	6
	Estireno	14

27 AGO

237306



Mezcla/ ^{previa} "B" de monómero:	Partes
Estireno	36
Metacrilato 2-etilhexílico	40
Acido acrílico.....	4

5. Al final de la reacción de polimerización, se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

EJEMPLO 7.

10. Interpolímero de 40% de acrilato decílico, 52% de estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción, pero en este caso, usar las siguientes mezclas previas de monómero:

15.

Mezcla previa "A" de monómero:	Partes
Acrilonitrilo.....	6
Estireno.....	14

Mezcla previa "B" de monómero

20. Estireno.....	38
Acrilato decílico.....	40
Acido metacrílico.....	2

25. Al final de la reacción de polimerización, se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

EJEMPLO 8

Interpolímero de 40% de acrilato tridecílico, 52% de estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

30. Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla

23730627 AGO 1957



previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción, y las siguientes mezclas previas de monómeros:

Mezcla previa "A" de monómero:		Partes
	Acrilonitrilo.....	6
5.	Estireno.....	14
Mezcla previa "B" de monómero:		
	Estireno.....	38
	Acrilato tridecílico.....	40
	Acido metacrílico.....	2

10. Como resultado, se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

EJEMPLO 9

15. Revestir varias láminas de vidrio y tablillas de madera de cedro rojo, con cada uno de los latex preparados en los ejemplos 1 a 8 y secar las capas en una cámara cerrada, mantenida a una temperatura de unos 5°C. En todos los casos se forman películas duras, 20. continuas y adherentes, que se obtienen también cuando los latex se secan a una temperatura de 10°. Los latex se secarán igualmente para formar películas continuas a temperaturas más elevadas, tal como la de las habitaciones.

EJEMPLOS INDICADORES DE LA NATURALEZA CRITICA DE LAS PROPORCIONES Y DETERMINADAS CONDICIONES DE POLIMERIZACION.

25.

EJEMPLO 10.

Interpolímero de 30% de acrilato 2-etilhexílico, 62% de estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

30. Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente

27 AG



237306

de reacción, y las siguientes mezclas previas de monómero.

Mezcla previa "A" de monómero:	Partes
Acrilonitrilo.....	6
Estireno.....	14
5. Mezcla previa "B" de monómero	
Estireno	48
Acrilato 2-etilhexílico.....	30
Acido metacrílico.....	2

10. Como resultado se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

15. Revestir láminas de vidrio y tablillas de madera de cedro rojo con delgadas capas de latex y secar los revestimientos en una cámara cerrada, mantenida a una temperatura de unos 5°C. Los resultados no son satisfactorios, por formarse capas secas, pulverulentas y no adherentes, en lugar de películas continuas. Se forman también capas de la naturaleza indicada, cuando

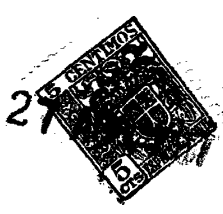
20. las láminas de vidrio y las tablillas de madera de cedro rojo se revisten con este latex, y se secan a una temperatura de unos 10°C.

EJEMPLO 11.

25. Interpolímero de 30% de acrilato tridecílico, 62% de estireno, 5% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción, y las siguientes mezclas previas de monómero.

237306 27



Mezcla previa "A" de monómero:	Partes
Acrilonitrilo.....	6
Estireno.....	14

Mezcla previa "B" de monómero:

5.	Estireno.....	48
	Acrilato tridecílico.....	30
	Acido metacrílico.....	2

Como resultado se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos, con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

10.

Se obtienen resultados inadecuados cuando se revisten con este latex láminas de vidrio y tablillas de madera de cedro rojo, y luego se secan en una cámara cerrada mantenida a una temperatura de unos 10°C. ya que se forman capas secas, pulverulentas y no adherentes, en lugar de películas continuas.

15.

EJEMPLO 12.

Interpolímero de 40% de acrilato etilbutílico, 52% de estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

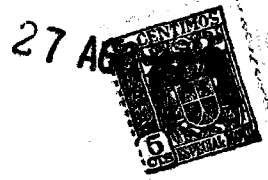
20.

Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador, y la misma carga del recipiente de reacción, y las siguientes mezclas previas de monómero.

25.	Mezcla previa "A" de monómero:	Partes
	Acrilonitrilo.....	6
	Estireno.....	14

Mezcla previa "B" de monómero:

	Estireno	38
30.	Acrilato etilbutílico.....	40
	Acido metacrílico.....	2



287306

Como resultado se obtiene un latex de inter-
polímero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos,
con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

5. Se obtienen resultados inadecuados cuando
se revisten con este latex láminas de vidrio y tablillas
de madera de cedro rojo, y luego se secan en una cámara
cerrada mantenida a una temperatura de unos 10°C. ya
que se forman capas secas, pulverulentas y no adherentes,
en lugar de películas continuas.

10. EJEMPLO 13.

Interpolímero de 40% de acrilato hexadecílico, 52% de
estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

15. Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma
mezcla previa de catalizador, y la misma carga del re-
cipientes de reacción, y las siguientes mezclas previas
de monómero.

Mezcla previa "A" de monómero:	Partes
Acrilonitrilo	6
Estireno.....	14
20. Mezcla previa "B" de monómero:	
Estireno.....	38
Acrilato hexadecílico.....	40
Acido metacrílico.....	2

25. Como resultado se obtiene un latex de interpolí-
mero, con un 50% de sólidos, exento de hebras y grumos,
con partículas de un tamaño medio de 0,2 a 0,3 micrones.

30. Se obtienen resultados inadecuados cuando se
revisten con este latex láminas de vidrio y tablillas
de madera de cedro rojo, y luego se secan en una cámara
cerrada mantenida a una temperatura de unos 5°C ya que



237306

se forman películas excesivamente blandas y pegajosas, impropias para usarse en el revestimiento de superficies.

EJEMPLO 14.

Interpolímero de 40% de acrilato 2-etilhexílico, 54% de estireno y 6% de acrilonitrilo.

5.

Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador, y la misma carga del recipiente de reacción, y las siguientes mezclas previas de monómero:

10.	Mezcla previa "A" de monómero:	Partes
	Acrlonitrilo.....	6
	Estireno	14
	Mezcla previa "B" de monómero:	
	Estireno	40
15.	Acrlato 2-etilhexílico.....	40

Como resultado se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, caracterizado, sin embargo, por la presencia de grumos visibles de polímero, de unos 6 mm. de diámetro, aproximadamente. Para eliminarlos, es necesario filtrar el latex y, cuando así se hace, se comprueba que alrededor del 5% de la carga primitiva de monómero se ha convertido en grumos o terrones de esta naturaleza.

20.

EJEMPLO 15.

Interpolímero de 40% de acrilato 2-etilhexílico, 58% de estireno y 2% de ácido metacrílico.

25.

Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción. En este caso, sin embargo, emplear solamente una mezcla previa de monómero, que se añade lentamente

30.

27 AG

237306



a la mezcla previa del emulsionador, junto con toda la mezcla previa del catalizador, durante el período de 80 minutos de adición.

Mezcla previa de monómero:		Partes
5.	Estireno.....	58
	Acrilato 2-etilhexílico.....	40
	Acido metacrílico.....	2

Como resultado se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, caracterizado, sin embargo por la presencia de hebras o granos de partículas de polímero, la mayoría del tamaño de cabezas de alfiler. Debido a su tamaño relativamente pequeño, es virtualmente imposible separar los granos por filtración del latex.

10.

EJEMPLO 16.

15. Interpolímero de 40% de acrilato 2-etilhexílico, 52% de estireno, 6% de acrilonitrilo y 2% de ácido metacrílico.

Repetir el ejemplo 1, utilizando la misma mezcla previa de catalizador y la misma carga del recipiente de reacción. En este caso, sin embargo, emplear solamente una mezcla previa de monómero, que se añadelentamente a la mezcla previa del emulsionador, junto con toda la mezcla previa del catalizador, durante el período de 80 minutos de adición.

20.

Mezcla previa de monómero:		Partes
25.	Estireno.....	52
	Acrilato 2-etilhexílico.....	40
	Acrilonitrilo.....	6
	Acido metacrílico.....	2

Como resultado se obtiene un latex de interpolímero, con un 50% de sólidos, caracterizado, sin

30.

27 AGO.



237306

embargo, por la presencia de granos o hebras.

5. Se obtienen resultados inadecuados cuando se revisten con este latex láminas de vidrio y tablillas de madera de cedro rojo, y luego se secan en una cámara cerrada mantenida a la temperatura de unos 10°C. ya que se forman capas secas, pulverulentas y no adherentes, en lugar de películas continuas.

DISCUSION

10. Los latex de interpolímero a que este invento se refiere, tienen muchas propiedades interesantes. Así, por ejemplo, los latex de los ejemplos 1 a 8, están prácticamente libres de hebras o granos y grumos, ya en el momento de su preparación. Otra propiedad importante de los latex de interpolímero, puesta de relieve por el ejemplo 9, es su capacidad de formación de películas continuas y adherentes, al secarse a bajas temperaturas, de 5° a 10°C. aproximadamente.

15. Los latex a que este invento se refiere, se preparan por interpolimerización, en emulsión acuosa, de proporciones restringidas de (1) un hidrocarburo aromático monovinilidénico, (2) un elemento de una clase restringida de ésteres alquílicos de ácido acrílico o metacrílico, (a veces denominados, a continuación, ester no-saturado), (3) ácido acrílico, o un derivado del mismo, monofenil- o monometil-substituído (a continuación llamado, a veces, ácido monocarbóxico no-saturado) y (4) acrilonitrilo o metacrilonitrilo (a veces denominado, a continuación, nitrilo no-saturado).

20. De acuerdo con este invento, pueden usarse una gran variedad de hidrocarburos aromáticos vinilidénicos,
- 25.
- 30.



237306

- de los que son ejemplos monómeros tales como: estireno, alfametil estireno, paracloroestireno, 2,4-dicloroestireno, 2,5-dicloroestireno, parabromoestireno, parametil estireno, alfametil-parametil estireno, metaetil estireno, para-isopropil estireno, vinil naftaleno, etc. Si se desea, pueden usarse mezclas de dos o más de estos compuestos.
- 5.
- Los ésteres no-saturados a emplear de acuerdo con este invento, son esterres de ácido acrílico o metacrílico, de alcoholes alifáticos de cadena lineal o ramificada. Los radicales alcohólicos han de estar saturados y deben contener de 5 a 20 átomos de carbono. Además, la cadena continúa más larga del radical alcohólico, debe tener de 5 a 14 átomos de carbono. Si el radical alcohólico contiene un número de átomos de carbono inferior, o si el número de átomos de carbono de la cadena continúa más larga es inferior a 5, los latex resultantes no se secarán, para formar películas continuas y adherentes, a temperaturas de unos 10°C. o menos. Por el contrario, si los radicales alcohólicos tienen un número superior de átomos de carbono, o si el número de estos en la cadena continúa lineal más larga es superior a 14, los latex resultantes se secarán para formar películas demasiado blandas y pegajosas para aplicarlas al revestimiento de superficies. Dentro de estas limitaciones, sin embargo, pueden utilizarse una extensa variedad de ésteres de ácido acrílico y metacrílico, de los que son ejemplos los ésteres formados esterificando ácido acrílico o metacrílico con alcoholes tales como: alcohol amílico, hexanol, 2-etil hexanol, 2-metil pentanol, el oxo-alcohol de un dímero de isobutileno, alcohol heptílico
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

287306

27

2



7 A90

51 alcohol 3-metil heptílico, el oxo-alcohol de un dímero de isobutileno, el oxo-alcohol de un dímero de propileno, alcohol octílico, el oxo-alcohol de un tetrámero de propileno, alcohol cetílico, alcohol dodecílico, alcohol tridecílico, alcohol tetradecílico, etc. Si se desea, puede usarse mezclas de dos o más de estos ésteres de ácido acrílico o metacrílico.

10. Además, ha de emplearse también un nitrilo-no-saturado elegido del grupo formado por acrilonitrilo y metacrilonitrilo, y un ácido monocarboxílico no-saturado escogido del grupo constituido por los ácidos acrílico, metacrílico, cinámico, atrópioo y crotónico. Si se desea, puede también utilizarse una mezcla de acrilonitrilo con metacrilonitrilo, o una mezcla de dos o más de los ácidos monocarboxílicos no-saturados.

15.

PROPORCION DE MONOMEROS

20. Los latex a que este invento se refiere, se obtienen interpolimerizando los componentes monómeros anteriores dentro de un margen específico de proporciones. El componente estérico no-saturado ha de constituir del 35 al 60% aproximadamente de la carga monomérica total, el nitrilo no-saturado ha de formar alrededor del 3 al 10% de la misma, el ácido monocarboxílico no-saturado ha de ascender del 2 al 5% de dicha carga, y el resto de ella (o sea el 60 a 25% restante) ha de ser hidrocarburo aromático monovinilidénico. Los latex preparados por interpolimerización de los compuestos monómeros en las proporciones anteriores, de acuerdo con este invento, se secarán generalmente, para formar películas continuas, 25. a una temperatura de 10°C. aproximadamente, o inferior. 30.



287306

5. De acuerdo con una forma preferida de este invento, se interpolimeriza, aproximadamente, del 35 al 45% de éster no-saturado, del 3 al 10% de nitrilo no-saturado del 2 al 5% de ácido monocarboxílico no-saturado y del 60 al 40% de hidrocarburo aromático monovinilidénico, para obtener latex que se sequen a fin de formar películas continuas, a una temperatura de unos 5°C. y aun inferior.

10. Si el éster no-saturado componente forma menos del 35% de la carga monomérica total, el latex resultante no poseerá las propiedades deseadas de secado a baja temperatura, mientras que si se usa más del 60% aproximadamente de éster no-saturado, se formarán películas excesivamente blandas o incluso pegajosas. Los latex se caracterizan por la presencia de grumos, granos o hebras o de todo ello, cuando el nitrilo no-saturado, el ácido monocarboxílico no-saturado, o ambos, se eliminan de la fórmula o se utilizan en cantidades inadecuadas.

REACCION DE POLIMERIZACION

20. Los latex a que este invento se refiere, se preparan por una reacción especial de polimerización en emulsión acuosa, como a continuación se expone con mayor detalle, del tipo general en el que los monómeros a polimerizar se añaden lentamente a una carga acuosa del recipiente de reacción, a la temperatura de polimerización, introduciéndose, junto con los monómeros, una solución acuosa de catalizador de polimerización, y un emulsionador.

30. Puede usarse una gran variedad de agentes emulsionadores, solos o mezclados, tales como sales de ácidos grasos de elevado peso molecular, jabones amínicos, sales

237306



- de metales alcalinos de ácidos rosínicos, sales de metales alcalinos de sulfatos y sulfonatos alquílicos de cadena larga, condensados de óxido de etileno de ácidos grasos de cadena larga, alcoholes o mercaptanes, sales sódicas de hidrocarburos sulfonados, sulfonas alkarílicas, etc.
5. Los emulsionadores representativos, comprende: compuestos tales como el oleato sódico, la trietanol-amina, el lauril-sulfato sódico, las sales de ésteres de ácido sulfo-succínico, el éster 2-etilhexílico del ácido sulfo-succínico, las sales sódicas de los ácidos dioctil-sulfosuccínicos, las sales sódicas de alcohol cetílico sulfatado, etc. Generalmente conviene emplear alrededor de 0,1 a 5 partes de emulsionador por 100 partes de mezcla monomérica, aunque, si se desea, pueden emplearse cantidades algo menores o mayores.
- 10.
- 15.

- Son ejemplos representativos de catalizadores de polimerización, los compuestos tales como el persulfato potásico, el peróxido de benzoilo, el peróxido de lauroilo, el peróxido de butilo terciario, el hidroperóxido de cumeno, el azo-bis-isobutironitrilo, etc. Si se desea, pueden emplearse también mezclas de dos o más de estos catalizadores de polimerización. La cantidad de catalizador a emplear estará comprendida, generalmente, entre los límites de 0,01 a 1 parte, aproximadamente, de catalizador de polimerización, por 100 partes de mezcla monomérica. Si se desea, pueden usarse cantidades algo mayores o menores.
- 20.
- 25.

- La cantidad de agua a utilizar, puede variar entre límites relativamente amplios. Sin embargo, resulta generalmente preferible usar alrededor de 100 a
- 30.

237306



250 partes de agua por 100 partes de mezcla monomérica, para que los latex tengan un contenido de sólidos de 50 a 30%, aproximadamente. La cantidad de agua puede aumentarse o disminuirse, si se desea, con objeto de proporcionar un latex con un contenido de sólidos superior o inferior (por ejemplo, 25 a 60%).

Los distintos materiales a usar para realizar la reacción de polimerización, se emplean convenientemente en forma de una carga inicial del recipiente de reacción, una mezcla previa de catalizador emulsionador, y dos mezclas previas de monómero distintas.

La carga primitiva del recipiente de reacción, contiene la mayor parte del agua a usar. Puede también, a voluntad, contener una pequeña proporción del emulsionador, una reducida proporción de catalizador, o ambas. La mezcla previa catalizador-emulsionador, contiene una pequeña cantidad del agua a utilizar y una proporción elevada del catalizador de polimerización, y todo el emulsionador o una gran parte de él. En la carga del recipiente de reacción, en la mezcla previa de catalizador-emulsionador o en ambas, puede haber también cantidades adecuadas de ayudas convencionales de polimerización, tales como moderadores, reguladores del tamaño de las partículas, activadores, etc.

La primera mezcla previa de monómero, deberá contener todo el componente nitrilo no-saturado, mezclado con, aproximadamente, de 1,5 a 3 veces su peso de hidrocarburo aromático vinilidénico. La segunda mezcla previa de monómero, ha de contener el resto de la carga de monómero.



237306

- Para preparar latex de acuerdo con este invento, la carga inicial del recipiente de reacción se introduce primero en una vasija de reacción adecuada, y luego se eleva a la temperatura y presión de reacción deseadas,
5. antes de añadir los materiales restantes. La temperatura puede variarse entre límites relativamente amplios, de tal modo que puede usarse, con resultados satisfactorios, una temperatura de 30°C. a 150°C aproximadamente. La reacción ha de realizarse bajo presión, si ha de
10. usarse una temperatura superior a la de reflujo, pero se aplica con preferencia a la presión atmosférica, a la temperatura de reflujo, o inferior. En general, la reacción se regula mejor si se realiza a la presión atmosférica y a la temperatura de reflujo. Con prefe-
15. rencia, la reacción de polimerización se desarrolla en ausencia de oxígeno. Este puede eliminarse de la vasija de reacción, por cualquier medio adecuado, tal como purgando con nitrógeno, elevando el recipiente de reacción a la temperatura de reflujo, etc.
20. Después de elevar a la temperatura y a la presión deseadas la carga del recipiente de reacción, y de purgar éste prácticamente de oxígeno, se añaden lentamente, con agitación, la mezcla previa catalizador-
25. emulsionador, y las dos mezclas previas de monómero, de un modo especial y durante un período de 1 a 2 horas. La mezcla previa catalizador-emulsionador, se añade lentamente durante todo el período. La primera mezcla previa de monómero, se añade lentamente a la carga primitiva del recipiente de reacción, junto con el primer 25 a 40%
30. de la mezcla previa catalizador-emulsionador, y la segunda

27 AG



237306

mezcla previa de monómero, se añade lentamente a la vez que el resto de la mezcla previa catalizador-emulsionador.

Por regla general, la reacción de polimerización es incompleta al terminar el período de adición y, como

5. resultado, con objeto de terminarla prácticamente, es generalmente necesario mantener la mezcla de reacción a la temperatura de polimerización, durante un período adicional de tiempo, corrientemente, de 1 a 26 horas. Si la reacción se realiza a la temperatura de reflujo,
10. es prácticamente completa cuando se llega a un punto de ebullición prácticamente constante. En el latex, al final de la reacción de polimerización, figura un pequeño porcentaje de monómero sin reaccionar (por ejemplo alrededor del 5%), que, si se desea, puede eliminarse
15. por cualquier medio adecuado, tal como la destilación, etc.

- Aplicando de este modo la reacción de polimerización, se obtiene un latex de interpolímero prácticamente exento de granos o hebras y de grumos. Las partículas de polímero del latex, tendrán un tamaño medio
20. del orden de 0,1 a 0,5 micrones, aproximadamente, y el latex se secará para formar una película continua, a una temperatura de unos 2 a 10°C. o más elevada.

- Los latex a que este invento se refiere, recién preparados, tendrán normalmente un pH ácido. Pueden
25. usarse, con resultados satisfactorios, en esta condición ácida. Sin embargo, es generalmente preferible que el pH de los latex se ajuste entre 8 y 9, por la adición de una cantidad adecuada de un material básico tal como el amoníaco o una sal de metal alcalino o amonio de un
30. ácido orgánico o inorgánico, soluble en agua.

237306



Como se ha indicado, los latex a que este invento se refiere, son de utilidad especial, en la preparación de composiciones para el revestimiento de superficies y, para este objeto se mezclan convencionalmente con pigmentos, cargas, agentes protectores de coloidización, agentes de espesamiento o resinificación, estabilizadores, etc.

N O T A

10. 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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España: "Procedimiento de obtención de latex de interpolímeros"; caracterizándose por lo siguiente:
15. 19.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímeros, caracterizado por interpolimerizarse
20. alrededor de 35 a 60 partes en peso de un ester no-saturado; aproximadamente de 3 a 10 partes en peso de un nitrilo no-saturado; unas 2 a 5 partes en peso de un ácido monocarboxílico no-saturado y, correspondientemente,
25. alrededor de 60 a 25 partes en peso de un hidrocarburo aromático monovinilidénico, por una reacción de interpolimerización en emulsión acuosa, del tipo en que una mezcla acuosa previa que contiene un catalizador de
30. polimerización y un emulsionador se añade lentamente a una carga de recipiente de reacción, carga que contiene la mayor parte del agua necesaria, con agitación a la

27 AGO



237306

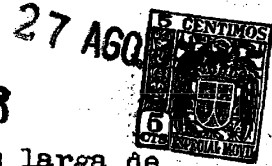
temperatura de polimerización y además por la mejora que comprende el añadir una mezcla del nitrilo no-saturado, con alrededor de 1,5 a 3 veces su peso de hidrocarburo aromático monovinilidénico, a la carga acuosa de la vasija

5. de reacción, a la vez que el primer 25 a 40% de la mezcla previa catalizador-emulsionador; el añadir una mezcla del resto de los monómeros a la carga acuosa del recipiente de reacción, a la vez que el resto de la mezcla previa catalizador-emulsionador y el mantener
10. la mezcla de reacción resultante a la temperatura de polimerización, hasta que la reacción es prácticamente completa; el ester no-saturado se escoge del grupo constituido por esteres de alcoholes alifáticos saturados, de cadena lineal y ramificada, de ácidos acrílico y metacrílico, que contengan un total de 5 a 20 átomos
15. de carbono, aproximadamente, en el radical alcohólico, de los cuales, de 5 a 14 átomos de carbono forman la cadena continúa más larga de aquél; el nitrilo no-saturado se elige del grupo formado por acrilonitrilo y metacrilonitrilo, y el ácido monocarboxílico no-saturado
20. se escoge del grupo integrado por los ácidos acrílico, metacrílico, cinámico, atrópico y crotónico.

22.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímeros, caracterizado por interpolimerizarse

25. (1) alrededor de 35 a 60 partes en peso de un ester no-saturado elegido del grupo constituido por esteres de alcoholes alifáticos saturados, de cadena lineal y ramificada, de ácidos acrílico y metacrílico, que contengan un total de 5 a 20 átomos de carbono, aproximadamente,
30. en el radical alcohólico, de los cuales, de 5 a 14 átomos

237306



- de carbono forman la cadena continua más larga de aquel; (2) alrededor de 3 a 10 partes en peso de acrilonitrilo; (3) aproximadamente 2 a 5 partes en peso de ácido metacrílico y, correspondientemente, (4) alrededor de 60 a 25 partes en peso de estireno, por una reacción de polimerización en emulsión acuosa, del tipo en que una mezcla acuosa previa, que contiene un catalizador de polimerización y un emulsionador, se añade lentamente con agitación y a la temperatura de polimerización,
5. a la carga acuosa de un recipiente de reacción; y además por la mejora que comprende el añadir lentamente una mezcla del acrilonitrilo con alrededor de 1,5 a 3 veces su peso de estireno, a la carga del recipiente de reacción -carga que contiene una gran parte del agua necesaria- a la vez que el primer 25 a 40% de la mezcla catalizador emulsionador; el añadir una mezcla del resto de los monómeros a la carga del recipiente de reacción; a la vez que el resto de la mezcla previa catalizador-emulsionador, y el mantener la mezcla resultante a la temperatura de polimerización, hasta
10. que la reacción sea prácticamente completa.
- 15.
- 20.

- 3º.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímeros, caracterizado por interpolimerizarse (1) alrededor de 35 a 45 partes en peso de acrilato de 2-etilhexilo, (2) alrededor de 3 a 10 partes en peso de acrilonitrilo, (3) aproximadamente 2 a 5 partes en peso de ácido metacrílico y, correspondientemente (4) unas 60 a 40 partes en peso de estireno, por una reacción de polimerización en emulsión acuosa del tipo en que se añade lentamente una mezcla previa que contiene un
- 25.
- 30.

287306

27 AGO.



- catalizador de polimerización y un emulsionador, a la carga acuosa de un recipiente de reacción, con agitación y a la temperatura de polimerización; y además por la mejora de que comprende el añadir lentamente una mezcla
5. del acrilonitrilo, con alrededor de 1,5 a 3 veces su peso de estireno, a la carga del recipiente de reacción, a la vez que el primer 25 a 40% de la mezcla previa catalizador-emulsionador; el añadir una mezcla del resto de los monómeros a la carga del recipiente de reacción,
10. a la vez que el resto de la mezcla previa catalizador-emulsionador, y el mantener la mezcla de reacción a la temperatura de polimerización hasta que la reacción sea prácticamente completa.

- 4^a.- Procedimiento, según lo especificado
15. en la reivindicación 3^a, caracterizado por interpolimerizarse alrededor de 40 partes de acrilato 2-etilhexílico, con aproximadamente 6 partes de acrilonitrilo, unas 2 partes de ácido metacrílico y alrededor de 52 partes de estireno, y por añadirse la mezcla previa
20. catalizador-emulsionador a la carga acuosa del recipiente de reacción, durante unos 80 minutos y por añadirse la mezcla de acrilonitrilo con estireno a la carga acuosa del recipiente de reacción, durante los primeros 30 minutos del período de 80 minutos.

- 5^a.- Procedimiento de obtención de latex de
25. interpolímeros, caracterizado por interpolimerizarse (1) alrededor de 35 a 45 partes en peso de acrilato decílico, (2) alrededor de 3 a 10 partes en peso de acrilonitrilo, (3) aproximadamente 2 a 5 partes en peso de ácido
30. metacrílico y, correspondientemente (4) unas 60 a 40

27 AGO



237306

- partes en peso de estireno, por una reacción de polimerización en emulsión acuosa, del tipo en que una mezcla acuosa previa, que contiene un catalizador de polimerización y un emulsionador, se añade lentamente con agitación
5. y a la temperatura de polimerización, a la carga acuosa de un recipiente de reacción; y además por la mejora que comprende el añadir lentamente una mezcla del acrilonitrilo con alrededor de 1,5 a 3 veces su peso de estireno, a la carga del recipiente de reacción, a
10. la vez que el primer 25 a 40% de la mezcla previa catalizador-emulsionador; el añadir una mezcla del resto de los monómeros a la carga del recipiente de reacción, a la vez que el resto de la mezcla previa catalizador-emulsionador, y el mantener la mezcla resultante a la
15. temperatura de polimerización, hasta que la reacción sea prácticamente completa.

- 6^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 5^a, caracterizado por interpolimerizarse
20. alrededor de 40 partes de acrilato decílico con aproximadamente 6 partes de acrilonitrilo, unas 2 partes de ácido metacrílico y alrededor de 52 partes de estireno, y por añadirse la mezcla previa catalizador-emulsionador a la carga acuosa del recipiente de reacción, durante un
25. período de unos 80 minutos, y por añadirse la mezcla de acrilonitrilo con estireno a la carga acuosa del recipiente de reacción durante los primeros 30 minutos del período de 80 minutos citado.

- 7^a.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímero, caracterizado por interpolimerizarse (1)
30. alrededor de 35 a 45 partes en peso de acrilato tridecílico,

27 AG



237306

- (2) unas 3 a 10 partes en peso de acrilonitrilo, (3) aproximadamente 2 a 5 partes en peso de ácido metacrílico y, correspondientemente, (4) alrededor de 60 a 40 partes en peso de estireno, por una reacción de polimerización en emulsión acuosa, del tipo en que una mezcla acuosa previa que contiene un catalizador de polimerización y un emulsionador, se añade lentamente con agitación y a la temperatura de polimerización, a la carga acuosa de un recipiente de reacción; y además por la mejora que comprende el añadir lentamente una mezcla del acrilonitrilo con alrededor de 1,5 a 3 veces su peso de estireno, a la carga del recipiente de reacción, a la vez que el primer 25 a 40% de la mezcla previa catalizador-emulsionador; el añadir una mezcla del resto de los monómeros a la carga del recipiente de reacción, a la vez que el resto de la mezcla previa catalizador-emulsionador, y el mantener la mezcla resultante a la temperatura de polimerización, hasta que la reacción sea prácticamente completa.
5. 8^o.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 7^a, caracterizado por interpolimerizarse unas 40 partes de acrilato tridecílico, con alrededor de 6 partes de acrilonitrilo, aproximadamente 2 partes de ácido metacrílico y unas 52 partes de estireno, y porque la mezcla previa catalizador-emulsionador se añade a la carga acuosa del recipiente de reacción, durante un período de unos 80 minutos, y la mezcla de acrilonitrilo con estireno se añade a dicha carga durante los primeros 30 minutos del período citado.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

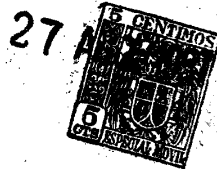


237306

- 9^a.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímero, caracterizado por permitir la preparación de un latex de interpolímero, susceptible de secarse, para formar una película continua adherente, a una temperatura de 10^oC. aproximadamente, y el interpolímero citado es un interpolímero de (1) alrededor de 35 a 60 partes en peso de un ester no-saturado escogido del grupo constituido por esteres de alcoholes alifáticos saturados, de cadena lineal y ramificada, de ácidos acrílico y metacrílico, que contengan un total de 5 a 20 átomos de carbono, aproximadamente, en el radical alcohólico, de los cuales, alrededor de 5 a 14 átomos de carbono forman la cadena lineal continua más larga de aquél; (2) alrededor de 3 a 10 partes en peso de un nitrilo no-saturado, elegido del grupo formado por el acrilonitrilo y el metacrilonitrilo; (3) unas 2 a 5 partes en peso de un ácido monocarboxílico no-saturado, obtenido del grupo constituido por los ácidos acrílico, metacrílico, cinámico, atrópico y crotónico y, correspondientemente, (4) unas 60 a 25 partes en peso de un hidrocarburo aromático monovinilidénico; el interpolímero de dicho latex tiene partículas de un diámetro medio de 0,1 a 0,5 micron, aproximadamente.

- 10^a.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímero, caracterizado por permitir la preparación de un latex de interpolímero, susceptible de secarse, para formar una película continua a una temperatura de unos 5^oC; el interpolímero citado es un interpolímero de unas 35 a 45 partes en peso de acrilato 2-etilhexílico, (2) alrededor de 3 a 10 partes en peso de acrilonitrilo,

937306



(3) aproximadamente 2 a 5 partes en peso de ácido metacrílico y, correspondientemente, (4) alrededor de 60 a 40 partes en peso de estireno; las partículas de interpolímero en el latex tienen un diámetro medio de 0,1 a 0,5 micron aproximadamente.

5.

11^a.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímero, caracterizado por permitir la preparación de un latex de interpolímero, susceptible de secarse, para formar una película continua, a una temperatura de unos 5^oC; el interpolímero citado es un interpolímero de (1) unas 35 a 45 partes en peso de acrilato decílico, (2) alrededor de 3 a 10 partes en peso de acrilonitrilo, (3) aproximadamente 2 a 5 partes en peso de ácido metacrílico y, correspondientemente, (4) alrededor de 60 a 40 partes en peso de estireno; las partículas de interpolímero en el latex tienen un diámetro medio de 0,1 a 0,5 micron aproximadamente.

10.

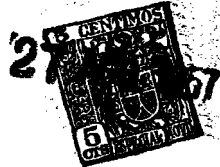
15.

12^a.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímero, caracterizado por permitir la preparación de un latex de interpolímero susceptible de secarse para formar una película continua, a una temperatura de unos 5^oC; el interpolímero citado es un interpolímero de (1) unas 35 a 45 partes en peso de acrilato tridecílico, (2) alrededor de 3 a 10 partes en peso de acrilonitrilo, (3) unas 2 a 5 partes en peso de ácido metacrílico y, correspondientemente, (4) alrededor de 60 a 40 partes en peso de estireno; las partículas de interpolímero en el latex, tienen un diámetro medio de 0,1 a 0,5 micron.

20.

25.

287306



132.- Procedimiento de obtención de latex de interpolímero; tal y cómo queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de treinta y una hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

27 AGO. 1957

MONSANTO CHEMICAL COMPANY.

RODRÍGUEZ ACEBO Y MODET