

AÑO 1958

Expediente núm. _____



23 9784

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

23 9784

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCION** por **20** años, en España

a favor de

Röhm & Haas G. m. b. H., de nacionalidad

alemana domiciliado en **Darmstadt (Alemania)**

calle de ----- núm. --

por:

« **Procedimiento para la estabilización temporal de compuesto
monómeros polimerizados** »

Nº 5812

Agente Sr. de Morales Romero.

239784



MEMORIA DESCRIPTIVA que forma parte integrante de la PATENTE DE INVENCION, cuyo registro en el de la Propiedad Industrial se solicita en España, a favor de Röhm & Haas G.m.b.H., de nacionalidad alemana, domiciliados en Darmstadt (Alemania), por PROCEDIMIENTO PARA LA ESTABILIZACION TEMPORAL DE COMPUESTOS MONOMEROS POLIMERIZADOS.-

5 Como es sabido, es preciso que los compuestos monómeros fácilmente polimerizables se estabilicen-para impedir una polimerización no apetecida- cuando se tiene que almacenar o transportar y, en otros casos hasta para evitar dicha polimerización con ocasión de su fabricación. Para dicho fin han sido propuestas ya un gran número de substancias sin que hasta ahora estas substancias hayan cumplido todas las condiciones que se tienen ~~que~~ exigir de un estabilizador semejante. En primer lugar conviene que la polimerización del monómero quede impedida con toda la seguridad también a altas temperaturas o/y almacenamiento por largo tiempo. El estabilizador debe ser eliminable del monómero de una manera sencilla en el momento en que se desee llevar a cabo una polimerización y, además, es preciso que se consiga esta eliminación prácticamente sin pérdida de substancia. El estabilizador debe ser fácilmente soluble en el monómero y, simultáneamente, debe repartirse uniformemente por todo el monómero.. En la mayoría de los casos el compuesto estabilizador no debe volatilizarse a la temperatura de ebullición del monómero, de modo que se pueda destilar el compuesto polimerizable o, en otros casos, que pueda transformarse a altas temperaturas, verbigracia, que se le pueda convertir en otro ester apetecido. Otra ventaja se obtiene si la presencia o la falta del estabilizador puede localizarse visualmente, ésto es sin el empleo de apar

10

15

20



239784

ratos y sin otros medios auxiliares.

Los estabilizadores hasta ahora conocidos se separan, bien antes de la polimerización apetecida, mediante destilación del monómero, o bien se neutraliza su acción de modo que se efectúe la polimerización en presencia de los estabilizadores mediante adición de una adecuada cantidad del catalizador. Los inconvenientes inherentes a estos dos diferentes procedimientos son notoriamente conocidos por los expertos. En uno de los casos es inevitable la formación de un "residuo de destilación", equivalente a una importante pérdida de sustancia química o bien una polimerización no apetecida del monómero directamente a continuación de la destilación o bien dentro de la misma columna de destilación y -en otros casos- la destilación del monómero, juntamente con la del estabilizador. En el segundo caso se produce un cambio de color del polímero, cuyo inconveniente hace inservible este procedimiento para la fabricación de polimerizados en bloque óptimamente incoloros y transparentes como el vidrio. Además de esto, el grado de polimerización de un polímero así fabricado o el proceso de la polimerización del mismo es muy distinto al grado o al proceso de polimerización, respectivamente, correspondiente por ejemplo a la acción de un sólo acelerador radical.

Se ha descubierto ahora que determinados colorantes, a saber: los colorantes de indulina, son capaces por una parte de estabilizar de una manera destacada monómeros polimerizables y, por otra, llenar las condiciones que debe reunir un estabilizador con una perfección no alcanzada hasta ahora por ninguna de las sustancias propuestas para el mismo fin; los colorantes de indulina tiene, y ésto tanto en medios ácidos y neutrales como en medios alcalinos, un excelente efecto estabilizador aún en el caso de no emplearlos más que en canti-

-3- 239784

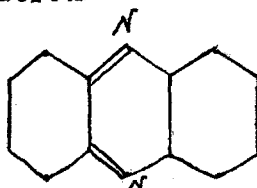


dades pequeñísimas, por ejemplo en cantidad de 1/1.000 %. Dichos colorantes se pueden separar de los monómeros de una manera muy sencilla con auxilio de sustancias absorbentes, preferentemente con tierra de blanquear; la presencia o ausencia del estabilizador puede averiguarse sin molestia alguna, y esto también para la concentración al, por ejemplo, 1/1.000% del citado estabilizador; al calentar a la temperatura de ebullición un compuesto monómero que precise una estabilización, esto es, cuando se efectúa una destilación o cuando se efectúan transformaciones químicas, por ejemplo la conversión de un éster en otro, los referidos colorantes no son volátiles.

Por el procedimiento de acuerdo con el invento, se pueden estabilizar, por ejemplo, los ácidos acrílico y metacrílico, así como los esteres de estos ácidos, amidos y nitrilos, estírol y éster vinílico y etílico.

Como ejemplo para los colorantes de indulina empleables en el sentido del invento, se indican aquí la rosindulina, la isorosindulina, la safranina, nigrosina y benzolindulina. Preferentemente las indicadas en último lugar se distinguen por un excelente efecto estabilizador y merecen que se les destaquen por la facilidad con que absorben la tierra de blanquear se menciona aquí especialmente las reducidas cantidades de tierra de blanquear que se necesita para la eliminación del colorante.

El que para la consecución del efecto pretendido resulta esencial la agrupación



particular a todas las indulinas, se deduce por la comparación de un colorante de indulina con los conocidos compuestos químicos de : hidroquinona, ácido pírico, azul de metileno,



cuyas sustancias químicas se conocen como estabilizadoras. El colorante mencionado en último lugar no tiene efecto estabilizador sobre los esteres ensayados a causa de su insolubilidad, pero es capaz de impedir lo cual no se puede entresacar de los datos de la tabla inserta a continuación por ejemplo la polimerización de los ácidos acrílico y metacrílico hasta un cierto grado.

Cada vez 1 litro de los siguientes monómeros exentos de peróxido ha sido expuesto a los mencionados estabilizadores a la concentración de 0,001 % dentro de una botella de vidrio a una temperatura de 75°. Se indica el tiempo transcurrido a partir del cual se efectuó una polimerización o bien el tiempo transcurrido después del cual los monómeros estaban aún en estado líquido.

Estabilizador.	metacrilato metílico.	metacrilato butílico.	acrilato metílico.	acrilato etílico.	acetato vinílico
Hidroquinona	después de 80 horas polímero	después de 120 horas polímero.	después de 100 horas polímero	después de 80 horas polímero	después de 500 horas monómero.
Acido pícrico.	después de 10 horas polímero.	después de 15 Horas polímero.	después de 10 horas polímero.	después de 10 horas polímero.	después de 40 horas polímero.
Azul de metileno..	insolubles después de 10 horas polímero.	insoluble después 10 horas polímero.	insoluble después 10 horas polímero.	insoluble después 10 horas polímero.	insolubles después 50 horas polímero.
Indulina (Base BBS)	después de 500 horas monómero.	después de 500 horas monómero.	después de 500 horas monómero.	después de 500 horas monómero.	después de 500 horas monómero.

5- 239784



La eficacia de los estabilizadores correspondientes al invento se documenta además con los siguientes datos:

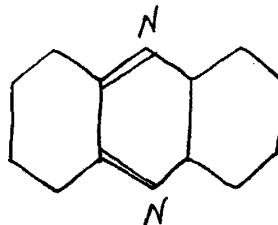
- Cada vez 50 Kgs. de
- ácido acrílico,
- 5 ácido metacrílico,
- ester metílico del ácido metacrílico,
- estilreno,

se han estabilizado, en bombonas de vidrio, con cada vez 0,002 % de inulina (inulina Base s B) y se han almacenado por espacio de tres meses, a la temperatura de locales cerrados. Ninguna de estas pruebas estuvo polimerizada.

Los monómeros se decoloraron con 0,5 % de tierra de blanquear y luego se polimerizaron con peróxido de benzoilo. El proceso de polimerización era normal. Ni el color, ni el grado de polimerización de los polímeros obtenidos se diferenció del color y grado de polimerización de aquellos polímeros que se obtuvieron de monómeros no almacenados.

REIVINDICACIONES.

PRIMERA.- Procedimiento para la estabilización temporal de compuestos monómeros polimerizables, caracterizado porque se disuelve en los monómeros ventajosamente una pequeña cantidad, que importa un 0,001 y hasta un 0,01 % de un colorante perteneciente a la clase de inulina y que presenta la agrupación



SEGUNDA.- Procedimiento, según reivindicación primera, para el cual no se debe conservar el efecto de estabilización más que temporalmente, caracterizado porque se separa el colorante de inulina de los monómeros por absorción, y preferentemente con auxilio de tierra de blanquear..



TERCERA.- PROCEDIMIENTO PARA LA ESTABILIZACION TEMPORAL DE
COMPUESTOS MONOMEROS POLIMERIZADOS.-

Todo tal y como se describe en la presente Memoria, que
consta de seis hojas foliadas, mecanografiadas y escritas
por una sola cara.

Madrid, 27 ENE 1958

RÖHM & HAAS G.M.B.H..

P.A..

J. de Rosall