

- 7 MAR. 1963



P - 23.877

Case.S 61/29

284472
284472

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

CERTIFICADO DE ADICION

formulada el 24 de enero de 1963, con el número 284472

en

ESPAÑA

a nombre de SOEWAY & CIE, entidad belga, establecida en 33,
Prince Albert, Ixelles, Bruselas, Bélgica, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL"
Nº 267.264, expedida el 14 de junio de 1961, por: "Un proce-
dimiento de fabricación de latex vinílicos"

5 El presente invento se refiere a un procedimiento de
preparación de latex con gruesas partículas de policloruro
de vinilo o de copolímeros a base de cloruro de vinilo por
polimerización en dos etapas, así como a los latex obteni-
dos conforme a dicho procedimiento.

10 Se sabe que los polímeros y los copolímeros de cloru-
ro de vinilo que se preparan dispersando el monómero o la
mezcla de monómeros en agua que contiene un agente emulsio-
nante y luego sometiendo la dispersión a la acción de un -
catalizador hidrosoluble y calor, se presentan en forma de

284472



latex de partículas de polímeros cuyas dimensiones estan comprendidas habitualmente entre 0,01 y 0,2 micras.

5 El polímero separado del latex es utilizado con frecuencia en forma de una dispersión en un plastificante que se designa con el nombre de pastas. Estas pastas se caracterizan por el hecho de que bajo la influencia del calor, pasan del estado líquido al estado de sólido elástico por el proceso conocido con la expresión de "fraguado en gel".

10 A fin de obtener pastas de poca viscosidad, y por lo tanto fáciles de tratar, es necesario que las dimensiones de las partículas de polímero en el seno del latex sean superiores a las que se pueden obtener por los procedimientos clásicos de polimerización en emulsión.

15 En la patente belga principal número 601.587 del 21-3-1961, se ha descrito un procedimiento de fabricación de latex con gruesas partículas de policloruro de vinilo o de copolímeros de cloruro de vinilo con otros monómeros polimerizables que comprende una primera etapa de polimerización en ausencia de emulsionante seguida de una segunda etapa de polimerización durante la cual el agente emulsionante es añadido de modo continuo. La característica de este procedimiento reside en la elección, en la primera etapa, de una temperatura superior a la que se observa en la segunda etapa. Estas temperaturas son de preferencia 60-65°C en la primera etapa y 50°C en la segunda etapa.

20 Operando según este procedimiento, se obtiene generalmente un latex cuyas partículas tienen dimensiones de 0,45-0,50 micras. Ahora bien, se pone de manifiesto que es preferible, durante la fabricación de pastas, disponer de latex cuyas partículas tienen dimensiones escalonadas de 0,2 a 1 micra.

30 La solicitante ha observado que se podían obtener tales -

284472



5 latex introduciendo una ligera modificación en el procedimiento descrito en la patente principal, a saber, la adición al comienzo de la polimerización del agente tensoactivo no iónico resultante de la condensación de una molécula del ácido esteárico con una molécula de sorbitol y cuatro moléculas de óxido de etileno.

10 El presente invento se refiere por lo tanto a un procedimiento de fabricación de latex con gruesas partículas de polícloruro de vinilo o de copolímeros de cloruro de vinilo con otros monómeros polimerizables que comprenden una primera etapa de polimerización en ausencia del emulsionante principal -
15 seguida de una segunda etapa de polimerización durante la cual dicho agente emulsionante es añadido de modo continuo, siendo la temperatura observada en la primera etapa de polimerización superior a la que se observa en la segunda etapa, caracterizado por que se añade al comienzo de la polimerización una pequeña cantidad del agente tensoactivo no iónico resultante de la condensación de una molécula de ácido esteárico -
20 con una molécula de sorbitol y cuatro moléculas de óxido de etileno.

Se opera de preferencia a 50-65°C. en la primera etapa de la polimerización y a 50°C en la segunda etapa.

25 El agente tensoactivo no iónico es añadido de preferencia en cantidades del orden de 0,2% en peso del peso del 0 de los monómeros empleados.

El efecto provocado sobre las dimensiones de las partículas del latex es específico del agente tensoactivo no iónico procedente de la condensación de una molécula de ácido esteárico con una molécula de sorbitol y cuatro moléculas de óxido de etileno.

30

284472



Los ejemplos siguientes estan dados a título ilustrativo.

Los ejemplos 2 y 3 muestran que el efecto observado es -
propio del agente tensoactivo no iónico definido más arriba.

Ejemplo 1

5 En un autoclave de 5 L, se introducen 1000 gr. de agua -
destilada y 2 gr del agente tensoactivo no iónico producido -
por condensación de una molécula de ácido esteárico con una mo-
10 lécula de sorbitol y cuatro moléculas de óxido de etileno. Se
elimina una parte del oxígeno contenido en el autoclave reali-
zando allí un vacío parcial por medio de una bomba de vacío.
Se añaden 1000 gr. de cloruro de vinilo, 1 gr. de amoniaco en
forma de solución amoniacal y se eleva la temperatura en el se-
no del autoclave a 60°C, añadiendo los reactivos a velocidad
constante.

15 Se añade luego 0,4 gr. de persulfato amónico a título de
catalizador de polimerización.

Despues de 30 minutos a contar desde el momento de la in-
troducción del catalizador, se lleva la temperatura a 50°C y se
comienza a introducir una solución acuosa de laurilsulfato de
20 sosa al 3%. Se introducen 10 gr. de emulsionante en 3 h.

Despues de 7-8 h de reacción, el grado de conversión del
cloruro de vinilo en policloruro de vinilo es de aproximadamen-
te 95%. Se obtiene un latex estable que contiene aproximadamen-
te 40% de materia sólida.

25 Este latex es una suspensión acuosa coloidal de partícu-
las esféricas de polícloruro de vinilo. Los diámetros de estas
partículas, determinados al microscopio electrónico, estan esca-
lonados de 0,2 a 1,0 micra.

Ejemplo 2

30 Se polimerizan 1.000 gr. de cloruro de vinilo en las mis-

284472



mas condiciones que en el ejemplo 1 pero se sustituye el agente tensoactivo no iónico citado por otro agente tensoactivo no iónico formado por la condensación de una molécula de ácido esteárico con cinco moléculas de óxido de etileno.

5 El grado de conversión en polímero es de 95% después de 8 h de polimerización.

Las partículas del latex están escalonadas de 0,2 a 0,35 micras.

Ejemplo 3

10 Se polimerizan 1.000 gr. de cloruro de vinilo en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, pero se sustituye el agente tensoactivo no iónico por monoestearato de sorbitan.

El grado de conversión en polímero es de 95% después de 7 h de polimerización.

15 Las partículas del latex están escalonadas de 0,1 a 0,25 micras.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Bélgica, el 25 de Enero de 1962, bajo el núm. 489.035, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de este ler. Certificado de Adición en España, son los siguientes:

25 1.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 267.264, por un procedimiento de fabricación de latex en partículas grandes de poli (cloruro de vinilo) o de copolí-

284472



mero de cloruro de vinilo con otros monómeros polimerizables, que comprenden una primera etapa de polimerización en ausencia del emulsionante principal seguido de una segunda etapa de polimerización durante la cual dicho agente emulsionante es añadido de manera continua, siendo la temperatura observada en la primera etapa de polimerización superior a la que se observa en la segunda etapa, caracterizado porque se añade, - al comienzo de la polimerización, una pequeña cantidad del agente tensioactivo no iónico que resulta de la condensación de - una molécula de ácido esteárico con una molécula de sorbitol y cuatro moléculas de óxido de etileno.

2.- Mejoras según el punto 1, caracterizadas porque se añade, al comienzo de la polimerización 0,2% en peso del peso del o de los monómeros del agente tensioactivo no iónico resultante de la condensación de una molécula de ácido esteárico con una molécula de sorbitol y cuatro moléculas de óxido de etileno.

3.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 267.264.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 7 MAR. 1963

P.A.

Alberto de Eizaburu
Por Poder

~~AN~~