



289891

PATENTE DE INVENCION

Your Case No. 31312/S-502.

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento de polimerización de cloruro de vinilo".

*Solicitante:* MONSANTO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana, residente en 800 North Lindbergh Boulevard, St. - Louis 66, Missouri, EE.UU. de A.

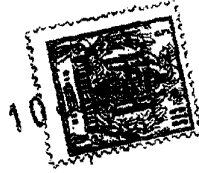
=====

Este invento se refiere a la polimerización de cloruro de vinilo en suspensión. Más especialmente, este invento se refiere a un procedimiento para perfeccionar las características de mezcla en seco y otras propiedades físicas de do -

5.

289891

- 2 -



ruro de polivinilo preparado por polimerización en -  
suspensión.

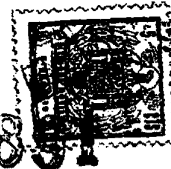
- Esta solicitud es una continuación, en parte,  
de la solicitud americana de los mismos solicitantes  
pendiente número de serie 213.563, presentada -  
5. el 10 de julio de 1962, juntamente con otra de los -  
mismos solicitantes depositada el 10 de junio de -  
1963.

- En muchas aplicaciones, los polímeros de clo  
10. ruro de vinilo se utilizan en forma plastificada. Co  
mo resultado, los polímeros de cloruro de vinilo con  
venientes son los que se disuelven fácilmente con -  
plastificantes líquidos y formas polvos plastifica -  
dos de circulación o fluencia libre. Estas "mezclas  
15. secas" son especialmente útiles para la obtención de  
artículos por moldeo, y para el moldeo por inyección.

- La sola absorción del plastificador sobre la  
superficie de las partículas de polímero es indesea-  
ble, ya que una gran extensión superficial solo pue-  
20. de proporcionarse por una partícula extremadamente -  
pequeña que adolece de distintos inconvenientes para  
su manejo. Consiguiente, se prefieren partículas gran  
des y porosas.

- Dado que la porosidad de las partículas de -  
25. polímero disminuye en el curso de la polimerización,  
con conversión creciente del monómero, ha constituí-  
do una práctica corriente el interrumpir la polimeri  
zación prematiramente, por ejemplo a una conversión  
de 75-80%, y recuperar el monómero no polimerizado,  
30. obteniendo así una porosidad deseada. Este procedi -

289851



- miento no es seguro, es insuficiente y lento ya que es difícil de establecer el momento preciso en que ha de empezar la separación del monómero del reactor. Además, tanto el tiempo preciso para la retirada como la cantidad de monómero no polimerizado, reducen la capacidad del reactor, de modo apreciable.
5. Así pues, un objeto de este invento es proporcionar composiciones de polímero de cloruro de vinilo, dotadas de propiedades físicas mejoradas.
10. Otro objeto de este invento es proporcionar composiciones de polímero de cloruro de vinilo, dotadas de características perfeccionadas de manejo en seco.
15. Otro objeto de este invento es proporcionar polímeros de cloruro de vinilo granulares y porosos de un tamaño de partículas uniforme, buena estabilidad térmica y buenas propiedades eléctricas.
20. Otro objeto de este invento es proporcionar un método para obtener polímeros de cloruro de vinilo granulares y porosos de tamaño uniforme de partículas, buena estabilidad térmica y buenas propiedades eléctricas, prácticamente con la conversión completa del monómero en un sistema de suspensión acuosa.
25. Estos y otros objetos se consiguen realizando la polimerización en suspensión del cloruro de vinilo en agua, en presencia de (1) uno o más coloides no-iónicos solubles en agua hidrófilos por sí mismos o en combinación con ésteres dispersables en agua o alcoholes polihídricos y (2) un persulfonato
- 30.



acílico de la estructura.



5. en la que R se elige de la clase constituida por radicales alquílicos y cicloalquílicos de 5 a 8 átomos de carbono y R' se escoge de la clase constituida por radicales alquílicos primarios, secundarios y terciarios, de uno a 4 átomos de carbono.

10. Los ejemplos siguientes se facilitan como aclaración de este invento y no se trata de que lo limiten. Donde se mencionan partes, de no advertirse lo contrario, son partes ponderales.

EJEMPLO 1 - En un recipiente de presión, provisto de agitador y de medios para regular la temperatura, se carga:

15. 1480 partes de agua  
1,5 partes de metil-hidroxiopropilcelulosa - (5,5-7% de contenido hidroxipropílico y 22-20% de metoxilo).

2 partes de glucóxido dilaurato de metilo.

20. La mezcla resultante se calienta a 50°C y se purga el aire del recipiente por medios adecuados de evacuación.

25. Después de evacuar prácticamente todo el aire, se agregan 1.000 partes de monómero de cloruro de vinilo, mientras se mantiene la agitación continua, y se controla la temperatura de reacción a 50 ± 0,5°C. A continuación se añaden al reactor una solución de 0,40 partes de persulfonato de acetyl ciclohexano en una parte de tetracloroetano.

30. Como se indica una caída de presión en el -



reactor a 2,10 Kg/cm<sup>2</sup> la polimerización es esencialmente completa después de 6 horas de duración de la misma.

5. Después de dejar escapar del reactor el monómero no convertido, se filtra la lechada. Aproximadamente se obtienen 920 partes de una resina granular de una viscosidad específica de 0,539 (0,42% en ciclohexanona a 25°C). La resina atraviesa el 100 % un tamiz de 40 mallas y se comprueba que tiene una porosidad en sus partículas de 0,290 ml/g determinada por la penetración de mercurio con un porosímetro Aminco Winslow (American Instrument Co. JNC).

10. EJEMPLO 2 - En un reactor de presión provisto de condensador de reflujo, revestimiento de refrigeración y agitador, se cargan:

1.000 partes de agua.

2,4 partes de alcohol polivinílico (Gelvatol 20-60).

15. El aire se elimina prácticamente del recipiente de reacción y se añaden a continuación 1.000 partes de cloruro de vinilo. La temperatura se ajusta a continuación a 50°C y se agregan 1,4 parte de persulfonato de acetyl ciclohexano disueltas en dos partes de tetracloruro de carbono. A esta concentración de peróxido, la polimerización es prácticamente completa al cabo de 90 minutos. Después de la ventilación y la filtración, se obtiene una resina granular de viscosidad específica 0,520 y partículas de una porosidad de 0,13 ml/g.

20. EJEMPLO 3 - En un recipiente de presión se cargan

25. -

30. -



los materiales siguientes:

289891

- 1.500 partes de agua.
- 1,5 partes de alcohol polivinílico (hidrolizado el 82%).
5. 2,0 partes de monolaurato de sorbitan.
- 1.000 partes de monómero de cloruro de vinilo.
- 0,7 partes de persulfonato de acetyl metil - ciclohexano.
10. La temperatura se mantiene a 45°C durante 5 horas. Al final de este tiempo, la polimerización es esencialmente completa. La lechada se filtra, se lava con agua y se seca a 50°C. Se obtienen aproximadamente 943 partes de resina granular de una viscosidad específica de 0,641 y partículas de una porosidad 0,380 ml/g.
15. EJEMPLO 4 - La polimerización del monómero de cloruro se realiza como en el ejemplo 1, excepto que se utiliza persulfonato de acetyl hexano, en lugar del persulfonato de acetyl ciclohexano. La polimerización es esencialmente completa después de 4,5 horas. Después de la filtración, lavado y secado, se obtiene una resina granular de una viscosidad específica de 0,531 y partículas de una porosidad de 0,282 ml/g.
20. EJEMPLO 5 - La polimerización del monómero del cloruro de vinilo se realiza como en el ejemplo 1, excepto la utilización de persulfonato de acetyl heptano al 0,04 % en lugar del persulfonato de acetyl ciclohexano. La polimerización se interrumpe después de
25. 2,3 y 4 horas por la adición de un inhibidor de po-
- 30.



limerización. El porcentaje de conversión de monómero después de estos periodos respectivos de tiempo se comprueba que es el siguiente.

	<u>Tiempo de polimerización (horas)</u>	<u>% de conversión</u>	<u>% medio por hora</u>
5.	2	32.8	16.4
	3	50.5	16.8
	4	66.1	16.5
	5	83.0	16.6
	6	92.0	15.3

10. Como indican los datos de conversión, se consigue un grado de polimerización más uniforme a 50°C, con estos iniciadores y agentes de suspensión, a diferencia de los iniciadores convencionales y otros tipos de agentes de suspensión, o sea, iónicos. El empleo de iniciadores convencionales, tales como
15. peróxido de lauroilo, de benzoilo, de 2,5-diclobenzolilo, o azodisobutironitrilo, proporciona una curva sinusoidal de proporciones o ritmos o sea la aceleración de la polimerización hasta la conversión del 80%.
20. El grado no uniforme de polimerización requiere un control de temperatura muy sensible, para la conservación de una temperatura constante de polimerización.
- EJEMPLO 6 - La polimerización del monómero de cloruro de vinilo se realiza como en el ejemplo 3, a 45°C excepto que se utiliza persulfonato de acetilciclohexano al 0,033 % en lugar del persulfonato de acetil metil ciclohexano. La polimerización es esencialmente completa después de 16 horas.
- 25.
30. Con objeto de conseguir el mismo grado de po-



limerización a estas temperaturas se precisa una cantidad de peróxido de laurilo de 0,78%, ó más de 20 veces.

EJEMPLO 7 - Se cargan en un reactor de presión:

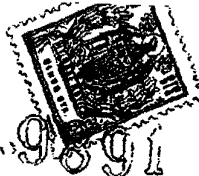
5. 1.500 partes de agua  
1,5 partes de metil hidroxipropil celulosa  
2,0 partes de monolaurato de sorbitan  
3,3 partes de persulfonato de acetil ciclohexano(sólido).
10. La temperatura se mantiene por debajo de 30°C, y el reactor se purga prácticamente de oxígeno, por eliminación repetida y elevación de presión con vapor de cloruro de vinilo, después de lo cual se cargan 1.000 partes de monómero líquido de cloruro de vinilo. La temperatura se conserva a 30°C durante 7 horas después de las cuales la conversión es prácticamente completa. Se obtienen aproximadamente 915 partes de resina granular de una viscosidad específica de 1,008 y de partículas de una porosidad de 0,625 ml/g.
- 15.
- 20.

Ejemplo 8 - Se sigue el procedimiento del

- ejemplo 7, excepto el empleo de 6,7 partes de persulfonato de acetil metil ciclohexano, en lugar del persulfonato de acetil ciclohexano, y la polimerización se realiza a 20°C, en lugar de 30°C. Se consigue una conversión en monómero del 90%, después de 8 horas de tiempo de polimerización. La resina granular que se obtiene, tiene una viscosidad específica de 1,595 y partículas de una porosidad de 0,652 ml/g.

30. EJEMPLO 9 - Se sigue el procedimiento del ejemplo 7,

28.9891



- excepto el empleo de 1,7 partes de persulfonato de acetil ciclohexano, en lugar de 3,3 partes como en el ejemplo citado y la polimerización se realiza a 25°C y no a 30°C. La polimerización es esencialmente completa al cabo de 24 horas y se obtiene una resina de una viscosidad específica de 1,375.
5. EJEMPLO 10 - En un reactor de presión se cargan - 1.600 partes de agua 1,5 partes de metil hidroxipropil celulosa, 2 partes de monolaurato de sorbitan y 2,4 partes de peróxido de lauroilo.
10. El reactor se purga de oxígeno por retirada repetida y elevación de presión con vapor de cloruro de vinilo, después de lo cual se añaden 1.000 partes de monómero de cloruro de vinilo líquido.
15. La polimerización se realiza a 50°C durante 16 horas, después de las cuales la polimerización es esencialmente completa. Este periodo es considerablemente más prolongado que el tiempo preciso en el ejemplo 1 para la polimerización completa, a pesar de usarse una concentración mucho más elevada de iniciador de polimerización. Se obtienen 920 partes aproximadamente de una resina granular de una viscosidad específica de 0,530 y de partículas de una porosidad de 0,252 ml/h. Después de la adición de 2 partes de dibutilestano, se transforman en planchas, en molinos de rodillos a 185-195°C. Cien partes de cada una de las resinas obtenidas de acuerdo con los ejemplos 7 a 10. Las muestras de ensayo se moldean en una prensa a 205°C, para determinar las propiedades físicas.
- 20.
- 25.
- 30.



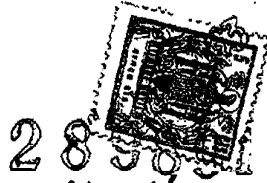
289891

Propiedades	VII	VIII	IX	X
	Temperatura 30°C	polimerización 20°C	polimerización 25°C	polimerización 50°C
Resistencia a la tensión kg/cm <sup>2</sup> a la relajación.	551,9	548,4	548,4	543,5
5. A la rotura	7300	7620	7670	7170
Elongación % a la relajación.	4.6	4.9	4.8	4.4
A la rotura kg/cm <sup>2</sup>	120	124	144	129
10. módulo x 10 <sup>5</sup>	0,239	0,239	0,239	0,239
temperatura de - termodistorsión 20 a 185,6 kg/cm <sup>2</sup>	7,64	75,0	75,5	70,3

15. EJEMPLO 11 - Se sigue el procedimiento del ejemplo, 1, excepto la utilización de 0,5 partes de persulfato de acetil decalino, en lugar de la 0,4 partes de persulfonato de acetil ciclohexano. Como en el ejemplo 1, se obtiene una resina granular de una viscosidad específica de 0,539 aproximadamente y una porosidad de alrededor de 0,29 ml/g.

20. EJEMPLO 12 - Se sigue el procedimiento del ejemplo 1, excepto el empleo de 0,75 parte de persulfonato de acetil octadecano en lugar de 0,4 partes de persulfonato de acetil ciclohexano. Como en el ejemplo 1, se obtiene una resina granular de una viscosidad específica de 0,539 aproximadamente, y una porosidad de alrededor de 0,29 ml/g.

30. Como al principio se indicó, los objetivos de este invento se consiguen llevando a cabo la polimerización de cloruro de vinilo en agua en presencia de (1) coloides hidrófilos solubles en agua,



no-iónicos, por sí mismos o en combinación con ésteres dispersables en agua de alcoholes polihídricos y (2) un persulfonato acílico de la estructura



5. en la que R se elige de la clase constituida por radicales alquílicos y cicloalquílicos de 5 a 18 átomos de carbono, y R' se escoge de la clase constituida por radicales alquílicos primarios, secundarios y terciarios de 1 a 4 átomos de carbono. Con respecto a R', se prefiere el radical primario o metílico. Son ejemplos típicos de radicales R el ciclohexilo, el metilciclohexilo, n-heptilo, n-hexilo y similares.
- 10.

Con la excepción de la nueva característica de realizar la polimerización en presencia de (1) - coloides hidrófilos solubles en agua, no-iónicos y (2) un persulfonato acílico de la estructura



20. en la que R se elige de la clase constituida por radicales alquílicos y cicloalquílicos y R' se elige de la clase constituida por radicales alquílicos primarios, secundarios y terciarios, el procedimiento a que este invento se refiere es un procedimiento convencional de polimerización en suspensión. Así, el cloruro de vinilo se polimeriza con agitación y en una atmósfera exenta de oxígeno, en presencia de los agentes de suspensión anteriores y de los catalizadores indicados, a temperaturas corrientemente del orden de 20 a 70°C, con preferencia de 40 a 60°C, bajo presión. La cantidad de agua empleada es tal que
- 25.
30. la relación agua/monómero es del orden de 1 : 1 a -



9 : 1, corrientemente alrededor de 1 : 1 a 2:1.

- El empleo de los agentes de suspensión y catalizadores preparados de este invento, dá lugar a resinas granulares de partículas de tamaño uniforme de una porosidad del orden de 0,05 a 1,0 ml/g.
5. El empleo de persulfonato de acetil ciclohexano y de los demás persulfonatos acílicos antes indicados, contribuye también a las elevadas velocidades de polimerización en relación con los demás catalizadores convencionales, y con una cantidad inferior de catalizador necesario. Se obtienen ciclos de polimerización más rápidos, a la vez que se produce un polímero decididamente superior en cuanto a resistencia y a decoloración térmica. Este resultado
10. altamente deseable se debe a la cantidad reducida de residuo de catalizador que permanece en el producto, en comparación con los iniciadores convencionales de polimerización. La cantidad de catalizador puede variar ventajosamente entre 0,01 y 3 % en peso del monómero, según la temperatura y el ritmo de polimerización deseado. Entre los límites preferidos de 0,015 y 0,045 %, pueden obtenerse resultados óptimos de los catalizadores, en la producción de una resina de estabilidad térmica
15. notable.
- 20.
- 25.

Además de contribuir al control del tamaño y de la porosidad de las partículas, el empleo de coloides hidrófilos, solubles en agua y no-iónicos, bien por sí mismos o en combinación con ésteres dispersables en agua, de alcoholes polihídricos,

30.



sirve para obtener resinas de buena estabilidad térmica y perfectas propiedades eléctricas.

Como coloides hidrófilos solubles en agua y no-iónicos, se consideran las sustancias que no io-

5. nizan al disolverse en agua y, por tanto, no son ácidos bases ni sales. Los coloides preferidos contienen una multiplicidad de grupos hidroxilo y/o éter, tales como derivados de polisacáridos o polímero sintéticos tales como alcohol polivinílico, solubles en agua a temperaturas inferiores a 65°C, y
10. contienen grupos organofílicos suficientes para promover la adsorción en las entrefases entre las gotitas de cloruro de vinilo y el agua. Son ejemplos de este tipo de material los ésteres de celulosa tales como la metil hidroxil propil celulosa, o ésteres polivinílicos incompletamente hidrolizados tales como alcohol polivinílico de un grado de hidrólisis comprendido entre 60 y 99% y con más preferencia, entre 70 y 88%, o una cantidad equivalente
15. de otros ésteres polivinílicos de ácidos orgánicos mono carboxílicos. Son ésteres adecuados de alcoholes polivinílicos por ejemplo, los ésteres saturados o insaturados de ácidos grasos, de glicol etilénico o propilénico o de sus polímeros, o desorbitol
20. manitol o sus éteres "interiores", glicerol, pentaeritritol, etc. que tienen esterificados o acilados menos de la mayoría de los grupos hidroxilo del alcohol polihídrico.
- 25.

EJEMPLO 13 - El procedimiento del ejemplo 1 para la

30. polimerización del monómero de cloruro de vinilo se

289891



realiza para cada uno de los agentes de suspensión que figuran en la Tabla I en lugar de la metil hidroxipropil celulosa y del glucósido dilaurato de metilo. El porcentaje de agente de suspensión utilizado en cada caso, está basado en el peso del monómero, y se indica en la Tabla I. La conversión de monómeros en todos los casos, fué superior al 90%. Los ensayos experimentales de la Tabla I indican el efecto de los distintos agentes de suspensión sobre la porosidad de las partículas de las resinas granulares. Por porosidad se indica el volumen medio de poros en mililitros por gramo de las partículas separadas, a un diámetro de poros comprendido entre 0,05-5 micrones. El diámetro medio de los poros se calcula partiendo de un volumen de poros sobre la base de poros comprendidos entre 0,05-5 micrones medido por penetración de mercurio, utilizando un porosímetro Aminco Winslow.

TABLA I

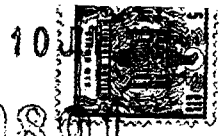
Porosidad de Partículas

Experi- mento Nº	Agente de sus- pensión.	% de Agente de suspensión sobre la Base de peso de mo nómero.	Porosidad de Partículas (Diámetro de los po- ros 0,05-5 micrones)	
			Volumen medio de poros, ml/g	Diámetro de los poros, micrones.
20.	1 Alcohol poli- vinílico, 98% hidrolizado - (ver nota 1)	.24%	.087	.25
25.	2 Alcohol polivi- nílico, 82 % hi- droilizado (ver nota 2)	.24%	.173	.22
30.				

10  
289891



3	alcohol polivinílico, 82 % hidrolizado (ver nota 2).	.15%	.210	.30
5.	Monocestearato de glicerol	.20%		
4	Metil hidroxi propil celulosa (ver nota 3)	.15%	.375	.70
	Monocestearato de glicerol	.20%		
10.	5 Alcohol polivinílico 82% hidrolizado (ver nota 2)	.15%	.387	.86
	monolaurato de sorbitan	.20%		
15.	6" metil-hidroxi propil celulosa	.20%	.213	.40
	Monocestearato de glicerol	.20%		
20.	7" Metil-hidroxi propil celulosa	.20%	.220	.1.0
	Glucósido dilaurato de metilo	.20%		
	8" Metil-hidroxi propil celulosa	.20%	.167	.44
25.	9 Alcohol polivinílico 82% hidrolizado (ver nota 2)	.15%	.434	.90
	Monolaurato de sorbitan	.20%		



	10	Alcohol polivinílico 88% hidrolizado (ver nota 4)	.15%	.390	.82
5.		Monolaurato de sorbi- tan	.20%		
	11	Metil-hidroxi propil celulosa	.15%	.370	.68
		Glucósido dilaurato - de metilo	.20%		
10.	12	Metil-hidroxi propil celulosa	.15%	.370	.90
		Monolaurato de sorbi- tan	.20%		
15.	13	Alcohol polivinílico - 88% (hidrolizado (ver nota 4)	.24%		
		a) Conversión 13,8 %		.825	1.10
		b) Conversión 24,1 %		.812	.90
		c) Conversión 56,8 %		.350	.27
20.		d) Conversión 94,8 %		.175	.27

Nota 1 - Alcohol polivinílico, solución acuosa 4%  
20°C, 52 centipoises.

Nota 2 - Alcohol polivinílico, solución acuosa 4%,  
20°C, 40 centipoises.

25. Nota 3 - 5,5-7 hidroxilo propilo, 22-23% metoxilo,  
solución acuosa 2%, 20°C, 100 centipoises.

Nota 4 - Alcohol polivinílico, solución acuosa 40%  
20°C, 22 centipoises.

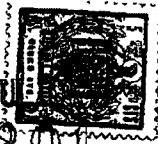
30. " - Relación agua/monómero, 200 = 100 sobre -  
base peso.



- El 100 por 100 de todas las resinas anteriores atraviesan el tamiz de 60 mallas (sociedad americana de Ensayo de Materia) (abertura 250 micrones). Los resultados como se indican en la tabla I, demuestran la acusada diferencia en la porosidad de las partículas, con las variaciones en el tipo de agente de suspensión. En el experimento número 1, se utiliza como agente de suspensión un alcohol polivinílico que contiene grupos no organofílicos esencialmente (98 % hidrolizado). Las partículas de resina, en este caso, son casi impermeables y absorben plastificante solamente después de una mezcla prolongada y a una temperatura aumentada. Consiguientemente, cuando se utiliza alcohol polivinílico como agente de suspensión, el grado de hidrólisis ha de ser inferior a 88% y, mas preferentemente, ha de ser del orden de 70 a 88%. La cantidad de alcohol polivinílico, puede variarse entre amplios límites; por ejemplo, entre 0,03 y 1,0 por peso de monómero y, más preferiblemente de 0,05 a 0,5 %. Como se indica en la Tabla I anterior, la metil-hidroxi propil celulosa producirá resina de buenas porosidades. Este agente de suspensión puede usarse también entre amplios límites, tales como 0,03 a 1 % en peso de monómero, y más preferiblemente, 0,05 a 0,5 %.

- La metil-hidroxi propil celulosa preferida, es la que tiene un contenido de metil de 19 a 30% y un contenido de hidroxi-propil de 4 a 12 %, que formará una solución acuosa al 2 % con una viscosidad de 20 a 2.000 centipoises aproximadamente, a 20°C.

10 JUL 1951  
289891



Pueden obtenerse también buenos resultados, en una dispersión que contenga, además del coloide hidrofílico, 0,02 a 1, y con preferencia de 0,05 a 0,5% en peso de monómero, de un alcohol polivinílico que

5. tenga acilados menos de la mayoría de sus grupos - hidroxilo.

Otro factor que influye en la porosidad de las partículas, además de la conversión de monómeros y del tipo de agente de suspensión, es la temperatura de polimerización. Como indican los experimentos del ejemplo 14, la porosidad de las partículas disminuye al aumentar la temperatura de polimerización, en condiciones comparables con respecto a la conversión de monómero y sistema de suspensión.

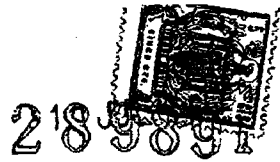
10. EJEMPLO 14 - El procedimiento del ejemplo 1, para la polimerización de monómero de cloruro de vinilo, se aplica a cada uno de los agentes de suspensión - indicados en la tabla 2, con la excepción de que el porcentaje de agente de suspensión utilizado como se

15. indica en esta última tabla se basa sobre el peso de monómero y la temperatura de polimerización es -

20. como se indica en dicha tabla.

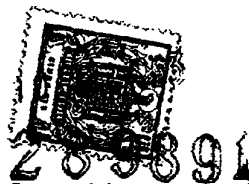
TABLA II

Experi- mento Nº	Agente de suspensión	% porcenta- je de agente de suspen- sion sobre- la base del peso monómero	Temperatu ra de po- limeriza- ción, 2C	Porosidad de las partículas (Diámetro de los po- ros, 0,05-5 micrones):	
				Volumen de ml/g	Diámetro de los poros, medio de micrones
14	Alcohol poli- vinílico, 82%				
30.	hidrolizado	(a) 0.24%	60º	0,060	---



(b)	0.24%	50°C	0.193	0.22
(c)	0.24%	40°C	0.333	0.50

- 15 Metil hidroxi propil -  
celulosa (a) 0.15% 50°C 0.375 0.74  
Monoestearato de glicerol (0,20%) (b) 0.20% 45°C 0.520 0.81
- 10. 16 Metil-hidroxi propil celulosa (a) 0.15% 50°C 0.370 0.90  
Monolaurato de sorbitan (0,20%). (b) 0.15% 45°C 0.527 1,2
- 15. Cuando la temperatura de polimerización se aproxima a la temperatura de distorsión térmica, del polímero, ligeramente inflado por monómero, resulta mayor la presencia de partículas impermeables y hialinas. Luego es posible, con el persulfonato de acetil-ciclohexano mas energicamente activo y/o sus análogos, como iniciador, polimerizar a temperaturas inferiores sin pérdida de capacidad del reactor, y obtener ventajas con respecto a la porosidad de las partículas y, por tanto, a la capacidad de mezcla en seco de la resina. Para obtener un polímero de peso molecular inferior y compensar el efecto creciente de una temperatura de polimerización mas baja, sobre el peso molecular, puede usarse, si así se desea, un agente de cambio de cadenas, tal como un hidrocarburo alifático hidrogenado.
- 20.
- 25.
- 30.



- Aunque este invento se ha descrito con referencia especial a la homopolimerización de cloruro de vinilo, es también aplicado a la copolimerización del cloruro de vinilo con hasta una proporción igual en peso de uno o más monómeros copolimerizables, por ejemplo, maleato de dietilo, otros maleatos dialquílicos, fumaratos dialquílicos, etileno, acetato de vinilo, cloruro de vinilideno, acrilonitrilo, acrilato de metilo, y otros acrilatos alquílicos, etc.
- 5.
10. Si se desea, la polimerización puede realizarse en presencia de aditivos, tales como polímeros previamente formados, tales como cauchos natural y sintético, cargas, colorantes, etc.
15. Es evidente que en los productos y procedimientos antes indicados pueden introducirse muchas variaciones sin separarse del espíritu y alcance de este invento.

N O T A

20. Descritiva 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. También se hace constar que el invento corresponde a unas solicitudes de patente presentadas en EE.UU. de A., con fecha 10 de julio de 1962 y 10 de junio de 1963, bajo los números 213.563 y respectivamente, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del -
- 25.
- 30.

referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España: "Procedimiento de polimerización de cloruro de vinilo", caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- "Procedimiento de polimerización de cloruro de vinilo", caracterizado por comprender - el aplicar la polimerización del monómero de cloruro de vinilo en suspensión acuosa, en presencia de (1) un coloide hidrófilico, soluble en agua, no iónico y (2) un persulfonato acílico de estructura,
10. 
$$R - SO_2 - O - O - COR'$$
 en la que R se elige de la clase constituida por radicales alquílicos y cicloalquílicos, y R' se escoge de la clase constituida por radicales alquílicos primarios, secundarios y terciarios.
15. 2ª.- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque el coloide hidrofílico, soluble en agua y no-iónico es el alcohol polivinílico.
20. 3ª.- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque el coloide hidrofílico, soluble en agua, y no-iónico, es la metil-hidroxi -- propil celulosa que tenga un contenido de metoxilo de 19 a 30% en peso, y un contenido de hidróxi propil de 4 a 12% en peso.
25. 4ª.- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque el persulfonato acílico es el persulfonato de acetyl ciclohexano.
30. 5ª.- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque el persulfonato acílico es el persulfonato de acetyl metil ciclohexano.



- 6a. Procedimiento según reivindicación 1, -  
caracterizado porque el persulfonato acílico es per-  
sulfonato de acetyl heptano.
5. 7a. Procedimiento según la reivindicación 1,  
caracterizado porque el persulfonato acílico es per-  
sulfonato de acetyl hexano.
10. 8a. Procedimiento de polimerización de clo-  
ruro de vinilo, caracterizado por comprender el rea-  
lizar la polimerización del cloruro de vinilo monó-  
mero, en suspensión acuosa y en presencia de (1) -  
una dispersión que contenga un coloide hidrofílico,  
soluble en agua y no-iónico, y un ester de un alco-  
hol, polihídrico, y (2) un persulfonato acílico de -  
estructura en
15. 
$$R - SO_2 - O - O - COR'$$
  
en la que R se elige de la clase constituida por ra-  
dicales alquílicos y cicloalquílicos, y R' se esco-  
ge de la clase constituida por radicales alquílicos  
primarios, secundarios y terciarios.
20. 9a. Procedimiento según reivindicación 8, -  
caracterizado porque el alcohol polihídrico de dicha  
dispersión, tiene, esterificados, menos de la mayo-  
ría de sus grupos hidroxilo.
25. 10. Procedimiento de polimerización de clo-  
ruro de vinilo caracterizado por comprender el rea-  
lizar la polimerización en suspensión acuosa del -  
cloruro de vinilo monómero, en un sistema cerrado -  
purgado de aire, en el que la relación ponderal -  
agua: monómero es del orden de 1..1 a 2..1, y a -
30. una temperatura comprendida entre 40 y 60°C, en pre

28985



sencia de (1) un coloide hidrófilo, soluble en agua y no-iónico, y (2) un persulfonato acílico de estructura



5. en la que R se elige de la clase constituida por radicales alquílicos y cicloalquílicos, y R' se escoge de la clase constituida por radicales alquílicos primarios, secundarios y terciarios.

10. 11. Procedimiento, según reivindicación 10, caracterizado porque el persulfonato acílico contiene de 0,015 a 0,045 % en peso del monómero citado.

12. "Procedimiento de polimerización de cloruro de vinilo"; tal y como queda substancialmente descrita en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 23 hojas escritas a máquina por una sola cara.

MADRID,  
MONSANTO CHEMICAL COMPANY,

J. GOMEZ ACEBO Y NOBES

19 MAR 1965  
*[Handwritten signature]*