

531630

P.- 32.910

S. 65/38



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

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

"PROCEDIMIENTO DE POLIMERIZACION DEL CLORURO DE VINILO EN
SUSPENSION ACUOSA PARA LA OBTENCION DE UNA RESINA QUE SE
PRESENTA BAJO FORMA DE GRANOS DE POROSIDAD ELEVADA"

=====

El presente invento concierne a un procedimiento
para la polimerización del cloruro de vinilo para la obten
ción de una resina que se presenta bajo forma de granos de
porosidad elevada.

5 Para un buen número de aplicaciones, el poli(cloru
ro de vinilo) debe ser plastificado antes de ser empleado;
es necesario por lo tanto que pueda absorber una dosis a ve
ces elevada de plastificante.

10 En el caso de un polímero obtenido por polimeriza
ción en suspensión acuosa, y que se presenta bajo forma de



granos, se sabe que la absorción del plastificante está ligada con la porosidad de los granos. Cuando se desea que la resina absorba rápidamente una cantidad importante de plastificante, es necesario utilizar una resina que se presente bajo forma de granos suficientemente porosos.

5

cuando se trabaja en suspensión acuosa en presencia de agentes dispersantes bien conocidos, no se llega a efectuar la polimerización en condiciones convenientes mientras al mismo tiempo se obtiene el polímero bajo forma de granos que presentan una porosidad elevada.

10

Determinados agentes dispersantes provocan incrustaciones o depósitos excesivos y pueden dar lugar a fraguados o aglomeraciones de la masa. Otros conducen a productos coloreados o termicamente inestables.

15

Finalmente, numerosos agentes dispersantes conocidos tales como por ejemplo el poli(alcohol vinílico) y los polímeros de la vinil pirrolidona o sus copolímeros con el acetato de vinilo o la acril-amida proporcionan productos de granos densos, la mayor parte de las veces esféricos y que no presentan más que una porosidad insuficiente para determinadas aplicaciones.

20

La firma solicitante ha comprobado que la utilización de determinados copolímeros particulares de la vinil pirrolidona permite evitar todos estos defectos y obtener en buenas condiciones una resina que se presenta bajo forma de granos de porosidad más elevada.

25

El presente invento concierne a un procedimiento de polimerización del cloruro de vinilo en suspensión acuosa en presencia de un agente de puesta en suspensión y de un catalizador soluble en el monómero para la obtención de

30



una resina que se presenta bajo forma de granos de porosidad elevada, caracterizado porque el agente de puesta en suspensión es un copolímero de vinil pirrolidona con un acrilato de alcohol, cuyo grupo alcohol tiene al me
5 nos 6 átomos de carbono.

Para obtener un polímero cuyos granos presenten una porosidad suficientemente elevada, se utiliza preferentemente un copolímero en el que el acrilato de alcohol procede de un alcohol que tiene al menos 8 átomos de carbono.

10 Cuando el alcohol antes citado contiene menos de 6 átomos de carbono, la porosidad de los granos de poli(cloruro de vinilo) es insuficiente para muchas aplicaciones.

Los copolímeros utilizados preferentemente en el marco del presente invento están constituidos por 70-95% de
15 vinil pirrolidona y 30-5% de acrilato de alcohol.

La cantidad de agente dispersante utilizado no es crítica. No ejerce influencia sobre la porosidad de los granos del poli(cloruro de vinilo) obtenido.

Los catalizadores de polimerización utilizados son
20 clásicos, por ejemplo peróxidos orgánicos, tales como peróxido de benzoilo o peróxido de lauroilo o un catalizador del tipo de azo-diisobutiro -nitrilo.

Gracias a su facultad de absorber rápidamente una cantidad importante de plastificante, los poli(cloruros de
25 vinilo) obtenidos por el procedimiento del invento forman fácilmente con el plastificante mezclas secas que tienen una buena fluidez y se manipulan por lo tanto fácilmente.

Además, las mezclas de resina y plastificante son muy homogéneas y proporcionan después de su empleo productos
30 tales como películas exentas de defectos grandes tales



como los "ojos de pescado"

En los ejemplos seguidamente descritos, se expresa el grado de porosidad de los granos de polímero por la cantidad en gramos de plastificante absorbido por 100 gramos de resina.

5

Por cantidad de plastificante absorbido se entiende la cantidad de plastificante que no se separa del polímero cuando la mezcla es sometida a tratamientos mecánicos. Se utiliza el método siguiente. Se añade a la resina una cantidad importante de plástificante, del orden de 2 veces el peso de resina utilizada. Se forma seguidamente una mezcla homogénea. Seguidamente se escurre esta última durante 5 minutos en una centrífuga, cuyo movimiento centrífugo está caracterizado por una aceleración igual a 100 veces la gravedad. Con este tratamiento, se elimina el plastificante no absorbido. se pesa entonces la mezcla de resina y de plastificante y se determina así la cantidad de plastificante absorbido.

10

15

Entre los ejemplos siguientes, se observará que los ejemplos 1 y 2 están dados a título comparativo y permiten darse cuenta fácilmente del progreso técnico realizado gracias al procedimiento del invento, descrito con detalle en los ejemplos 3 y 4.

20

Ejemplo I.- En un autoclave de 5 litros se introducen 2.800 gramos de agua destilada, 3 gramos de poli (alcohol vinílico) y 2 gramos de peróxido de lauroilo. Se hace el vacío en el autoclave para eliminar la mayor parte del oxígeno presente. Se introducen 1.500 gramos de cloruro de vinilo y se eleva la temperatura en el seno del autoclave a 60°C al mismo tiempo que se agitan los reaccionantes a velo-

25

30



cidad constante.

Después de 9 horas de reacción, el grado de conversión del cloruro de vinilo en poli(cloruro de vinilo) es de aproximadamente 90%.

5 El polímero obtenido es lavado y secado en estufa ventilada a 65°C hasta peso constante.

La resina obtenida tiene una porosidad tal que absorbe 15 gramos de ftalato de dioctilo por cada 100 gramos de polímero.

10 Ejemplo 2.- Se polimerizan 1.500 gramos de cloruro de vinilo en las mismas condiciones que en el ejemplo 1 salvo que se reemplaza el poli (alcohol vinílico) por un copolímero constituido por 90% de vinil pirrolidona y 10% de acrilato de metilo.

15 Después de 9 horas de reacción, el grado de conversión es de aproximadamente 90%.

Después del secado, la resina obtenida tiene una porosidad tal que absorbe 12,5 gramos de plastificante por cada 100 gramos de polímero.

20 Ejemplo 3.- Se polimerizan 1.500 gramos de cloruro de vinilo en las mismas condiciones que en el ejemplo 1 salvo que se reemplaza el poli (alcohol vinílico) por un copolímero constituido por 90% de vinil pirrolidona y 10% de acrilato de etilhexilo.

25 Después de 9 horas de reacción, el grado de conversión es de aproximadamente 90%

Después del secado, la resina obtenida tiene una porosidad tal que absorbe 22 gramos de plastificante por cada 100 gramos de poli (cloruro de vinilo).

30 Ejemplo 4.- Se polimerizan 1.500 gramos de cloruro



de vinilo en las mismas condiciones que en el ejemplo 1 salvo que se reemplaza el poli (alcohol vinílico) por un copolímero constituido por 80% de vinil pirrolidona y 20% de acrilato de lauroilo.

5 Después de 9 horas de reacción, el grado de conversión es de aproximadamente 90% .

 Después del secado, la resina obtenida presenta una porosidad tal que absorbe 28 gramos de plastificante por 100 gramos de polímero.

10 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Bélgica el 30 de Septiembre de 1.965 con el número 670,326, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

 N O T A

20 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años son los siguientes:

 1.- Procedimiento de polimerización del cloruro de vinilo en suspensión acuosa en presencia de un agente de
25 puesta en suspensión y de un catalizador soluble en el monómero, para la obtención de una resina que se presenta bajo forma de granos de porosidad elevada, caracterizado por que el agente de puesta en suspensión en un copolímero de
 vinil pirrolidona con un acrilato de alcoholilo cuyo grupo
30 alcoholilo tiene al menos 6 átomos de carbono y preferentemen



te al menos 8 átomos de carbono.

5 2.- Procedimiento de polimerización del cloruro de vinilo conforme a la reivindicación 1 caracterizado por que el agente de puesta en suspensión es un copolímero constituido por 70/95^o de vinil pirrolidona y por 30-5% de acrilato de alcohol.

10 3.- Procedimiento de polimerización del cloruro de vinilo en suspensión acuosa para la obtención de una resina que se presenta bajo forma de granos de porosidad elevada.

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

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

27 SEP 1960

Madrid.

P.A.

Alberto de Elizabard
Por F. A.