

352802

P.- 37.928

IX/Pat. Abt.  
hp 9674

**Memoria descriptiva**



16 ABR 1938

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de WACKER-CHEMIE GMBH

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Prinzeregentenstr 22, Munich, República  
Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DISPERSIONES  
ACUOSAS DE POLIMERO POR POLIMERIZACION EN DISPERSION  
DE MEZCLAS DE ACETATO DE VINILO, ESTERES VINILICOS  
DE ACIDOS GRASOS Y CLORURO DE VINILO"( Clasé Interna-  
cional C08f)



Es conocido que, mediante la denominada "polimerización en dispersión" (véase C. E. Schildknecht "Polymer Processes" Interscience Publishers Inc., New York 1956, páginas 105 a 109) se pueden preparar dispersiones acuosas de polímero a base de acetato de vinilo sólo o en mezcla con otros monómeros.

Los productos que se forman por secado de las dispersiones acuosas de los homopolímeros del acetato de vinilo, por ejemplo películas de pintura, tienen la desventaja de que su resistencia a la saponificación y su resistencia a la abrasión en húmedo son demasiado pequeñas para muchos campos de aplicación. Es conocido que la resistencia a la saponificación del poli(acetato de vinilo) es aumentada por copolimerización con cloruro de vinilo. Sin embargo, las dispersiones acuosas de dichos copolímeros frente a sollicitaciones mecánicas, tal como aparecen al introducir pigmentos y materiales de carga en las dispersiones, no son muy estables y las temperaturas, a las que se secan para formar películas homogéneas, se encuentran considerablemente por encima de 25°C. Además, las películas, que se obtienen por secado de dichas dispersiones, son frágiles y poco flexibles. Además, es conocido que la resistencia a la saponificación del poli(acetato de vinilo) es aumentada por copolimerización con ésteres de vinilo de ácidos grasos que muestran 8 a 18 átomos de carbono. La porción, necesaria para una resistencia a la saponificación satisfactoriamente alta, de unidades de ésteres vinílicos de los ácidos grasos superiores en los polímeros hace, sin embargo, que las películas obtenidas a partir de las dispersiones acuosas de dichos copolímeros sean muy blandas

30  
18.6.68.



y pegajosas y por lo tanto se ensucian con rapidez. Es de esperar que las dispersiones acuosas de copolímeros de ésteres de vinilo de ácidos grasos que muestran 8 a 18 átomos de carbono y de cloruro de vinilo se sequen para formar películas que posean alta resistencia a la saponificación y alta resistencia a la abrasión en húmedo, y que sean flexibles, no sean demasiado blandas y no sean pegajosas. Dichas dispersiones de polímero son, sin embargo, muy inestables frente a sollicitaciones-mecánicas, de manera que frecuentemente ya se coagulan durante la polimerización, contienen además polímeros no homogéneos, y una porción considerable de éster de ácido graso no polimerizado, la cual a causa de su alto punto de ebullición no puede ser eliminada desde las dispersiones y perturba en la elaboración.

También son conocidas ya dispersiones de polímero acuosas activas catiónicamente, que contienen en calidad de polímeros los de 40 partes en peso de acetato de vinilo, 35 partes en peso de cloruro de vinilo y 25 partes en peso de laurato de vinilo. Sin embargo, tales dispersiones son solamente utilizables, naturalmente, en los campos en que se pueden utilizar dispersiones de polímeros activas catiónicamente, y las películas obtenidas a partir de tales dispersiones no están enteramente libres de las denominadas macas u "ojos de pez" o vejigas, y se amarillean con facilidad.

Las dispersiones preparadas de acuerdo con el invento están, por el contrario, libres de las desventajas antes descritas. Las dispersiones preparadas de acuerdo con el invento son resistentes a la congelación, son resistentes

30  
18.6.68.



a la saponificación, resistentes frente a sollicitaciones mecánicas, tales como aparecen por ejemplo ya durante la polimerización o en el bombeo o al mezclar con materiales de carga y/o con pigmentos; tienen una alta capacidad de fijación de pigmento y ya se secan a la temperatura ambiente, es decir a 18-25°C, para formar películas transparentes, elásticas y tenaces, resistentes a la luz, impermeables y no pegajosas con alta resistencia a la saponificación y alta resistencia a la abrasión en húmedo.

5

El procedimiento de acuerdo con el invento para la preparación de dispersiones acuosas de polímero por polimerización en dispersión de mezclas de acetato de vinilo, ésteres de vinilo de ácidos grasos que contienen 8 a 18 átomos de carbono, y cloruro de vinilo, está caracterizado porque las mezclas que han de ser polimerizadas contienen (A) 40 a 70 partes en peso de acetato de vinilo, (B) 15 a 30 partes en peso de éster vinílico de ácidos grasos que muestran 8 a 18 átomos de carbono, y (C) 15 a 30 partes en peso de cloruro de vinilo, constituyendo los componentes (A), (B) y (C) en conjunto 100 partes en peso, y porque en calidad de emulgentes utilizados además de al menos un coloide-protector, se utilizan emulgentes aniónicos y/o no iónicos.

10

15

20

Más abajo se muestra, mediante experimentos de comparación, que son decisivas las proporciones cuantitativas de los monómeros, utilizadas de acuerdo con el invento. Si más de 70 partes en peso de las 100 partes en peso de la mezcla que ha de ser polimerizada consisten en acetato de vinilo, la resistencia a la saponificación del polímero es insatisfactoria; si menos de 40 partes en peso de las 100

25

30

18.6.68.



partes en peso de la mezcla que ha de ser polimerizada  
consisten en acetato de vinilo, las dispersiones de polí-  
mero son muy inestables frente a sollicitaciones mecánicas  
y ya se coagulan durante la polimerización. Si más de 30  
5 partes en peso de las 100 partes en peso de la mezcla que  
ha de ser polimerizada consisten en ésteres vinílicos de  
los ácidos grasos superiores, las dispersiones de políme-  
ro también son muy inestables frente a sollicitaciones me-  
cánicas y las películas obtenidas a partir de dichas dis-  
10 dispersiones son blandas y pegajosas. Si menos de 15 partes  
en peso de las 100 partes en peso de la mezcla que ha de  
ser polimerizada consisten en ésteres vinílicos de los  
ácidos grasos superiores, las dispersiones de polímero se  
secan sólo a temperaturas superiores a la temperatura am-  
15 biente para formar películas homogéneas, que además son  
frágiles. Si más de 30 partes en peso de las 100 partes en  
peso de la mezcla que ha de ser polimerizada consisten en  
cloruro de vinilo, las dispersiones de polímero son ines-  
tables frente a sollicitaciones mecánicas é igualmente se  
20 secan sólo a temperaturas superiores a la temperatura am-  
biente para formar películas homogéneas. Si menos de 15  
partes en peso de las 100 partes en peso de la mezcla que  
ha de ser polimerizada consisten en cloruro de vinilo, la  
resistencia a la saponificación de los polímeros es insa-  
25 tisfactoria.

Preferiblemente, las mezclas que han de ser polime-  
rizadas consisten en 45 a 55 partes en peso de acetato de  
vinilo, en 20 a 30 partes en peso de ésteres vinílicos de  
ácidos grasos que muestran 8 a 18 átomos de carbono, es-  
30 pecialmente laurato de vinilo, y en 20 a 30 partes en peso  
18..6.68.



de cloruro de vinilo, constituyendo también 100 partes en peso la suma de las cantidades en peso, escogidas siempre dentro de los márgenes precedentemente citados.

5 En lugar de, o en mezcla con, laurato de vinilo se pueden utilizar eventualmente también otros ésteres vinílicos de ácidos grasos que muestran 8 a 18 átomos de carbono. Ejemplos de dichos ácidos grasos son ácido cáprico, ácido tridecílico, ácido 2-etilhexanoico y ácido esteárico, así como mezclas de ácidos carboxílicos alifáticos saturados con  
10 10 a 18 átomos de carbono, en que los grupos carboxilo están unidos directamente a un átomo de carbono terciario o cuaternario, tal como se pueden obtener por ejemplo por reacción de monoolefinas con monóxido de carbono y agua en presencia de catalizadores ácidos, tales como trifluoruro  
10 de boro.

En el procedimiento de acuerdo con el invento se pueden utilizar como coloides protectores todos los coloides protectores que se utilizaron o se pudieran utilizar hasta ahora en la polimerización en dispersión. Ejemplos de tales  
20 coloides protectores son poli(alcohol vinílico) que eventualmente contiene hasta 40% en moles de grupos acilo, especialmente grupos acetilo, gelatina y derivados de celulosa, tales como metilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, hidroxietilmetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, solubles en agua, copolímeros de ácido maleico o sus semiésteres con estireno, almidón, derivados  
25 de dextrina, polivinilpirrolidona y poli(amida del ácido acrílico). También se pueden utilizar mezclas de diferentes coloides protectores. Los coloides protectores son empleados preferiblemente en cantidades de 0,5 a 4% en peso, referidas al peso total de la carga de polimerización.

30  
18.6.68r



Además de los coloides protectores se emplean en el procedimiento de acuerdo con el invento emulgentes aniónicos y/o no iónicos. La utilización de dichos emulgentes en unión con coloides protectores no es, desde luego, nueva en la polimerización en dispersión, pero sí lo es la polimerización de mezclas a partir de acetato de vinilo, ésteres vinílicos de ácidos grasos que muestran 8 a 18 átomos de carbono, y cloruro de vinilo.

Ejemplos de emulgentes aniónicos son sales alcalinas y de amonio de ácidos monocarboxílicos de cadena recta o ramificada, que muestran 8 a 18 átomos de carbono, por ejemplo laurato de sodio o estearato de sodio, de ésteres ácidos alcohólicos de ácidos fosfóricos, por ejemplo dietilhexil fosfato de sodio, de ésteres ácidos de alcanos que muestran 9 a 18 átomos de carbono y de ácido sulfúrico, por ejemplo lauril sulfato de sodio, de ácidos sulfónicos secundarios de alcanos que muestran 10 a 18 átomos de carbono, de ácidos alcohilarilsulfónicos, de polioxietilen-éteres sulfonados de alcohol-fenoles, y de ésteres dialcohólicos de ácido sulfosuccínico. Se pueden utilizar mezclas de diferentes emulgentes aniónicos. Los emulgentes aniónicos se emplean preferiblemente en cantidades de 0,03 a 1% en peso, referidas al peso total de la carga de polimerización.

Ejemplos de emulgentes no iónicos son semiésteres de ácidos grasos de alcoholes polivalentes, tales como monoestearato de glicerina, monolaurato o monopalmitato de sorbita, semiésteres de alcohol graso de alcoholes polivalentes, copolímeros en bloque de óxido de etileno y óxido de propileno, por ejemplo de 10 moles de óxido de etileno

30  
18.6.68.



y 30 moles de óxido de propileno, así como productos de reacción de al menos 4 moles de óxido de etileno y compuestos orgánicos que contienen átomos de hidrógeno activo, es decir que forman hidrógeno en la reacción de Zerewitinoff, con al menos 8 átomos de carbono, pudiéndose tratar de ácidos grasos, alcoholes, fenoles, ácidos oxicarboxílicos, amidas de ácidos carboxílicos, o de aminas primarias o secundarias, por ejemplo productos de reacción de 1 mol de nonilfenol y 8 a 50 moles de óxido de etileno, o de 1 mol de alcohol olefínico y 20 moles de óxido de etileno. Se pueden utilizar mezclas de diferentes emulgentes no iónicos. Los emulgentes no iónicos son utilizados preferiblemente en cantidades de 0,5 a 4% en peso, referidas al peso total de la carga de polimerización. Se ha mostrado como especialmente conveniente utilizar simultáneamente tanto emulgentes aniónicos como emulgentes no iónicos en unión con los coloides protectores.

En calidad de catalizadores de polimerización se pueden utilizar también en el procedimiento de acuerdo con el invento todos los catalizadores de polimerización que se utilizaron o se pudieron utilizar hasta ahora en la polimerización en dispersión. Se trata en este caso especialmente de formadores de radicales, solubles en agua, tales como peróxido de hidrógeno, persulfato de potasio, persulfato de amonio, perborato de sodio y percarbonato de sodio. Algunas veces, especialmente en sistemas Redox, también se emplean, en lugar de, o en unión con, formadores de radicales solubles en agua, formadores de radicales solubles en el monómero, tales como azodiisobutirodinitrilo, hidroperóxido de ter-butilo o peróxido de acetilciclohexanosul-



fonilo. Los formadores de radicales son empleados ventajosamente en los sistemas Redox usuales, es decir en unión con agentes de reducción, tales como ácido tartárico, formaldehído-sulfoxilato de sodio, sales de hierro divalente, ditionito de sodio, o sulfito de hidrógeno y sodio. Los catalizadores de polimerización son empleados en las cantidades usuales en la polimerización en dispersión, preferiblemente de 0,005 a 1% en peso, referidos al peso total de los monómeros.

10 La porción del peso de los monómeros en el peso total de agua y de monómeros puede encontrarse dentro del margen usual en la polimerización en dispersión, es decir entre aproximadamente 30 y 70% en peso, referido al peso total de monómeros y agua.

15 El valor del pH durante la polimerización se encuentra preferiblemente dentro del margen de 3 a 8. La regulación del deseado valor de pH se realiza convenientemente por mezcla previa o por adición dosificada de sales débilmente básicas, tales como acetato de sodio, bicarbonato de sodio, y/o fosfato de sodio secundario.

20 Eventualmente, las sustancias de interrupción de cadena conocidas, tales como aldehídos, hidrocarburos clorados y alcoholmercaptanos, pueden ser utilizadas conjuntamente en las cantidades usuales, es decir de 0,001 a 25 0,3% en peso, referidas al peso total de la carga de polimerización.

Tal como es usual en la polimerización en dispersión, también se realiza el procedimiento de acuerdo con el invento bajo agitación y con exclusión de oxígeno.

30 Para la polimerización, toda la carga de polimeriza-



ción puede ser introducida en el recipiente de polimeri-  
zación, o pueden ser introducidos dosificadamente los mo-  
nómeros o una parte de los monómeros sólo a medida que se  
desarrolla la polimerización en el recipiente de polimeri-  
5 zación. Si se utiliza un sistema Redox, la velocidad de  
polimerización puede ser regulada de manera sencilla por  
adición del agente de reducción.

La polimerización puede realizarse en el margen de  
temperaturas de 20 a 120°C. Según una forma de realización  
10 especialmente preferida del procedimiento de acuerdo con  
el invento, la polimerización se realiza en primer lugar  
a una temperatura constante dentro del margen de 40 a  
60°C hasta un grado de transformación de 40 a 70% en peso  
de los monómeros empleados en total, después a temperatu-  
15 ras crecientes desde 70 a 110°C en el espacio de 15 a 60  
minutos, y finalmente a una temperatura constante dentro  
del último margen. De esta manera, se obtienen dispersio-  
nes que se han polimerizado completamente hasta un grado  
de transformación superior a 99,5% en peso de los monó-  
20 meros empleados, están libres de coagulado, son estables  
frente a sollicitaciones mecánicas y a la congelación, y  
contienen polímeros con tamaño de partículas uniforme y  
alto grado de polimerización, correspondiente a un índice  
K de 60 a 80 (para el índice K véase Fikentscher en  
25 "Cellulosechemie", año 13, 1932, página 58). La determina-  
ción del grado de transformación durante la polimerización  
puede realizarse de manera conocida, por ejemplo por valo-  
ración de los monómeros, determinación de la porción del  
polímero o por medición de la variación de la presión de  
30 vapor de los monómeros. Las dispersiones de polímero obte-



nidas de acuerdo con el invento pueden ser empleadas para todas las aplicaciones para las que se aconsejaron también hasta ahora las dispersiones acuosas de polímeros o copolímeros del acetato de vinilo. Las dispersiones de polímero obtenidas de acuerdo con el invento, a causa de la resistencia al agua y de la resistencia a la saponificación de los polímeros contenidos en las mismas, son especialmente bien apropiadas para pinturas sobre substratos alcalinos, por ejemplo hormigón, y en calidad de aditivos para materiales de construcción a base de masas que fragúan hidráulicamente, tales como cemento, para aumentar la resistencia a la tracción por flexión y a la abrasión, y además como recubrimientos para tejas a base de cemento para impedir eflorescencias. A causa de la buena adherencia de los polímeros en las dispersiones de polímero obtenidas de acuerdo con el invento, estas dispersiones son excelentes pegamentos y son utilizables también como pegamentos de obturación en caliente.

Las propiedades de las dispersiones de polímero preparadas de acuerdo con los siguientes ejemplos están dadas en la tabla que sigue a estos ejemplos, siempre y cuando no hayan sido indicadas en los ejemplos.

Ejemplo 1.- En un recipiente a presión de 15 litros, que está equipado con mecanismo de agitación, envolvente de transmisión de calor así como de conducciones para la introducción dosificada de líquidos y la toma de muestras, se introducen en primer lugar 2 kg de agua, 2 kg de una solución acuosa al 10% en peso de poli(alcohol vínflico) con grupos acetilo residuales (índice de saponificación, es decir mg de KOH necesarios para la separación y neutrali-



zación de los grupos acetilo en 1 gramo de sustancia = 20)  
50 g de un nonilfenolpolietilenglicol-éter con aproximada-  
mente 23 unidades en promedio de óxido de etileno por mo-  
lécula y 7 g de laurilsulfato de sodio. Después de despla-  
5 zar el aire mediante nitrógeno, se añade al recipiente de  
presión una mezcla de 2,5 kg de acetato de vinilo, 1,25  
kg de laurato de vinilo y 1,25 kg de cloruro de vinilo  
(partes en peso de los monómeros: 50-25-25; suma de estas  
partes en peso: 100) y 10 g de hidroperóxido de terbutilo.  
10 El contenido del recipiente a presión es calentado entonces  
bajo agitación hasta 45°C y se introduce dosificadamente  
en el recipiente a presión una solución de 5 g de formal-  
dehído-sulfoxilato de sodio y 11 g de bicarbonato de sodio  
en 500 g de agua, con una velocidad de 60 cm<sup>3</sup> por hora.  
15 Hasta un grado de transformación de 55 % en peso de los mo-  
nómeros empleados en total, se mantiene la temperatura  
constante en 45°C. Acto seguido, se aumenta la temperatura  
hasta 90°C en el espacio de 30 minutos y se mantiene en  
este valor hasta que la presión haya disminuido hasta apro-  
20 ximadamente 0 atmósferas manométricas. La dispersión de  
polímero así obtenida tiene sólo una pequeña tendencia a  
la formación de espuma.

Ejemplo 2.- Se repite el modo de trabajo descrito en  
el Ejemplo 1 con la variación de que se utilizan 2,25 kg  
25 de acetato de vinilo en lugar de 2,5 kg de acetato de vini-  
lo y 1,5 kg de laurato de vinilo en lugar de 1,25 kg de  
laurato de vinilo (partes en peso de los monómeros:  
45-30-25; suma de estas partes en peso: 100).

Ejemplo 3.- En el dispositivo de polimerización des-  
30 crito en el Ejemplo 1 se disuelven en primer lugar, en



4,6 kg de agua, 100 g de hidroxietil celulosa con una viscosidad de 300 cp a 25°C, medida en solución acuosa al 2% en peso, 70 g de un polietilenglicoléter de alcohol laurílico con unas 10 unidades en promedio de óxido de etileno por molécula, y 8 g de sal de sodio de una mezcla de ácidos alcohol sulfónicos secundarios que muestran 10 a 16 átomos de carbono. Después de desplazar el aire mediante nitrógeno, se realizan las mismas operaciones que se realizaron de acuerdo con el Ejemplo 1 después de desplazar el aire mediante nitrógeno. La dispersión de polímero así obtenida es de viscosidad media, tixotrópica, y tiene una alta capacidad de fijación de pigmento.

Ejemplo 4.- En el dispositivo de polimerización descrito en el Ejemplo 1 se disuelven en primer lugar, en 4,6 kg de agua, 50 g de polivinilpirrolidona con el índice K de 90, 20 g de hidroxietilcelulosa con una viscosidad de 300 cp a 25°C, medida en solución acuosa al 2% en peso, 250 g de un polietilenglicoléter de tridecanol-(2) con aproximadamente 15 unidades en promedio de óxido de etileno por molécula, y 10 g de laurilsulfato de sodio. Después de desplazar el aire mediante nitrógeno, se añade al recipiente a presión una mezcla de 2,75 kg de acetato de vinilo, 1,25 kg de laurato de vinilo y 1,00 kg de cloruro de vinilo (partes en peso de los monómeros: 55-25-20; suma de estas partes en peso 100) y 13 g de hidroperóxido de ter-butilo. El contenido del recipiente a presión es calentado entonces hasta 50°C bajo agitación, y se introduce dosificadamente en el recipiente a presión una solución de 5 g de formaldehidosulfoxilato de sodio y 11 g de bicarbonato de sodio en 500 g de agua con una velocidad de



70 cm<sup>3</sup> por hora. Hasta un grado de transformación de 65% en peso de los monómeros empleados en total, la temperatura es mantenida constante en 50°C. Después, se aumenta la temperatura hasta 90°C en el espacio de 30 minutos y se mantiene en este valor hasta que la presión haya disminuído hasta aproximadamente 0 atmósferas manométricas. La dispersión de polímero así obtenida es muy viscosa y muy fuertemente tixotrópica.

Ejemplos comparativos. Se repite el modo de trabajo descrito en el ejemplo 1 con la variación de que en las cargas de polimerización a a g se emplean las siguientes mezclas de monómeros, que se encuentran fuera del invento en lo que se refiere a las proporciones de monómeros, en lugar de la mezcla de monómeros utilizada en el Ejemplo 1:

Carga	Mezcla de monómeros			Partes en peso de los monómeros para la suma de 100			
	Acetato de vinilo, kg	Laurato de vinilo kg	Cloruro de vinilo kg	Ace- tato de vini- lo	Laurato de vi- nilo	Cloruro de vinilo	
a	3	0	2	60	-	40	
b	2	0	3	40	-	60	
c	0	3,5	1,5	-	70	30	
d	4,0	0,5	0,5	80	10	10	
e	1,5	1,5	2,0	30	30	40	
f	2,0	2,5	0,5	40	50	10	
g	3,75	1,25	0	75	25	-	

Los valores indicados en la siguiente tabla para la resistencia a la saponificación significan siempre el número de ml de lejía de sosa N/10 que se consumen al hervir

18.6.68.

bajo reflujo durante 6 horas 2 g de la dispersión de polímero siempre al 50% en peso con 10 ml de lejía de sosa acuosa N/10. Este consumo resulta de la diferencia a 10 de la lejía de sosa no consumida, que es determinada por valoración por retorno con ácido clorhídrico acuoso N/10.

16





Tabla

Ejemplo	Contenido de coagulado de la dispersión	Compatibilidad con el pigmento	Estabilidad a la congelación -12º	Resistencia a la saponificación, consumo	Producto después de secar la dispersión a 200º	Propiedades de la película
1	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	4,0	Película transparente	Elastica y tenaz, exenta de pegajosidad
2	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	3,5	Película transparente	Elastica y tenaz, libre de pegajosidad
3	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	4,6	Película transparente	Elastica y tenaz, libre de pegajosidad
4	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	4,6	Película transparente	Dura y libre de pegajosidad
a	Completamente coagulada	-	-	-	-	-
b	Contiene coagulado	Buena	Coagula	12,8	Polvo gredoso	-
c	Contiene coagulado	Coagula enteramente	Coagula	-	Película transparente	Blanda y pegajosa
d	No determinable	Muy buena	Coagula	11,2	Película transparente	Fragil
e	Contiene coagulado	Coagula	Coagula	3,3	Polvo gredoso	-
f	Totalmente coagulado	-	-	-	-	-
g	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	13	Película transparente	Ligeramente pegajosa

Tabla

Ejemplo	Contenido de coagulado de la dispersión	Compatibilidad con el pigmento	Estabilidad a la congelación -12°	Res: la : ción
1	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	
2	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	
3	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	
4	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	
a	Completamente coagulada	-	-	
b	Contiene coagulado	Buena	Coagula	
c	Contiene coagulado	Coagula enteramente	Coagula	
d	No determinable	Muy buena	Coagula	
e	Contiene coagulado	Coagula	Coagula	
f	Totalmente coagulado	-	-	
g	No determinable	Muy buena	Ninguna coagulación	



Tabla

Resistencia a la coagulación -12°	Resistencia a la saponificación, consumo	Producto después de secar la dispersión a 20°C	Propiedades de la película
coagulación	4,0	Película transparente	Elástica y tenaz, exenta de pegajosidad
coagulación	3,5	Película transparente	Elástica y tenaz, libre de pegajosidad
coagulación	4,6	Película transparente	Elástica y tenaz, libre de pegajosidad
coagulación	4,6	Película transparente	Dura y libre de pegajosidad
-	-	-	-
	12,8	Polvo gredoso	-
	-	Película transparente	Blanda y pegajosa
	11,2	Película transparente	Frágil
	3,3	Polvo gredoso	-
	-	-	-
coagulación	13	Película transparente	Ligeramente pegajosa



Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el día 10 de Mayo de 1.967, bajo el Nº W 43.960, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

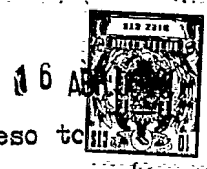
N O T A

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

10 1.- Procedimiento para la preparación de dispersiones acuosas de polímero por polimerización en dispersión de mezclas de acetato de vinilo, ésteres vinílicos de ácidos grasos que muestran 8 a 18 átomos de carbono, y cloruro de vinilo, caracterizado porque las mezclas que han de ser polimerizadas contienen (A) 40 a 70 partes en peso de acetato de vinilo, (B) 15 a 30 partes en peso de ésteres vinílicos de ácidos grasos que muestran 8 a 18 átomos de carbono, y (C) 15 a 30 partes en peso de cloruro de vinilo, constituyendo los componentes (A), (B) y (C) en conjunto 100 partes en peso, y porque como emulgentes, utilizados además de al menos un coloide protector, se utilizan emulgentes aniónicos y/o no iónicos.

20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de éster vinílico de un ácido graso que muestra 8 a 18 átomos de carbono se utiliza laurato de vinilo.

26 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en calidad de agente dispersante se  
18.6.68.



utilizan mezclas de 0,5 a 4% en peso, referido al peso total de la carga de polimerización, de coloides protectores, 0,3 a 1% en peso, referido al peso total de la carga de polimerización, de emulgentes aniónicos, y 0,1 a 3% en peso, referido al peso total de la carga de polimerización, de emulgentes no iónicos.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el valor del pH durante la polimerización es mantenido en el margen de 3 a 8.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la polimerización se realiza en primer lugar a una temperatura constante dentro del margen de 40 a 60°C hasta un grado de transformación de 40 a 70% en peso de los monómeros empleados, después a temperaturas crecientes desde 70 a 110°C en el espacio de 15 a 60 minutos, y finalmente a una temperatura constante dentro del último margen.

6.- Procedimiento para la preparación de dispersiones acuosas de polímero por polimerización en dispersión de mezclas de acetato de vinilo, ésteres vinílicos de ácidos grasos y cloruro de vinilo.

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

Esta Memoria consta de diez y nueve hojas escritas

a máquina por una sola cara.

16



10 ABR. 1968  
Madrid,

P.A.

Aeropuerto de Elzabara  
*[Handwritten signature]*

3.4.68.

A.F.A.