

P.- 45.577

6736-SP



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

382832

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de THE GOODYEAR TIRE & RUBBER COMPANY,

entidad / ~~nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 1144 East Market Street, Akron, Ohio,
Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA ACELERAR EL REGIMEN DE REACCION
EN LA POLIMERIZACION DE UN MONOMERO POLIMERIZABLE"

(Clase internacional CO₈f)

12.8.70

- 1 -



La presente invención se relaciona con la polimerización acuosa de monómeros no saturados polimerizables con un sistema iniciador que comprende un haloformiato de alquilo, peróxido de hidrógeno y un peróxido de acilo orgánico.

Se conoce el uso de compuestos peroxílicos orgánicos preformados, especialmente los peróxidos de acilo preformados, por ejemplo peróxido de lauroilo, y los peroxidicarbonatos orgánicos preformados, especialmente peroxidicarbonato de isopropilo. Estos iniciadores poseen la desventaja de que requieren ya sea períodos de reacción relativamente prolongados o bien son peligrosos debido a la dificultad de controlar el régimen de reacción cuando se desea períodos más breves de reacción.

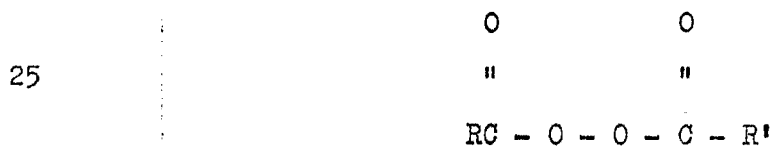
Se conoce la reducción del tiempo de reacción mediante el uso de los iniciadores más reactivos, tales como peroxidicarbonato de dietilo, mientras se elimina al mismo tiempo la dificultad de controlar el régimen de reacción mediante la formación del iniciador in situ según se describe en la patente norteamericana Nº 3.022.281, en que se disuelve un haloformiato de alquilo, tal como cloroformiato de etilo, en el monómero polimerizable y se disuelve en la fase acuosa un peróxido tal como peróxido de hidrógeno.

Se ha comprobado ahora inesperadamente que se puede reducir más todavía el tiempo total de reacción que se necesita para obtener una conversión sustancialmente completa de monómero a polímero, empleando el sistema iniciador in situ, mediante el agregado de una pequeña cantidad de un peróxido de acilo preformado al sistema

iniciador, ya sea solo o juntamente con la adición incremental del haloformiato de alquilo.

Los monómeros etilénicamente no saturados, que se polimerizan al utilizar el sistema iniciador mejorado de la presente invención, son los descritos en la patente norteamericana Nº 3.022.281.

Se puede utilizar cualquier peróxido de acilo orgánico que tenga una semivida que es aproximadamente la misma que la del peroxi pivalato de butilo terciario, en combinación con el sistema iniciador in situ, para la polimerización de un monómero polimerizable tal como cloruro de vinilo de modo de formar cloruro de polivinilo y sus copolímeros, cuando se lo agrega ya sea inicialmente o durante la reacción de polimerización pero con anterioridad a una conversión no mayor del 75% de monómero a polímero, y se le puede agregar en cantidades comprendidas entre 0,01 a 0,50% en peso, en base a la cantidad de monómero que se polimeriza. Se puede emplear los siguientes peróxidos de acilo: peróxido de lauroilo, peróxido de caprililo, peróxido de capriloilo y peróxido de deconoilo. En general se puede emplear cualquier peróxido de acilo que tenga la fórmula general:



donde R y R' es un grupo alquilo entre C₈ y C₂₄.

Se puede agregar también el haloformiato de alquilo en incrementos. Por ejemplo se agrega inicialmente



5 suficiente cantidad de haloformiato de alquilo de acuerdo con lo indicado en el Ejemplo 1 y luego, después de una conversión de aproximadamente 40 a 75%, se puede agregar haloformiato de alquilo adicional (25 a 50% de la cantidad inicialmente agregada) para acelerar el régimen de reacción cerca del término de la misma.

Los siguientes ejemplos permiten ilustrar la presente invención, y en los mismos todas las partes son en peso a menos que se indique lo contrario.

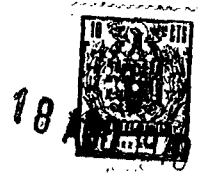
10 EJEMPLO 1

Para poner en práctica la presente invención se emplea un recipiente para presión equipado con medios externos de calentamiento y enfriamiento y un agitador del tipo a hélice, y en dicho reactor se introduce los siguientes materiales:

15

	<u>Formulación</u>	<u>Usado</u>	<u>Gama</u>
20	1) Cloruro de vinilo	100 partes	100 partes
	2) Agua	180 partes	100 - 250 partes
	3) Agente de suspensión	0,06 partes	0,01- 0,1 partes
	4) Agente regulador de pH (pH del sistema superior a 7)	0,2 partes	0,05- 0,5 partes
25	5) Peróxido (peróxido de hidrógeno al 50%)	0,012 partes	0,005 - 0,05 partes
	6) Haloformiato de alquilo (cloroformiato de etilo)	0,06 partes	0,02 - 0,2 partes

30



Condiciones

	Temperatura de reacción (°C)	51	35 - 65
	Agitación (r.p.m.)	600	350 - 750
	Tiempo de reacción (hr)	9,0	9,0 - 16
5	Conversión	85%	80% - 95%

EJEMPLO 2

10 Se repite el Ejemplo 1 con la excepción de que se introduce inicialmente 0,05 parte de peróxido de lauroilo con el cloroformiato de etilo y los otros reactivos.

EJEMPLO 3

15 Se repite el Ejemplo 1, pero se modifica mediante el uso de 0,08 parte de peróxido de lauroilo como único iniciador.

EJEMPLO 4

20 Se repite el Ejemplo 2, con la excepción de que se agrega 0,06 parte de peroxi pivalato de butilo terciario cuando se ha logrado un 40% de conversión de monómero a polímero.

EJEMPLO 5

25 Se repite el Ejemplo 1 con la excepción de que se agrega 0,01 parte adicional de cloroformiato de etilo cuando se ha logrado una conversión de 50% de monómero a polímero.

30 El tiempo necesario de reacción para obtener



la conversión porcentual indicada, y las propiedades físicas de la resina resultante producida por cada uno de los cinco diferentes sistemas iniciadores, son los siguientes.

5

TABLA

10

	Ejemplo 1 CFE solamente Testigo	Ejemplo 2 CFE + PL	Ejemplo 3 PL solamente Testigo	Ejemplo 4 Pbt agregado a una conversión	Ejemplo 5 CFE adicional agregado a 50% de conversión
Tiempo de reacción (hr)	9	7,25	12	7,0	6,9
Conversión (%)	85%	85%	85%	85%	85%
Viscosidad inherente	1,05	1,09	1,08	1,05	1,07
Densidad floja (kg/cm ³)	413	458	423	399	465
Densidad de cuerpo (kg/cm ³)	525	568	533	510	568

15

PL = peróxido de lauroilo

20

Pbt = peroxi pivalato de butilo terciario

CFE = cloroformiato de etilo

25

De acuerdo con lo precedente, se puede ver que la presente invención produce una reducción inesperada del tiempo de reacción cuando se emplea el sistema iniciador in situ en combinación con un peróxido tal como peróxido de lauroilo, mientras que se requiere un período más prolongado de reacción cuando se usa individualmente uno u otro de estos sistemas iniciadores.

30

Aunque se descripto ciertas formas representativas de realización y ciertos detalles, a fin de ilustrar



la presente invención, resultará evidente para los entendidos en esta materia que es posible introducir en ella diversos cambios y modificaciones sin apartarse por ello del principio y alcance de la presente invención.

5 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 4 de Septiembre de 1.969, bajo el Nº 855.406, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial

10

REIVINDICACIONES

10

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:

15

1.- Un procedimiento para acelerar el régimen de reacción en la polimerización de un monómero polimerizable que contiene un solo grupo metileno fijado a un átomo de carbono mediante un doble enlace en un sistema de polimerización que contiene agua, un haloformiato de alquilo, peróxido de hidrógeno reaccionable con el haloformiato de alquilo, y un agente regulador de pH capaz de mantener el pH del sistema por encima de 7, caracterizado por agregar un peróxido de acilo orgánico al sistema antes de haberse producido una conversión de por lo menos 75% del monómero a polímero.

20

25

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que el haloformiato de alquilo es cloroformia

[Handwritten signature]
12.8.70



to de etilo.

3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en que el peróxido de acilo orgánico es peróxido de lauroilo.

5 4.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que el peróxido de acilo orgánico es peroxi pivalato de butilo terciario.

10 5.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que se agrega el peróxido de acilo en una cantidad comprendida aproximadamente entre 0,01 y 0,5%, en peso, en base a la cantidad de monómero que se polimeriza.

15 6.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que se agrega el haloformiato de alquilo por incrementos, agregándose el segundo incremento después de haberse producido aproximadamente 40 a 75% de conversión de monómero a polímero.

7.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en que se agrega un peróxido de acilo.

20 8.- Un procedimiento para acelerar el regimen de reacción en la polimerización de un monómero polimerizable.

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

12.8.70

18

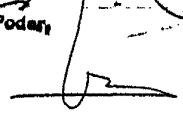


Esta Memoria consta de nueve hojas escritas
a máquina por una sola cara.

18 AGO. 1970

Madrid,

P.A.

Alberto de Eizaburu
For Poder,


12.8.70

BDG.

