

P.- 47.321

Case CPE
2833

388992



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C08</u> → <u>C08</u>
SUBCLASE <u>F</u> → <u>F</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de BP CHEMICALS LIMITED

entidad / ~~adscrita~~ británica

con domicilio en Britannic House, Moor Lane, Londres,
Inglaterra.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE POLIMEROS DE
CLORURO DE VINILO POR POLIMERIZACION DE CLORURO DE
VINILO EN DISPERSION ACUOSA"
(Clase Internacional C08f)

2.4.71

388992



5 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir polímeros de cloruro de vinilo por polimerización de cloruro de vinilo en dispersión acuosa. Se refiere en particular a la recuperación de tales polímeros de la mezcla acuosa de reacción de polimerización.

10 Es bien conocida la polimerización de cloruro de vinilo en dispersión acuosa. Cuando la dispersión y el polímero de cloruro de vinilo producido están en forma de finas gotitas o partículas que han sido estabilizadas mediante agentes emulsificantes y similares, en tal medida que la dispersión acuosa sea estable cuando se detenga cualquier agitación mecánica usada para mantenerla, el procedimiento de polimerización es conocido como polimerización en emulsión. Cuando la dispersión y el polímero de cloruro de vinilo producido están en forma de gotitas o partículas mayores, que coalescen y sedimentan de la fase acuosa se detiene la agitación mecánica, el procedimiento de polimerización es conocido como polimerización en suspensión. Los sistemas estabilizadores de suspensión están usualmente presentes en un procedimiento en suspensión para controlar el tamaño de partículas y asegurar que la suspensión no sea destruida durante la polimerización. La inestabilidad de muchos procedimientos de polimerización en suspensión es particularmente marcada en la etapa inicial de la polimerización, es decir, antes de que se consiga el 50% de la polimerización.

25
30 La polimerización en emulsión tiene ciertas ventajas sobre la polimerización en suspensión, ya que puede funcionar fácilmente con poco ensuciamiento del

388992



8 ABR 1977

5 reactor, con alta proporción entre material monómero/polí-
mero y fase acuosa. Además, si el agente emulsificante
empleado es una sal de un ácido graso saturado, esta últi-
ma puede ser incorporada fácilmente en el polímero de clo-
ruro de vinilo, y actuar como lubricante del mismo. Sin
embargo, en el aislamiento del producto es difícil elimi-
nar las partículas finas, que hacen difícil de manipular
al producto final. Además, las técnicas empleadas para
aislar el producto sólido final de la emulsión de políme-
10 ro, por ejemplo secado por pulverización, son caras de e-
fectuar, y frecuentemente afectan a las propiedades del
polímero aislado.

15 Un objeto de la presente invención es pro-
porcionar un procedimiento mejorado para polimerizar clo-
ruro de vinilo en dispersión acuosa y aislar el polímero
de la fase acuosa. Otro objeto es proporcionar tal proce-
dimiento, que origina polímeros de cloruro de vinilo que
tienen buena captación de plastificante, es decir, que pue-
den absorber cantidades útiles de plastificantes y tener
20 aún aspecto seco y conservar su forma en partículas.

25 Por tanto, la presente invención es un pro-
cedimiento que comprende polimerizar cloruro de vinilo ba-
jo condiciones de polimerización en emulsión acuosa, usan-
do como agente emulsificante un jabón de ácido graso satu-
rado, efectuando las siguientes etapas (a), (b) y (c) en
cualquier orden: (a) dejar que las partículas de polímero
de emulsión absorban cloruro de vinilo monómero, (b) hacer
que las partículas de polímero de emulsión formen aglomera-
dos dispersos relativamente mayores, (c) añadir un sistema
30 estabilizador de suspensión; y separando de la fase acuosa

388992



los aglomerados tras haber tenido lugar la cohesión de las partículas de polímero de emulsión de los aglomerados, debido a la acción del cloruro de vinilo.

5 Si se desea, el cloruro de vinilo de la polimerización en emulsión puede ser mezclado con otros monómeros que sean copolimerizables con él, con tal de que el copolímero formado no sea un copolímero formador de película, es decir, que sea incapaz de formar una película coherente cuando es depositado sobre un substrato adecuado a partir de una emulsión acuosa del mismo y se le deja
10 secar a temperatura menor de aproximadamente 10°C, por ejemplo, 5 a 10°C. Son ejemplos de comonómeros adecuados los ésteres acrilato tales como metacrilato de metilo y acrilato de etilo, ésteres vinílicos tales como acetato
15 de vinilo, cloruro de vinilideno, etileno y propileno.

La etapa de polimerización en emulsión del procedimiento ha de ser efectuada en presencia de uno de los agentes emulsificantes antes mencionados. Son ejemplos de tales agentes las sales de metal alcalino o amónicas de los ácidos láurico, esteárcio, palmítico y mirístico.
20 Las técnicas de polimerización en emulsión son bien conocidas, y están descritas, por ejemplo, en el volumen IX de la serie de monografías sobre química, física y tecnología de altos polímeros publicadas por Interscience
25 Publishers, Inc., Nueva York.

En la etapa de polimerización en emulsión de la presente invención pueden estar presentes los componentes usuales de la polimerización de cloruro de vinilo, por ejemplo, sistemas iniciadores de polimerización
30 (preferiblemente solubles en agua), modificadores de peso

388992:8



molecular, y similares. Se pueden emplear proporciones de fase usuales entre fases orgánica y acuosa.

5 El polímero de emulsión está presente como látex emulsificado o como una suspensión de partículas relativamente mayores, formadas por aglomeración de las partículas de polímero de emulsión cuando absorben el cloruro de vinilo, dependiendo de que la etapa (a) preceda o siga a la etapa (b).

10 Preferiblemente, la cantidad de cloruro de vinilo presente durante la etapa de aglomeración del procedimiento de la presente invención no es mayor que la cantidad que el polímero de cloruro de vinilo de emulsión pueda absorber bajo las condiciones reinantes, aunque si se desea se pueden emplear cantidades mayores. Se cree
15 que, con tal de que en la superficie de las partículas de polímero de emulsión se absorba el cloruro de vinilo suficiente para hacerlas blandas, se adherirán y estabilizarán a los aglomerados. Los aglomerados estabilizados tienen la estabilidad suficiente para ser separados de la fase
20 acuosa como tales, sin romperse en las partículas originales de pequeño tamaño. En la práctica, la proporción en peso entre el cloruro de vinilo monómero y polímero de cloruro de vinilo, cuando se efectúa la aglomeración, está comprendida entre 50:50 y 3:97, y preferiblemente entre
25 25:75 y 5:95.

30 En una realización del procedimiento según la presente invención, el cloruro de vinilo usado en la segunda etapa del procedimiento es parte del cloruro de vinilo presente durante la etapa de polimerización en emulsión. El polímero de cloruro de vinilo en emulsión absorbe

388992



5 cloruro de vinilo a medida que se forma, y así, durante la etapa de polimerización en emulsión, se presentará el punto en que el polímero de cloruro de vinilo formado habrá absorbido en él una cierta proporción de cloruro de vinilo. Después se pueden efectuar las etapas (b) y (c) del procedimiento de la presente invención, para completar al aglomeración de las partículas de polímero de emulsión antes de su aislamiento.

10 Para hacer que las partículas de polímero de emulsión se aglomeren según la etapa (b) del procedimiento según la presente invención, se han de alterar las condiciones del sistema de emulsión. Por ejemplo, en los casos apropiados, la dilución de la emulsión con agua, o una alteración del grado de agitación del sistema, harán que tenga lugar la aglomeración. Se ha de tener cuidado de asegurar que el cambio de condiciones en la emulsión acuosa no sea tan grande que cause la completa aglomeración del polímero, y por tanto su separación incontrolada de la fase acuosa. Se puede añadir cloruro de vinilo durante la etapa de aglomeración, o después de haberse completado esta etapa.

25 La aglomeración de las partículas de polímero de emulsión puede ser provocada reduciendo la eficacia del agente emulsificante empleado, por ejemplo, añadiendo iones multivalentes, por ejemplo iones calcio o aluminio, al sistema. En una realización preferida de la presente invención, el sistema en emulsión es destruido por adición de un ácido relativamente fuerte al sistema, es decir, un ácido que sea más fuerte que el ácido carboxílico del que se formó el jabón usado como agente emulsificante.

388992



5 Se añade a la dispersión un sistema estabiliza-
dor de suspensión para evitar la coagulación incontrolada
de la fase polímera dispersada, y/o para controlar las pro-
piedades del producto final. Los sistemas estabilizadores
de suspensión son bien conocidos, y pueden contener agen-
tes de suspensión del tipo orgánico o inorgánico, y pueden
ser solubles o insolubles en agua. Son ejemplos de agen-
tes de suspensión orgánicos adecuados el polialcohol viní-
lico, poliacetatos de vinilo parcialmente hidrolizados, u-
10 na sal soluble de copolímero de estireno-anhidrido maleico,
gelatina, éteres de celulosa tales como metilcelulosa, hi-
droxipropilmetilcelulosa e hidroxietilcelulosa. Son ejem-
plos de agentes de suspensión inorgánicos los fosfatos me-
tálicos escasamente solubles, tal como el hidroxapatito.
15 Se pueden usar mezclas de agentes de suspensión orgánicos
e inorgánicos, y de agentes de suspensión solubles e inso-
lubles en agua.

20 Se deja que el cloruro de vinilo se evapo-
re antes o después de haber separado de la fase acuosa los
aglomerados estabilizados. Como alternativa, puede elimi-
narse durante la etapa de separación. Generalmente es con-
veniente dejar que la mayor parte del cloruro de vinilo se
evapore antes de separar el polímero de la fase acuosa.

25 La temperatura a que se efectúan las diver-
sas etapas (a), (b) y (c) no parece ser crítica, desde lue-
go con tal de que la temperatura usada no esté por debajo
del punto de congelación de la fase acuosa (que puede con-
tener ingredientes anticongelantes) o por encima del punto
en el que se degrada el polímero.

30 El polímero de emulsión puede ser mezclado

388992



5 con otros polímeros de emulsión antes de la aglomeración. Esta técnica puede conducir a la producción de productos mezclados útiles: Se pueden formar mezclas útiles añadiendo al polímero de cloruro de vinilo de emulsión cualquiera de los aditivos conocidos para el policloruro de vinilo de que se dispone en dispersión acuosa. Son ejemplos de tales aditivos los agentes para dar resistencia tales como copolímeros de metacrilato/polibutadieno/estireno y copolímeros de acrilonitrilo/polibutadieno/estireno (ABS), y

10 coadyuvantes de tratamiento tales como copolímeros de estireno/acrilonitrilo y polimetacrilato de metilo. Un polímero formador de película que puede ser añadido con utilidad al policloruro de vinilo es el policloropreno.

15 El producto del procedimiento de la presente invención puede ser aislado por medios usados tradicionalmente para polímeros de suspensión. Los productos se comportan como polímeros de suspensión usuales, ya que pueden ser recuperados por técnicas simples de filtración o decantación, y además de los aglomerados conservan su identidad en procedimientos de recuperación adecuados. Esto ofrece un marcado contraste con el material polímero recuperado de los procedimientos usuales de polimerización en emulsión por coagulación del látex polímero.

20

25 Los productos del procedimiento de la presente invención tienen excelentes propiedades de absorción de plastificante, es decir, pueden absorber grandes cantidades de plastificantes líquidos conservando al tiempo su forma en partículas. Se halla que si se repite el procedimiento de la presente invención en ausencia del estabilizador de suspensión, el producto final tiene propiedades

30

388992

8 ABR 1958



inferiores de absorción de plastificante. Sorprendente-
mente, con un polímero de cloruro de vinilo en emulsión
que ha sido preparado usando un agente de emulsificación
distinto de los jabones usados como agentes de emulsifica-
ción en el procedimiento de la presente invención, la pre-
sencia o ausencia de agente de suspensión no ocasionó di-
ferencias en las propiedades de captación de plastifican-
te del producto final obtenido por tratamiento del políme-
ro en emulsión según las etapas del procedimiento de la
presente invención.

La presente invención se ilustra mediante
los siguientes ejemplos, siendo las partes mencionadas en
ellos en peso. En los ejemplos 1 a 5, el látex de PCV em-
pleado tenía un tamaño de partícula comprendido entre 0,05
y 0,3 micras, y había sido preparado por polimerización
de cloruro de vinilo en emulsión, usando aproximadamente
3 partes de estearato amónico como agente emulsificante,
por 100 partes cloruro de vinilo. La polimerización se
efectuó a 62°C usando un iniciador formado a partir de per-
sulfato amónico y metabisulfito sódico.

Ejemplo 1

Se preparó un polímero de cloruro de vinilo
con la siguiente receta:

25	Cloruro de vinilo	350 g
	Látex de PCV (34,5% de sólidos)	1100 g
	Alcotex 88-10 [®]	7 g
	Agua destilada	2050 g
	Acido acético (10% en peso/peso)	50 g
30	* Polialcohol vinílico, 88% de hidrólisis, viscosidad me- dia	

388992



5 El polialcohol vinílico fué disuelto en el agua, y esta solución fué mezclada con el látex en un reactor de acero inoxidable. Luego se purgó el reactor con nitrógeno, y se hizo el vacío. El cloruro de vinilo fue absorbido al mismo, y la mezcla fue agitada a 120 rpm durante 40 minutos, durante cuyos 10 últimos minutos se bombeó al mismo la solución de ácido acético. La velocidad del agitador fue aumentada a 700 rpm, y la carga fue calentada a 60°C durante 6 horas. Al final de este tiempo la carga fue enfriada, y se purgó a atmósfera.

10 El producto fue filtrado fácilmente, y dió un filtrado transparente. El examen microscópico de los aglomerados secos mostró que los tamaños variaron entre 50 y 300 micras. El producto tenía buenas propiedades de captación de plastificante, siendo capaz de absorber más del 60% de su propio peso de ftalato de dioctilo, sin perder su forma de partículas.

15 A título de contraste, se repitió el procedimiento en ausencia del agente de suspensión polialcohol vinílico. El producto obtenido tiene un tamaño de partícula comprendido entre 20 y 150 micras, y presentó una captación de plastificante sustancialmente menor.

Ejemplo 2

25 Se preparó un polímero de cloruro de vinilo con la siguiente receta:

Cloruro de vinilo	350 g
Látex de PCV (34,5% de sólidos)	1100 g
Agua destilada	2050 g
Alcotex 88-10 ^{ME}	7 g
30 Acido acético (10% en peso/peso)	50 ml

* Polialcohol vinílico, 88% de hidrólisis, viscosidad media.

3889928



5 Se cargaron en un reactor de acero inoxidable 1550 g de agua destilada y todo el látex. El reactor fué purgado con nitrógeno y la mezcla fue agitada a 120 rpm durante 10 minutos. Enseguida se bombeó la solución de ácido acético, con agitación, durante otro período de 10 minutos. La velocidad del agitador fué aumentada a 700 rpm, y se agitó la mezcla durante 10 minutos. Tras hacer el vacío en el reactor, se absorbió al mismo el cloruro de vinilo. La mezcla fué agitada a 700 rpm durante 10 minutos. Se bombeó al reactor una solución del polialcohol vinílico en 500 ml de agua destilada, con agitación durante otro período de 30 minutos. La carga fué calentada hasta 60°C, y mantenida a esta temperatura, con agitación, durante 6 horas. Al final de este período, el reactor fué puesto a atmósfera.

15 El producto fué separado de la fase acuosa por una centrifuga de cesta, y el líquido acuoso tenía un contenido de sólidos de 0,1%. El examen microscópico de los aglomerados secos mostró que sus tamaños estaban comprendidos entre 20 y 150 micras.

20 El producto tenía propiedades de captación de plastificante similares a las del producto del ejemplo 1. La repetición del procedimiento, sin añadir la solución de polialcohol de vinílico, dió un producto que tenía un tamaño de partículas comprendido entre 10 y 70 micras, que formó una suspensión con el ftalato de dioctilo (10 g de polímero - 6 g de plastificante).

Ejemplo 3

25 Se preparó un polímero de cloruro de vinilo con la siguiente receta:

388992

8 APR 1954

	Cloruro de vinilo	350 g
	Látex de PCV (34,5% de sólido)	1100 g
	Agua destilada	2050 g
	Alcotex 88-10 ^m	7 g
5	Acido acético (10% en peso/peso)	50 ml

* Polialcohol vinílico, 88% de hidrólisis, viscosidad media

10 1550 g de agua destilada, y el látex, fueron cargados en un reactor de acero inoxidable que fué purgado con nitrógeno y en el que se hizo el vacío. El cloruro de vinilo fué absorbido al reactor, y la mezcla fué agitada a 120 rpm durante 10 minutos. Se bombeó al reactor una solución de polialcohol vinílico en 500 ml de
15 agua destilada, con agitación, durante otro período de 30 minutos. Tras agitar la mezcla durante otros 10 minutos la solución de ácido acético fué bombeada durante otro período de 10 minutos. La velocidad del agitador fué aumentada hasta 700 rpm, y la mezcla fué agitada durante 6 ho-
20 ras, tras lo cual el reactor fué puesto a atmósfera.

25 El producto fué separado de la fase acuosa por una centrífuga de cesta, y dió un líquido acuoso transparente. El examen microscópico de los aglomerados secos mostró que sus tamaños estaban comprendidos entre 20 y 200 micras.

Ejemplo 4

Se preparó un polímero de cloruro de vinilo con la siguiente receta:

388992

8 ABR



	Cloruro de vinilo	350 g
	Látex de PCV (34,5% de sólidos)	1100 g
	agua destilada	2050 g
	Alcotex 88-10 [™]	7 g
5	Acido acético (10% en peso/peso)	50 ml

* Polialcohol vinílico, 88% de hidrólisis, viscosidad media

10 Se cargaron 1550 g de agua destilada, y el látex, en un reactor de acero inoxidable que fué purgado con nitrógeno. Se hizo el vacío en el reactor, y la mezcla fué agitada a 120 r.p.m durante 10 minutos. Enseguida se bombeó la solución de ácido acético, con agitación, durante otro periodo de 10 minutos. La velocidad del agitador fué aumentada a 700 rpm, y la mezcla fué agitada durante otros 10 minutos. Tras ello, se hizo de nuevo el vacío en el reactor, y se absorbió el cloruro de vinilo al mismo. Se bombeó al reactor una solución del polialcohol vinílico en 500 ml de agua destilada, con agitación a 700 rpm, y luego se continuó la agitación durante otras 8 horas. Al final de este período el reactor fué puesto a atmósfera.

15
20
25 El producto fué separado fácilmente de la fase acuosa mediante una centrífuga de cesta, y dió un filtrado transparente que no contenía virtualmente material sólido. El examen microscópico de los aglomerados secos mostró que su tamaño variaba entre 10 y 100 micras.

Ejemplo 5

30 Se preparó un cloruro de vinilo polímero con la siguiente receta:

388992



Cloruro de vinilo	350 g
Látex de PCV (34,5% de sólidos)	1100 g
Agua destilada	2050 g
Alcotex 88-10 ^m	7 g

5 * Polialcohol vinílico, 88% de hidrólisis, viscosidad media

10 1500 g de agua destilada, y el látex de PCV, fueron vertidos en un reactor de acero inoxidable de 3,8 litros, que luego fué cerrado y purgado, y se hizo en él el vacío. El cloruro de vinilo fué absorbido al reactor, y la mezcla fué agitada durante 10 minutos a 700 rpm. Enseguida se bombeó al reactor una solución del polialcohol vinílico en 500 ml de agua destilada. Luego se calentó la carga a 60°C, agitando aún a 700 rpm, durante 8 horas. Luego, el reactor fué enfriado y puesto a atmósfera. El producto fué separado fácilmente de la fase acuosa mediante una centrífuga de cesta, y dió un filtrado transparente que no contenía material sólido. El examen microscópico de los aglomerados secos mostró que sus tamaños variaban entre 10 y 60 micras.

15 20 Todos los productos de los ejemplos 3 a 5, inclusive, tenían buena captación de plastificante, equivalente a al menos 60% de su propio peso.

Ejemplo 6

25 Se emplearon los siguientes ingredientes:

Cloruro de vinilo	30 g
Agua destilada	1100 g
Látex de PCV (31,6% de sólidos)	1800 g
Acido acético glacial	85 ml
30 Cellosize QP4400 (hidroxietilcelulosa)	3,5 g
Methocell 65HG (hidroxipropilmetilcelulosa)	3,5 g

388992



5 El látex de PCV fué preparado efectuando la polimerización en emulsión de cloruro de vinilo a 50°C, usando un sistema iniciador a base de persulfato amónico y metabisulfito sódico. Los emulsificantes del látex fueron palmitato y miristato amónico (2 partes de cada uno por 100 de monómero).

10 El cellosize y Methocell fueron disueltos en el agua destilada, y el látex fue añadido a la solución agitada. La mezcla fué cargada en un reactor de acero inoxidable que fué cerrado herméticamente. El reactor fué purgado con nitrógeno, y la mezcla fué agitada a 200 rpm durante 10 minutos. Enseguida se bombeó el ácido acético con agitación, durante otro periodo de 10 minutos. Tras hacer el vacío en el reactor, el cloruro de vinilo fué absorbido al mismo. La mezcla fué agitada a 700 rpm durante 1 hora, a 20°C. Al final de este período, el reactor fué puesto a atmósfera.

20 El producto fué separado fácilmente de la fase acuosa mediante una centrífuga de cesta, y dió un filtrado transparente. Luego fué lavado con agua en la centrífuga, y secado en un horno de vacío a 45°C. El producto absorbió hasta su propio peso de plastificante, antes de formar una pasta viscosa.

Ejemplo 7

25 Se emplearon los siguientes ingredientes:

Cloruro de vinilo	100 g
Agua destilada	1200 g
Látex de PCV (29% de sólidos)	2000 g
Acido fosfórico (20%)	400 ml
30 Cellosize QP 4400	3,5 g
Methocell 65HG	3,5 g

388992

8 ABR 1971



5 El látex de PCV fué preparado efectuando la polimerización en emulsión de cloruro de vinilo a 60°C, usando un sistema iniciador a base de persulfato amónico y metabisulfito sódico. El emulsificante del látex fué laurato amónico (2,5 partes por 100 de monómero).

10 El látex y 700 g de agua destilada fueron cargados en un reactor de acero inoxidable que luego fué cerrado. Después se agitó la mezcla a 200 rpm durante 20 minutos. Durante los 10 primeros minutos se añadió la solución de ácido fosfórico, y durante los 10 últimos minutos se añadió una solución del Cellosize y Methocell en 500 g de agua destilada. Tras purgar el reactor con nitrógeno, y hacer luego el vacío, el cloruro de vinilo fué absorbido al mismo. Luego se agitó la carga a 700 rpm durante 1 hora. Al final de este periodo el reactor fué puesto a atmósfera.

15 El producto fué separado fácilmente de la fase acuosa mediante una centrífuga de cesta, y dió un filtrado transparente. Luego fué lavado con agua en la centrífuga, y secado en un horno de vacío a 45°C. Tenía buena captación de plastificante.

Ejemplo 8

Se emplearon los siguientes ingredientes:

Cloruro de vinilo	350	g
25 Látex de PCV (31,1% de sólidos)	1130	g
Agua destilada	2500	g
Acido fosfórico (60% en peso/vol.)	80	ml
Methocell 65HG	3,5	g
30 Cellosize QP 4400	3,5	g

388992

8 ABR 1961



5 El látex de PCV fué preparado efectuando la polimerización en emulsión de cloruro de vinilo a 60°C, usando un sistema iniciador a base de persulfato amónico y metabisulfito sódico. El emulsificante del látex fué laurato potásico (3 partes por 100 de monómero).

10 El látex y 1500 g de agua destilada fueron cargados en un reactor de acero inoxidable. El reactor fué cerrado herméticamente, y purgado con nitrógeno. Tras hacer el vacío en el reactor, el cloruro de vinilo fué absorbido al mismo. La mezcla fué agitada a 200 rpm durante 40 minutos. Durante los 10 primeros minutos se bombeó al reactor el ácido fosfórico. Durante el resto del período se bombeó al reactor una solución del Methocell 65HG y Cellosize QP 4400 en el agua destilada restante. La velocidad del agitador fué aumentada a 700 rpm, y la carga fué agitada a 20°C durante 10 minutos. Al final de este período, el reactor fué puesto a atmósfera. El producto fué separado fácilmente de la fase acuosa por una centrífuga de cesta, y dió un filtrado transparente. Luego fué lavado con agua en la centrífuga, y secado en un horno de vacío a 45°C.

Ejemplo 9

Se usaron los siguientes ingredientes:

25	Cloruro de vinilo	85 g
	Látex de PCV (27% de sólidos)	1800 g
	Agua destilada	1300 g
	Cloruro cálcico (solución acuosa al 10%)	300 ml
	Gohsenol (polialcohol vinílico)	7 g

30 El látex de PCV fué preparado efectuando la polimerización en emulsión de cloruro de vinilo a 60°C,

388992



usando un sistema iniciador a base de persulfato amónico y metabisulfito sódico. El emulsificante del látex fué estearato amónico (3 partes por 100 de monómero).

5 El método adoptado en este ejemplo fué similar al del ejemplo 8, salvo en que el coagulador fué cloruro cálcico en vez de ácido fosfórico, y que el agente de suspensión fué Gohsenol en vez de Methocell 65HG y Cellosize QP 4400. El producto fué separado fácilmente de la fase acuosa mediante una centrífuga de cesta, y dió
10 un filtrado transparente. Luego fué lavado con agua en la centrífuga, y secado en un horno de vacío a 45°C. Tenía buena captación de plastificante.

Ejemplo 10

Se emplearon los siguientes ingredientes:

15	Cloruro de vinilo	190 g
	Agua destilada	2000 g
	Látex de PCV (30,3% de sólidos)	1890 g
	Gohsenol	7 g
	Acido fosfórico (20%)	90 ml

20 El látex de PCV fué preparado efectuando la polimerización en emulsión de cloruro de vinilo a 60°C, usando un sistema iniciador a base de persulfato amónico y metabisulfato sódico. El emulsificante del látex fué laurato potásico (3 partes por 100 de monómero).

25 El método adoptado en este ejemplo fué similar al del ejemplo 6, salvo que el coagulante fué ácido fosfórico en vez de ácido acético y el agente de suspensión fué Gohsenol en vez de Cellosize y Methocell. La carga fué agitada durante 10 minutos en vez de 1 hora. El
30 producto fué separado fácilmente de la fase acuosa mediante



una centrífuga de cesta, y dió un filtrado transparente. Luego fué lavado con agua en la centrífuga, y secado en un horno de vacío a 45°C. Tenía buena captación de plastificante, y absorbió su propio peso de ftalato de dioctilo antes de formar una pasta viscosa.

5

Ejemplo 11

Se emplearon los siguientes ingredientes:

	Cloruro de vinilo	1000 g
	Agua destilada	2600 g
10	Acido esteárico	60 g
	Amoniaco (0,88)	70 ml
	Persulfato amónico	0,2 g
	Metabisulfito sódico	0,05 g
	Alcotex 88-10 (polialcohol vinílico)	5 g
15	Acido acético glacial	80 ml

El amoníaco y ácido esteárico (que forman estearato amónico), persulfato amónico, metabisulfato sódico y 2000 g del agua destilada fueron cargados en un reactor de acero inoxidable, que fué purgado con nitrógeno y en el que se hizo vacío. El cloruro de vinilo fué absorbido al mismo, y la carga fué agitada a 300 rpm. La polimerización fué iniciada, y mantenida calentando la carga a 50°C durante 6 horas. Tras este período, la conversión de cloruro de vinilo fué 93%. El reactor fué enfriado a 20°C, y se bombeó al reactor una solución del alcotex 88-10 en 200 g de agua destilada, seguida por el ácido acético glacial y el resto del agua destilada. La velocidad del agitador fué aumentada a 700 rpm durante 10 minutos. Tras este período, el cloruro de vinilo fué purgado a atmósfera.

20

25

30

388992

8 ABR 1971



5 El producto fué separado fácilmente de la fase acuosa mediante una centrífuga de cesta, y dió un filtrado transparente. Luego fué lavado con agua en la centrífuga, y secado en un horno de vacío a 45°C. Tenía buena captación de plastificante, y absorbió 8 g de ftalato de dioctilo por 10 g de polímero, antes de formar pasta viscosa.

10 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, con fecha 9 de Marzo de 1970 bajo el número 11071/70, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

REIVINDICACIONES

20

25 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:

25

30 1.- Procedimiento que comprende polimerizar cloruro de vinilo bajo condiciones de polimerización en emulsión acuosa, usando como agente emulsificante un jabón de ácido graso saturado, efectuando las siguientes etapas (a), (b) y (c) en cualquier orden: (a) dejar que

30


2.4.71

388992



5 las partículas de polímero en emulsión absorban cloruro de vinilo monómero, (b) hacer que las partículas de polímero en emulsión formen aglomerados dispersos relativamente mayores, y (c) añadir un sistema estabilizador de suspensión; y separando los aglomerados de la fase acuosa tras haberse adherido las partículas de polímero en emulsión de los aglomerados, debido a la acción del cloruro de vinilo.

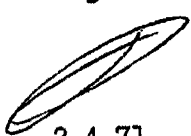
10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, donde el agente emulsificante, jabón de ácido graso saturado, es una sal de metal alcalino o amónica de ácido láurico, esteárico, palmítico o mirístico.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, donde la proporción en peso entre cloruro de vinilo monómero y polímero de cloruro de vinilo, cuando se efectúa la aglomeración, está comprendida entre 50:50 y 3:97.

20 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el cloruro de vinilo usado en la segunda etapa del procedimiento es parte del cloruro de vinilo presente durante la polimerización en emulsión.

25 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde se hace que las partículas de polímero de emulsión formen aglomerados dispersos relativamente mayores, por adición al sistema de un ácido que sea fuerte, en relación al ácido del que se forma el agente emulsificante.

30 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el sistema estabiliza-


2.4.71

38899 28 ABR



dor de suspensión comprende un agente de suspensión orgánico.

7.- Un procedimiento para la producción de polímeros de cloruro de vinilo por polimerización de cloruro de vinilo en dispersión acuosa.

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

La presente Memoria consta de veintidos hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

8 ABR 1971

P.A.

Alfredo de Elorza
Por Poder

2.4.71

A.A.B.