

413312



FG 14-4-75

Int. Cl.: C 08 F

7319

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

RESIDENCIA: WILMINGTON, Delaware, U.S.A.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE SOLUCIONES DE POLIMEROS EN LIQUI-
DOS ORGANICOS.

Prioridad: Patente estadounidense n.º 240.766 del 3.4.72



413312

1 mente en el líquido orgánico debido a los cambios químicos o físicos en el polímero causados por el proceso de secado.

5 Existe la necesidad de un nuevo y beneficiosamente útil método para convertir un látex de un polímero en una solución polimérica. También existe la necesidad de una forma de preparación de un látex polimérico que permita convertir el látex en una solución polimérica directamente (sin separar primero el agua), ya sea inmediatamente o después de que el látex ha sido sometido a las condiciones normales de almacenamiento y transporte.

10

COMPENDIO DE LA INVENCION

Esta invención proporciona un procedimiento que consiste en:

15 (A) preparar un látex polimérico que es el producto de la polimerización de por lo menos un monómero en una emulsión acuosa alcalina que contiene un emulgente aniónico seleccionado entre el grupo formado por jabón de resina natural, jabones de resina natural modificada y jabones de ácidos grasos y

20 (B) mezclar con dicho látex alrededor de 0,5 a 2,0 equivalentes, por equivalente de dicho emulgente aniónico presente en el látex, de un sensibilizante que es soluble en el látex y está seleccionado entre el grupo formado por aminas y compuestos de amonio cuaternario con un centro aniónico y un centro catiónico y con un grupo hidrocarbilo que contiene como mínimo 6 átomos de carbono.

25

La invención también proporciona el nuevo látex polimérico sensibilizado obtenido mediante este procedimiento.

30 El látex sensibilizado resultante es un artículo comercial útil que puede ser convertido directamente en una

30

413312



1 solución de polímero simplemente por adición de un disolven-
te orgánico adecuado y un ácido en la forma que se describe
más adelante. Esta "operación de conversión" puede realizar-
se inmediatamente o después de que el látex sensibilizado ha
5 sido sometido a almacenamiento y transporte.

DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

Una realización especialmente útil de la invención
consiste en mezclar con el látex sensibilizado resultante de
la etapa (B):

10 (1) un líquido orgánico que es un disolvente del polí-
mero y es sustancialmente inmiscible con el agua y

(2) un ácido en cantidad suficiente para que la mez-
cla resultante tenga un pH de 1 a 6 aproximadamente, forman-
do con ello una composición en la que el polímero está en
15 solución en el líquido orgánico

y separar prácticamente la totalidad del agua de la composi-
ción resultante.

El látex proporcionado en la etapa (A) preferiblemente
presenta un contenido en polímero del orden del 30-70 % en
20 peso y un pH de 7,2 a 13 aproximadamente. Sin embargo, con
frecuencia se prefiere diluir el látex con agua hasta un con-
tenido en polímero del orden del 24-28 % en peso antes de
convertir el látex en una solución mediante este proceso de
conversión.

25 El pH del látex se mantiene por lo menos ligeramente
por encima de 7 antes de la operación de conversión para
mejorar su estabilidad de almacenamiento. En la preparación
del látex de la etapa (A), puede utilizarse como emulgente
(jabón) cualquier sal soluble en agua conocida adecuada
30 (v.g. sal potásica, sódica o amónica) de por lo menos uno

413312

- 5 -



1 de los siguientes compuestos: resina natural, ácido graso
y resina natural modificada (v.g. resina natural hidrogena-
da, desproporcionada o parcialmente polimerizada). Un emul-
gente típico de este tipo está descrito en la patente esta-
5 dounidense 3.392.134 (v.g. en la columna 3).

Se prefiere en muchas aplicaciones utilizar un látex
de un polímero de cloropreno seleccionado entre los siguien-
tes: policloropreno y copolímeros de alrededor de 50-99 %
en peso de cloropreno y alrededor de 1-50 % en peso de un
10 monómero copolimerizable con aquél. También son útiles otros
polímeros conocidos que pueden ser preparados en una emul-
sión acuosa alcalina como se describe en la etapa (A) y que
poseen el grado deseado de insolubilidad en agua, resisten-
cia a los ácidos, solubilidad en un disolvente orgánico y
15 otras propiedades de acuerdo con los requisitos de una apli-
cación particular del producto. Son ejemplos de procedimien-
tos conocidos útiles para la preparación de un látex de
acuerdo con la etapa (A) de este procedimiento los descri-
tos en el Ejemplo 1 de la patente estadounidense 3.300.433
20 (columna 4, líneas 56-74), Ejemplo 1 de la patente estado-
unidense 3.318.834 (columna 5, líneas 15-35) y patente es-
tadounidense 3.079.365 (procedimientos A-1 y A-4 de la co-
lumna 4). Los procedimientos útiles para la preparación de
otras composiciones de látex conocidas de acuerdo con la
etapa (A) son muy conocidos en la técnica.

25 La cantidad preferida de sensibilizante para utilizar
en la Etapa (B) está comprendida habitualmente entre unos
0,6 y 1,5 equivalentes por equivalente del emulgente anió-
nico. Un equivalente del emulgente aniónico puede ser defi-
nido como su peso equivalente calculado dividiendo el peso
30

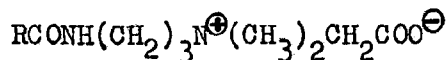
413312



1 molecular por el número de aniones carboxilato por molécula. Un peso equivalente del sensibilizante se calcula análogamente dividiendo su peso molecular por el número de grupos amonio cuaternario o grupos amino por molécula.

5 Durante la etapa (B), la temperatura del látex puede ser cualquier temperatura que no le perjudique (v.g. que no produzca coagulación) y que permita que el sensibilizante se disuelva en el látex.

10 Entre los sensibilizantes más útiles para emplear en la etapa (B) se encuentran la C-cetilbetaína, N-cetilbetaína y N-(3-cocoamidopropil)betaína. En el compuesto cocoamido que acabamos de mencionar, el término "coco" se refiere a los grupos alquilo (v.g. grupos alquilo C₁₂, C₁₄, etc.) presentes en la mezcla de ácidos que se obtiene por hidrólisis del aceite de coco. Este compuesto cocoamido responde a la fórmula:



15 donde RCO deriva de los ácidos del aceite de coco. Este compuesto también es conocido en la técnica por el nombre de sal interna de hidróxido (carboximetil)(dimetil)(3-acilamidopropil)amónico; el acilo deriva de los ácidos del aceite de coco.

20 Otros sensibilizantes útiles pueden ser ilustrados por compuestos como la N-estearilbetaína, betaína de ácido estearilamoniosulfónico, betaína de ácido cetilamonio-sulfónico y otras betaínas conocidas dentro de la descripción de sensibilizante dada anteriormente en la etapa (B). Estas betaínas contienen dentro de cada molécula un catión amonio cuaternario y un anión carboxilato o sulfonato y el grupo hidrocarbilo específico se encuentra sobre un átomo de ni-

30

413312

- 7 -



1 trógeno o un átomo de carbono. Los sensibilizantes útiles
son también ilustrados por compuestos como el ácido N-coco-
beta-aminopropiónico, N-dodecilglicina, N-hexadecilglicina,
N-octadecilglicina, N-dodecilalanina, N-dodecil-beta-alanina,
5 N-hexadecil-beta-alanina, ácido 2-amino-octadecanoico, ácido
2-aminomirístico y otras aminas dentro de la descripción de
sensibilizantes dada. El grupo hidrocarbilo del sensibilizan-
te contiene por lo menos 6 átomos de carbono (preferiblemen-
te por lo menos 12); sin embargo, el número de átomos de
10 carbono no debe ser tan grande que impida que el sensibili-
zante sea soluble en el látex en la cantidad utilizada. Es
evidente que la solubilidad de un sensibilizante particular
en el látex depende hasta cierto punto del pH y de la tempe-
ratura del látex. Algunos de los sensibilizantes más útiles
15 son solubles en agua pura o en agua débilmente alcalina
(v.g. a un pH de 7,1 a 8 aproximadamente). Algunos sensibi-
lizantes son solubles solamente en agua (o en un látex) que
se ha alcalinizado lo suficiente para tener un pH muy supe-
rior a 8.

20 El ácido que se mezcla con el látex sensibilizado para
obtener el grado de acidez necesario en la operación de con-
versión es preferiblemente ácido sulfúrico, ácido clorhí-
drico o ácido nítrico. Preferiblemente estos ácidos se dilu-
yen primero con agua hasta un contenido en ácido del orden
25 del 1 al 5 % en peso. Esto hace más fácil la adición del
ácido sin coagulación del látex. En muchos casos se prefie-
re agregar ácido suficiente a la composición polimérica pa-
ra que la mezcla resultante tenga un pH de 3 a 4 aproxima-
damente. El uso del ácido en combinación con los sensibili-
zantes particulares indicados en la etapa (B) más el emul-
30



1 gente y el líquido orgánico requeridos da lugar a una con-
versión sorprendentemente efectiva de la composición, de una
dispersión acuosa del polímero en una solución del políme-
ro en el líquido orgánico. El polímero es transferido direc-
5 tamente de la fase acuosa a la fase disolvente orgánica du-
rante esta nueva operación de conversión.

En algunas aplicaciones, el líquido orgánico que se
mezcla con el látex sensibilizado es un líquido suficiente-
mente volátil para que pueda ser evaporado de la solución
10 polimérica resultante a una temperatura inferior a la tempe-
ratura de descomposición del polímero. Esto es cierto, por
ejemplo, cuando se preparan varios adhesivos y composicio-
nes de revestimiento que pueden ser secadas por evaporación
del disolvente orgánico después de haber sido aplicadas a
15 un substrato. En otras aplicaciones, se utiliza un líquido
orgánico que es sustancialmente no volátil a las temperatu-
ras más altas a las que puede ser sometido el producto du-
rante su preparación y uso, por ejemplo temperaturas inme-
diatamente inferiores a la de descomposición del polímero.
20 Son aplicaciones ilustrativas el uso de los aceites diluyen-
tes del caucho conocidos cuando se preparan composiciones de
caucho diluídas con aceite para la manufactura de productos
moldeados de caucho y el uso de un plastificante en una com-
posición plástica. También es posible utilizar combinacio-
25 nes de líquidos orgánicos volátiles y no volátiles en este
procedimiento, evaporándose el líquido volátil durante la
preparación del producto final y permaneciendo el líquido
no volátil en la composición del producto final.

30 Se utiliza un líquido orgánico (disolvente) con una
solubilidad suficiente para el polímero de manera que este

413312

- 9 -



1 último se encuentre en solución en el disolvente después de
que se han mezclado íntimamente con la composición los com-
ponentes ácido y disolvente. Con frecuencia se prefiere uti-
lizar un disolvente capaz de disolver al polímero a tempe-
5 raturas normales de unos 15-30°C. Pueden utilizarse procedi-
mientos y tablas conocidos para considerar los parámetros
de solubilidad y las uniones de hidrógeno como ayuda en la
selección de los líquidos orgánicos que poseen la solubili-
dad deseada para los polímeros a utilizar. Por ejemplo, pue-
de utilizarse la información dada por E.P. Lieberman en
10 "Official Digest" de la Federation of Societies for Paint
Technology, Volumen 34, nº 444, págs. 30-50 (enero 1962).

En este procedimiento de conversión que consiste en
convertir el látex sensibilizado resultante de la etapa (B)
15 en una composición en la que el polímero se encuentra en so-
lución en el líquido orgánico, se prefiere en muchos casos
mezclar la totalidad o parte del líquido orgánico con el
látex antes de añadir el ácido. También es posible agregar
parte del ácido antes de añadir nada del líquido orgánico,
20 siendo la cantidad de ácido inicialmente añadida menor que
la cantidad predeterminada necesaria para la operación de
conversión. Después se añade el líquido orgánico en la can-
tidad predeterminada necesaria para la operación de conver-
sión, seguido de la adición del resto de la cantidad pre-
25 determinada de ácido necesaria para una conversión efectiva
del látex en una solución de polímero. También es posible
en algunos casos añadir inicialmente la totalidad del áci-
do, especialmente cuando el disolvente se agrega muy poco
después. La adición del ácido y del disolvente orgánico pue-
30 de efectuarse a una temperatura comprendida entre las tempe-

413312



1 raturas ambientes normales o ligeramente menores y tempera-
turas elevadas que no sean perjudiciales para los ingredien-
tes de la composición. El experto en la técnica, una vez
leída esta descripción, no tendrá ninguna dificultad en se-
5 leccionar las condiciones de operación y los ingredientes
adecuados para adaptarse a las necesidades de una aplica-
ción particular de esta invención.

10 Para eliminar la totalidad del agua (fase acuosa)
(v.g. alrededor del 90-100 %) de la composición resultante
de la operación de conversión, puede emplearse cualquier mé-
todo conocido adecuado de separación de líquidos, por ejem-
plo sedimentación, decantación, uso de un embudo separador,
uso de una centrífuga o combinación de dos o más de estos
15 métodos. Es especialmente útil el método centrífugo cuando
la composición presenta un contenido en líquido orgánico re-
lativamente bajo, cuando el líquido orgánico o la fase acuo-
sa es bastante viscoso o cuando es importante que no quede
absolutamente nada de agua en el producto. En muchos casos
es aconsejable reducir el contenido en agua de la solución
de polímero producida a alrededor de 0-1 % en peso.
20

25 Los aditivos conocidos por su utilidad en la manufac-
tura de los adhesivos poliméricos, composiciones de reve-
stimiento y similares pueden ser agregados a las composicio-
nes obtenidas mediante el nuevo procedimiento; por ejemplo;
agentes de curado, agentes que aumentan la pegajosidad, re-
sinas, agentes colorantes, fungicidas y estabilizantes.

30 La invención proporciona un procedimiento que es útil
para la manufactura de un látex polimérico sensibilizado
que puede ser convertido en una solución de polímero de for-
ma rápida y económica. La operación de conversión puede efec-



413312

1 tuarse sobre el látex recién preparado o sobre un látex que
ha sido almacenado o transportado. La invención también pro-
porciona un procedimiento para convertir directamente una
composición de látex polimérico en una composición en solu-
5 ción constituida por una solución del polímero en un líqui-
do volátil o no volátil. Un resultado beneficioso de la in-
vención es que puede prepararse un látex sensibilizado que
es bastante estable para que pueda ser almacenado o transpor-
tado pero que puede ser fácilmente convertido más tarde en
10 una solución de polímero mediante simple adición de disol-
vente y ácido diluido. No hay ninguna necesidad de efectuar
la operación de conversión muy poco después de haber agrega-
do el sensibilizante, aunque en algunos casos puede prefe-
rirse hacerlo así. La invención también permite realizar un
15 proceso de conversión cuando una proporción relativamente
grande (v.g. alrededor del 90-98 %) del agua presente en la
composición se separa de la fase orgánica una vez completa-
da la operación de conversión.

20 El nuevo procedimiento de conversión es muy útil para
la manufactura de adhesivos, composiciones impregnantes,
composiciones formadoras de película, composiciones de re-
vestimiento y similares que pueden ser aplicadas a sustra-
tos (incluidos los substratos sensibles al agua) y secadas
por evaporación del disolvente orgánico. También es útil
25 para la manufactura de composiciones de caucho diluidas con
aceite y de composiciones plásticas que contienen un plasti-
ficante. Pueden mezclarse cargas conocidas, pigmentos y
otros aditivos con la composición antes o después de sepa-
rar los componentes volátiles. Naturalmente, puede separar-
se cualquier disolvente volátil inicialmente presente en es-

30



413312

1 tas composiciones por métodos conocidos si se necesita un
material seco; una aplicación típica sería la manufactura
de productos moldeados.

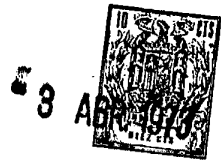
5 Los siguientes ejemplos ilustran la invención; todas
las cantidades se dan en peso salvo indicación en contrario.

EJEMPLO 1

10 Se prepara un látex de policloropreno sensibilizado,
que es útil para la manufactura de una solución de polímero,
mediante las siguientes operaciones: (1) proporcionar 3,5
partes de un emulgente aniónico constituido por resina de
madera desproporcionada que ha sido parcialmente neutrali-
zada con carbonato sódico de manera que su índice de acidez
sea de 140; (2) formar una solución en 100 partes de cloro-
preno de la resina modificada obtenida en la etapa (1) y
15 0,16 partes de dodecilmercaptano; (3) formar una emulsión
mezclando la solución resultante con 115,9 partes de una so-
lución acuosa de 0,55 partes de hidróxido sódico, 0,54 par-
tes de sulfito sódico, 0,005 partes de la sal sódica de áci-
do antraquinon-2-sulfónico, 0,10 partes de formaldehído-sul-
foxilato sódico y 0,50 partes de un agente tensoactivo que
20 es la sal sódica del producto de condensación de ácido
naftalensulfónico con formaldehído; (4) enfriar la emulsión
a 15°C e introducirla en un matraz de polimerización pro-
visto de una atmósfera de nitrógeno; (5) iniciar la polime-
rización del cloropreno mezclando con la emulsión una solu-
25 ción de catalizador constituida por 2,47 partes de agua,
0,0035 partes de hidroperóxido de cumeno, 0,0025 partes de
octilfenoxipolietoxietanol, 0,025 partes de persulfato potá-
sico y 0,0012 partes de antraquinon-2-sulfonato sódico; (6)
30 enfriar la mezcla resultante a 10°C y mantenerla a esta tem-

413312

- 13 -



1 peratura mediante una camisa refrigerante situada sobre el
matraz mientras se añade una solución de catalizador que
contiene las proporciones de ingredientes descritas en la
etapa (5), a una velocidad suficiente para mantener una ve-
5 loidad prácticamente constante de polimerización y mientras
se permite que la polimerización prosiga hasta que el peso
específico de la mezcla llega a 1,075, indicando que alrede-
dor del 80 % del monómero se ha convertido en policloropre-
no; (7) ajustar la temperatura de la mezcla a 20°C e inte-
10 rrumpir la polimerización por adición a la mezcla de una
emulsión formada mezclando los componentes 7a y 7b, siendo
el componente 7a una solución en 0,75 partes de agua de
0,022 partes de laurilsulfato sódico y 0,023 partes de sal
sódica del producto de condensación de ácido naftalensulfó-
15 nico con formaldehído y siendo el componente 7b una solución
en 1,6 partes de tolueno de 0,025 partes de fenotiazina y
0,025 partes de di(terc-butil)hidroquinona; (8) separar el
monómero residual y parte del agua por cualquier medio cono-
cido adecuado, por ejemplo destilando en corriente de va-
20 por el látex polimérico resultante en la forma descrita en
la patente estadounidense 2.467.769 (véase la columna 5, lí-
neas 27-52, salvo el contenido en sólidos) para obtener un
látex cuyo contenido en sólidos es alrededor del 41,5 %; (9)
mezclar con el látex resultante ácido sulfúrico acuoso al
25 2 % suficiente para reducir el pH del látex a 9,0 y (10) mez-
clar con cada 100 partes del látex 4,9 partes de una solu-
ción acuosa al 34 % del sensibilizante C-cetilbetaína. El
látex contiene ahora 1,1 equivalentes del sensibilizante por
equivalente del jabón de resina natural modificada (emulgen-
te aniónico) allí presente.
30

413312

- 14 -



1 Cuando el látex de policloropreno sensibilizado re-
sultante se almacena durante 16 semanas a 22°C, se encuen-
tra que no ha sido perjudicado por el periodo de almacena-
5 miento y, como el látex recién preparado, es útil para la
manufactura de una solución de policloropreno por el proce-
dimiento de conversión de esta invención.

EJEMPLO 2

10 Se prepara una solución de policloropreno mediante las
siguientes operaciones: (a) mezclar 100 g del látex de poli-
cloropreno sensibilizado preparado en la forma descrita en
el Ejemplo 1 con 112 g de agua; (b) mezclar el látex diluí-
do con 135 g de un disolvente orgánico del policloropreno,
sustancialmente no miscible con agua, constituido por 50 %
15 de hexano y 50 % de tolueno; (c) añadir a la composición
resultante con agitación ácido sulfúrico acuoso al 2 % en
cantidad suficiente para que el pH de la composición sea
de 3,5; (d) sacudir la composición resultante fuertemente
durante 1 hora en un frasco de 453,12 cc montado sobre un
sacudidor mecánico, formando con ello una composición en la
20 que el polímero está en solución en el disolvente orgánico;
(e) permitir que la composición permanezca en reposo sin
agitación durante 18 horas y separarla en dos capas, siendo
la capa inferior una capa acuosa relativamente transparente
y la capa superior la solución de polímero; (f) separar la
25 capa acuosa mediante un embudo de separación y (g) mezclar
67,5 g de 2-butanona con la solución de polímero que queda
en el embudo.

30 Durante la primera parte de la etapa (e), la composi-
ción comienza a separarse en dos capas muy rápidamente. Du-
rante las 3 primeras horas de la etapa (e), el 90 % del agua

413312

- 15 -



1 de la composición se separa en la capa inferior; al cabo de
18 horas, el 95 % del agua se ha separado en la capa infe-
rior.

5 La solución de polímero obtenida en la etapa (g) pre-
senta un contenido en policloropreno del orden del 15 %, un
contenido en agua del orden del 2,7 % y una viscosidad de
1600 centipoises medida a 25°C en un viscosímetro Brookfield
(husillo LV3 a 30 rpm). La porción de disolvente orgánico vo-
látil de la composición está constituida por partes aproxi-
10 madamente iguales de hexano, tolueno, y 2-butanona. Como se
ha indicado previamente, antes de que la solución de polí-
mero se utilice para la manufactura de un adhesivo del tipo
de solución o de una composición de revestimiento del mismo
tipo, con frecuencia se prefiere reducir el contenido en
15 agua al 0-1 % aproximadamente, mediante una centrífuga o
cualquier otro aparato de separación de agua conocido ade-
cuado.

EJEMPLO 3

20 Se prepara un látex de policloropreno sensibilizado
en la forma descrita en el Ejemplo 1, a excepción de que la
etapa (10) consiste en mezclar con cada 100 partes del
látex 2,25 partes de una solución acuosa al 30 % de N-(3-
cocoamidopropil)betaína. El látex contiene ahora 0,6 equi-
valentes del sensibilizante por equivalente del jabón de
25 resina de madera modificada. El látex sensibilizado resul-
tante puede ser almacenado durante varias semanas a 22°C y
todavía ser utilizado para la manufactura de una solución
de polímero mediante el procedimiento de conversión de este
invento.

30 Sa prepara una solución de policloropreno en la forma



- 1 descrita en el Ejemplo 2, a excepción de que:
- (1) la etapa (a) consiste en mezclar 100 g de un látex sensibilizado preparado como se ha descrito en el párrafo anterior con 118 g de agua;
- 5 (2) en la etapa (c), se añade ácido suficiente para que el pH de la composición sea de 3,2 y
- (3) en la etapa (e), la composición se deja en reposo durante 3 horas; esto da lugar a la separación del 94 % del agua en la capa inferior. De esta forma la capa inferior contiene 94 % del agua que estaba presente en la
- 10 composición al final de la etapa (c).

EJEMPLO 4

Se prepara un látex sensibilizado de un copolímero de estireno-butadieno, que puede ser convertido fácilmente en una solución de polímero por el procedimiento de conversión de este invento, ya sea inmediatamente o después de varias semanas de almacenamiento, mediante las siguientes operaciones: (1) disolver 3 g de persulfato potásico en 1800 g de agua; (2) formar una emulsión mezclando con la solución resultante 20 g de la sal potásica de resina de madera desproporcionada, 25 g de oleato potásico, 700 g de butadieno, 300 g de estireno y 5 g de dodecilmercaptano; (3) colocar la emulsión resultante en un matraz de polimerización a presión provisto de una atmósfera de nitrógeno; (4) calentar la emulsión a 50°C y mantenerla a esta temperatura bajo la presión autógena hasta que se produce la polimerización hasta una conversión del orden del 50 %, calculada a partir del contenido en sólidos; (4) interrumpir la polimerización por adición a la mezcla de 1 g de hidroquinona;

30 (5) separar el monómero residual y parte del agua mediante

413312

- 17 -



1 un evaporador rotatorio convencional a una presión absolu-
ta de unos 25 mm de mercurio, para obtener un látex que con-
tiene alrededor de 63 % de un copolímero de alrededor de
30 % de estireno y 70 % de butadieno; (6) mezclar con el lá-
5 tex ácido sulfúrico acuoso al 2 % suficiente para reducir el
pH del látex a 9,0 y (7) mezclar con cada 100 partes del lá-
tex 8,6 partes de una solución al 30 % de C-cetilbetaína.
El látex contiene ahora 0,8 equivalentes del sensibilizante
por equivalente de jabón de resina de madera modificada.

10

EJEMPLO 5

15

20

Se prepara una solución de copolímero de estireno-butadieno mediante las siguientes operaciones: (a) mezclar 100 g del látex sensibilizado preparado en la forma descrita en el Ejemplo 4 con 285 g de agua; (b) mezclar el látex diluído con 330 g de heptano; (c) añadir a la composición resultante con agitación ácido sulfúrico acuoso al 2 % suficiente para que el pH de la composición sea de 3,0; (d) sacudir la composición durante 1 hora para formar una composición en la que el copolímero se encuentra en solución en el heptano; (e) dejar que la composición permanezca en reposo durante 2 horas para separar una capa acuosa inferior que contiene alrededor del 92 % del agua y una capa superior de solución de polímero y (f) separar la capa acuosa mediante un embudo separatorio.

25

EJEMPLO 6

30

Se prepara un látex de policloropreno sensibilizado en la forma descrita en el Ejemplo 1, a excepción de que la etapa (10) consiste en mezclar con cada 100 partes del látex 4,1 partes de una solución acuosa al 50 % de betaína de ácido cetilamonio-sulfónico. El látex contiene ahora 1,5

413312



1 equivalentes de sensibilizante por equivalente de jabón de resina de madera modificada.

La solución de policloropreno, con un contenido en sólidos del orden del 22 %, se prepara en la forma descrita en el Ejemplo 2 a excepción de que:

- 5
- (1) la etapa (a) consiste en mezclar 85 g. del látex sensibilizado preparado como se ha descrito en el párrafo anterior con 100 g. de agua;
- 10 (2) en la etapa (c), se añade ácido suficiente para que el pH de la composición sea de 3,0 y
- (3) en la etapa (e), la composición se deja en reposo durante 3 horas, dando lugar a la separación de más del 90 % del agua en la capa inferior.

15 En resumen, la patente de invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1.- Un procedimiento para la preparación de soluciones de polímeros en líquidos orgánicos que consiste en:

20 (A) proporcionar un látex polimérico que es el producto de la polimerización de por lo menos un monómero en una emulsión acuosa alcalina que contiene un emulgente aniónico seleccionado entre el grupo formado por jabón de resina de madera, jabones de resina de madera modificada y jabones de ácidos grasos y

25 (B) mezclar con dicho látex alrededor de 0,5 a 2,0 equivalentes, por equivalente de dicho emulgente aniónico presente en el látex, de un sensibilizante que es soluble en el látex y está seleccionado entre el grupo formado por aminas y compuestos de amonio cuaternario con un centro aniónico y un centro catiónico y con un grupo hidrocarbilo que

30

By

413312

- 3



1 contiene por lo menos 6 átomos de carbono.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, que consiste en mezclar con el látex resultante de la etapa (B):

5 (1) un líquido orgánico que es un disolvente del polímero y sustancialmente no miscible con agua y

(2) un ácido en cantidad suficiente para que la mezcla resultante tenga un pH de 1 a 6 aproximadamente, formando - con ello una composición en la que el polímero se encuentra en solución en el líquido orgánico,

10 y separar prácticamente la totalidad del agua de la composición resultante.

15 3.- Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que el látex de la etapa (A) presenta un contenido en polímero del 30-70 % en peso aproximadamente y un pH de 7,2 a 13 aproximadamente.

20 4.- Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que el polímero del látex es un polímero de cloropreno seleccionado entre el grupo formado por policloropreno y copolímeros de aproximadamente 50-99 % en peso de cloropreno y aproximadamente 1-50 % en peso de un monómero copolimizable con aquél.

25 5.- Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que la cantidad de sensibilizante utilizada en la etapa (B) es alrededor de 0,6 a 1,5 equivalentes.

30 6.- Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que el sensibilizante utilizado en la etapa (B) está seleccionado entre el grupo formado por C-cetilbetaína, N-cetilbetaína y N-(3-cocoamidopropil)betaína.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 2 en el que el ácido mezclado con el látex está seleccionado entre



1 el grupo formado por ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y
ácido nítrico y el ácido ha sido diluido con agua hasta un
contenido en ácido del orden del 1 al 5% en peso aproxima-
damente.

5 8.- Un procedimiento según la reivindicación 2, en el
que el ácido se agrega hasta que la mezcla tiene un pH de
3 a 4 aproximadamente.

9.- Un procedimiento según la reivindicación 2, en el
que el líquido orgánico es suficientemente volátil para que
10 pueda ser evaporado de la solución de polímero resultante a
una temperatura inferior a la de descomposición del polímero.

10.- Se reivindica por último, como objeto sobre el que
ha de recaer la patente de invención que se solicita: UN PRO-
CEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES DE POLIMEROS EN
15 LIQUIDOS ORGANICOS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
sente Memoria descriptiva, que consta de veinte páginas meca-
nografiadas.

Madrid, 3 de abril de 1.973

BERNARDO UNGRIA

P.P.

20

25

30