

474254



Int. Cl.<sup>2</sup>: C08F

F.e. 28-4-75

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

a favor de

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT vormals Meister Lucius & Brünig, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt/Main (Republica Federal Alemana) por: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE POLVO COPOLIMERO DE DISPERSION"

Memoria Descriptiva

Constituye el objeto de la invención un procedimiento para la obtención de un polvo copolímero de dispersión a base de cuando menos un éster vinílico, eventualmente etileno, y por lo menos un componente de acrilamida.

5

Ya se conocen polvos copolímeros de dispersión, que contienen en el polímero unidades de ésteres vinílicos y etileno introducidas por polimerización, que se obtienen de las correspondientes dispersiones acuosas mediante un procedimiento de secado, por ejemplo por congelación o pulverización. Los

414254



10 mismos encuentran empleo, por ejemplo, en pinturas y adhesivos o, en la construcción, en pinturas y masas para emplastecer, o como adición a aglutinantes inorgánicos. Sin embargo, en el secado por pulverización, de dispersiones acuosas de plásticos de baja temperatura mínima de formación de película, por  
15 ejemplo dispersiones de acetato de vinilo-etileno, se produce en la mayoría de los casos, al poco tiempo, un fuerte e indeseado revestimiento de la pared del dispositivo secador. Dicho revestimiento de la pared puede ser suprimido, durante la operación de secado, mediante la adición de cargas inorgánicas,  
20 los llamados agentes antiadhesivos. Una dispersión acuosa de plástico de una temperatura mínima de formación de película inferior a 12° C. aproximadamente no puede prácticamente ser secada por pulverización sin tal adición de carga. Por consiguiente, los polvos copolímeros de dispersión contienen, con frecuencia, hasta un 40% en peso de materias de carga, referido  
25 a la mezcla total. Los agentes antiadhesivos mejoran la estabilidad al almacenamiento del polvo, impidiendo ampliamente la formación de aglomeraciones y grumos, pero reducen también el contenido de substancia aglutinante eficaz en el ulterior empleo del producto. Además, los agentes antiadhesivos pueden  
30 empeorar la redispersibilidad del polvo en agua así como la claridad de las películas de polímero obtenidas con la redispersión. Por fin, las propiedades químicas de tales cargas pueden restringir, en muchos campos, el empleo del polvo.



30  
414254



60           mencionense - además de la (meta)acrilamida - la N-metilol  
              -(meta)acrilamida y el éter metílico de (meta-)acrilamida-N-  
              metilol.

              El secado de la dispersión acuosa puede ejecutar-  
              se por los conocidos procedimientos de secado por pulveriza-  
65           ción, por laminado, por congelación, o de granulación por pul-  
              verización en capa turbulenta. Con preferencia, se emplea el  
              secado por pulverización. Para ello, se conduce la dispersión  
              a una tobera de pulverización de dos materias mediante un bom-  
              ba, por ejemplo una bomba excéntrica de tornillo sin fin, y  
70           se pulveriza en una torre de secado. Como gas de secado sir-  
              ven tanto el aire como también nitrógeno, cuya temperatura es,  
              a la entrada en la torre, de 90-110º C., y de aproximadamente  
              60º C. en el ciclón.

              Durante la operación de secado, no se forma ningún  
75           revestimiento de pared digno de nota, de modo que no es nece-  
              saria una adición de agentes antiadhesivos a pesar de la baja  
              temperatura mínima de formación de película, de aprox. 0º C.  
              Por otra parte, sin embargo, es también posible cortar el pol-  
              vo de dispersión según la invención para diluirlo o abaratarlo  
80           con sustancias de carga que pueden ser añadidas antes, duran-  
              te o después de la operación de secado.

              El polvo de dispersión según la invención posee una  
              estabilidad muy buena al almacenamiento y queda en forma de  
              polvo también después de un almacenamiento de 24 horas a 50º C.

414254



85 y bajo una presión de 0,5 kp/cm<sup>2</sup>, mientras que otros polvos de dispersión, en estas condiciones, se adhieren ya fuertemente a pesar de un contenido de agentes antiadhesivos.

Al redispersar en agua el polvo según la invención, por ejemplo en la proporción 1:1, se obtiene en un corto tiempo una redispersión estable que no se sedimenta. Debido a la ausencia de sustancias inorgánicas de carga, posee un contenido de aglutinante particularmente elevado, lo cual se repercute ventajosamente en el empleo.

Una película de polímero obtenida por la redispersión tiene la misma temperatura mínima de formación de película de aprox. 0° C., lo mismo que la dispersión inicial, y es clara y tenaz. La adherencia de la película a distintos soportes, como la madera, el vidrio o el papel, es muy buena. La película puede ser emulsionada fácilmente con agua, de modo que los polvos de dispersión según la invención son muy adecuados para la obtención de capas de adhesivo susceptible de un nuevo humedecimiento. Dichos polvos pueden también ser empleados en composiciones de colas para papeles pintados y para el revestimiento del dorso de papeles pintados, y además como aglutinantes en colores de dispersión y pinturas de plásticos y en la industria textil.

Ejemplo :

a) Obtención de la dispersión inicial

Se evacúa con cuidado un autoclave de presión de po-



414254

110 limerización de 30 l. de capacidad, provisto de una camisa de calentamiento y de enfriamiento, de un agitador de ancla y de tres bombas de alimentación de líquido, y es enjuagado alternativamente con nitrógeno. Luego, se aspira en él una mezcla constituida por

- 115
- 4000 g de agua
  - 600 g de acetato de vinilo
  - 10 g de hidroperóxido de t-butilo.

Se calienta a 50 $\pm$  C. esta carga inicial con agitación. A esta temperatura, se cargan a presión 30 atmósferas de etileno y a continuación se dosifican simultáneamente mediante bombas 3 soluciones :

120

- a) una solución de 30 g de hidroperóxido de t-butilo en 7160 g de acetato de vinilo,
- b) una solución de 600 g de acrilamida en 1400 g de agua,
- 125 c) una solución de 40 g de pirofosfato sódico y 40 g de disulfito sódico en 2000 g de agua.

La adición de las soluciones a) y b) se verifica en 4 horas y la de la solución c) en 4 horas y 10 minutos. La presión del etileno y la temperatura son mantenidas constantes durante la reacción.

130

Después del final de la adición de la solución c), se mantiene una hora más la carga a la temperatura de reacción. A continuación, se enfría lentamente la dispersión a temperatura ambiente en el recipiente y se descarga por la

414254



135 válvula del fondo.

Propiedades de la dispersión

Contenido de polímero	54,1 %
Viscosidad (a 20º C.)	1,95 Poise
Valor pH	5,8

140 Temperatura mínima de formación de película

0º C.

b) Obtención del polvo copolímero de dispersión

La dispersión inicial, obtenida según el Ejemplo

a), es diluída con agua desalada hasta un contenido de polí-  
145 mero del 40% en peso. A continuación, se seca por el procedi-  
miento de flujo paralelo en una torre de pulverización, cuya  
parte cilíndrica tiene una longitud de 4 m y un diámetro de  
1,6 m. y cuya parte cónica tiene una longitud de 2 m. Se do-  
sifica la dispersión con una bomba excéntrica de tornillo sin  
150 fin y se pulveriza con una boca de pulverización de dos ma-  
terias con una perforación de 2 mm para el producto.

Gas de secado :	aire
Cantidad tratada :	700 Nm <sup>3</sup> /h
Temperatura de entrada :	90º C.
155 Gas de pulverización :	aire
Presión delante de la tobera :	5 atm.
Cantidad tratada :	70 kgs./h
Temperatura de entrada :	20º C.

La dispersión puede ser pulverizada sin dificultades.



414254

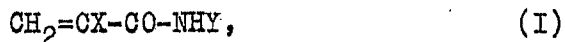
160 Se forma sólo un revestimiento mínimo de pared de polvo seco soplado sobre la pared misma, que no se adhiere a ella y que puede ser separado de la misma por soplado. No se produce una adherencia del revestimiento de la pared en las condiciones de secado elegidas.

165 El polvo copolímero de dispersión así obtenido es muy estable al almacenamiento y puede ser agitado fácilmente con agua, obteniéndose una redispersión del 50%, cuya viscosidad es de 1,17 Poise a 20º C. La redispersión se seca en capa delgada, formando una película de polímero clara, incolora, sólida y tenaz.

170 Esta patente de invención se corresponde a la depositada en Alemania (Republica Federal Alemana) con el número P 22 22 033.3 y tiene la prioridad de fecha 5 de mayo de 1.972 por acogerse a los beneficios del artículo 21 del vigente Estatuto sobre la Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión de Paris.

REIVINDICACIONES  
=====

180 1).- Procedimiento para la obtencion de polvo copolímero de dispersión, caracterizado por polimerizarse cuando menos un éster vinílico, eventualmente etileno, y cuando menos un componente de acrilamida de la fórmula (I)



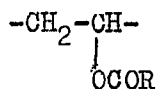
representando:



414254

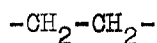
185 X, hidrógeno o un grupo metilo,  
 Y, hidrógeno o el grupo  $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{Z}$ , y  
 Z, hidrógeno o un resto de alquilo o de acilo con 1-4 átomos de C, en dispersión acuosa sin emulgente y sucesivo secado de la dispersión.

190 2).- Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por mezclarse un 50-92% en peso de unidades de la fórmula

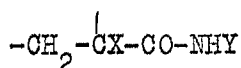


0-45% en peso de unidades de la fórmula

195



y 2-20% en peso de unidades de la fórmula



200 siendo R un resto de alquilo de cadena recta o ramificada con 1 a 18 átomos de C y teniendo X e Y el significado indicado en la fórmula (I)

3).- Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por emplearse 0-40% en peso de materias inorgánicas de carga.

205 4).- Procedimiento según las reivindicaciones 1) a 3), caracterizado por emplearse como dispersión una dispersión de copolímero sin emulgente, constituida por cuando menos un

*pe*



éster vinílico, eventualmente etileno, y cuando menos un com  
ponente de acrilamida de la fórmula (I).

210

5).- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE POLVO CO-  
POLIMERO DE DISPERSION"

Esta memoria consta de 10 hojas foliadas y mecano-  
grafiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, 30 de abril de 1.973

Rey