

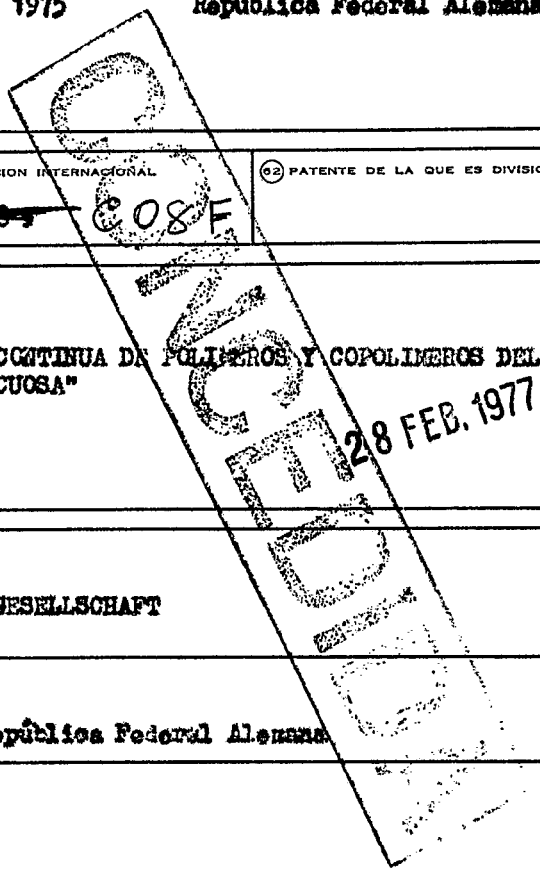


ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO 447.753	10 AT
	22	FECHA DE PRESENTACION 10 Mayo 1976	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 23 21 862.6	16 Mayo 1975	República Federal Alemana
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C-08 C-08 F	
54 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION CONTINUA DE POLIMEROS Y COPOLIMEROS DEL CLORURO DE VINILO, EN EMULSION ACUOSA"		
57 SOLICITANTE (S)		
HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
6230 Frankfurt/Main 80 - República Federal Alemana		
72 INVENTOR (ES)		
1) Dr. Franz Böttsch 2) Dr. Ernst Weiss		
73 TITULAR (ES)		
La misma solicitante		
74 REPRESENTANTE		
D. PABLO AGUDO OBRIGON		



"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION CONTINUA DE POLIMEROS Y COPO-
LIMEROS DEL CLORURO DE VINILO, EN EMULSION ACUOSA".

Memoria Descriptiva

El invento se refiere a un procedimiento para la ob-
tención continua de homo y copolimerizados del cloruro de vi-
nilo, que contengan al menos 85% en peso (con relación al po-
límetro total) de cloruro de vinilo polimerizado, en presen-
5 cia de catalizadores hidrosolubles, así como de una mezcla de
emulgentes a base de sales de diésteres sulfosuccínicos y áci-
dos alcohilsulfónicos y respectivamente alcohilarilsulfónicos.
Los polímeros obtenidos y secos son apropiados en especial pa-
ra la producción de pastas (plastisoles).

10 Por la solicitud de patente alemana publicada y exa-
minada nº 1.119.513 es conocido el emplear para la obtención
continua de homo y copolimerizados del cloruro de vinilo sales
alcalinas de diésteres sulfosuccínicos. Se obtienen de este mo-
do láticas estables con aproximadamente 45% de contenido de só-
15 lidos; el polímero seco obtenido a partir de éstos, proporcio-
na pastas con viscosidad especialmente baja, que en caso de al-
macenamiento aumenta tan solo lentamente. Ahora bien, la termo-
estabilidad de estas pastas no es suficiente para la moderna
elaboración de pastas. Emulgentes tales como sulfatos de alco-

20 hilo, sulfonatos o alcoholarilsulfonatos, no parecen ser apropiados para la producción de pastas poco viscosas, según este procedimiento de polimerización.

Por la solicitud de patente alemana publicada y examinada nº 1.271.403 es conocido asimismo obtener para la preparación de plásticos polimerizados de cloruro de vinilo apropiados, mediante la polimerización de cloruro de vinilo en emulsión acuosa por la técnica de germinación, en presencia de un persal hidrosoluble en calidad de catalizador, y de una mezcla de emulgentes que se agrega continuamente mientras dura la polimerización. La mezcla de emulgentes consiste, por una parte, 25 en un alcoholisulfato alcalino, una sal alcalina de alcoholnaf-talinas sulfonadas y alcoholbenzoles, o una sal alcalina de p_g rafinas sulfonadas y una sal alcalina o asónica de un éster del ácido sulfosuccínico.

35 El trabajo intermitente (por cargas), previa obtención de un látex nuclear, es complicado y oneroso, permitiendo por lo general tan solo obtener látices con a lo sumo aproximadamente 35% de contenido de sólidos y, por consiguiente, un rendimiento menor de polímero con relación al tiempo y al volumen de la caldera de polimerización, que el procedimiento 40 continuo sin emplear un látex nuclear, y frecuentemente presenta dificultades, debido a la sensibilidad a la cizalladura del látex.

Ante la natural sorpresa se ha descubierto ahora que, 45 en contra de la descripción hecha en la solicitud de patente

alemán publicada y examinada nº 1.119.513, se pueden emplear con ventaja para la polimerización continua del cloruro de vinilo en emulsión acuosa, mezclas de emulgentes consistentes, por una parte, en sales alcalinas o amónicas de diésteres sulfosuccínicos y, por otra parte, en ácidos alcohilsulfónicos y alcohilarilsulfónicos, siempre que para ello se observen deter-
50 minadas relaciones de mezcla.

Objeto del invento es por lo tanto un procedimiento para obtener homo y copolimerizados del cloruro de vinilo con
55 el menos 85% en peso (con relación al polímero total) de unidades polimerizadas de cloruro de vinilo, mediante polimeriza-
ción continua de los monómeros en emulsión acuosa y en presen-
cia de catalizadores hidrosolubles, sales alcalinas o amónicas de diésteres sulfosuccínicos, cuya solución acuosa al 0,05% y
60 exenta de sales extrañas en el estalagmómetro según Traube po-
sea una tensión superficial de a lo sumo 32 dyn/cm, así como de una o eventualmente varias materias auxiliares para la po-
limerización, con siguiente secado del polímero, procedimien-
to que está caracterizado por el hecho de que se procede a
65 polimerizar en presencia de 1,5 a 3% en peso (con relación a los monómeros empleados, de una mezcla de emulgentes a base
de

a) 95 a 65% en peso (con relación a la mezcla total) de una sal
alcalina o amónica de diésteres sulfosuccínicos o mezclas de
70 ellas, y

b) 5 a 35% en peso (con relación a la mezcla total) de una sal
alcalina o amónica de ácidos alcohilsulfónicos con 10 a 18
átomos de carbono en el radical alcohol y/o ácidos alcohil
larilsulfónicos con un total 5 a 16 átomos de carbono en
75 los radicales alcohilos, o mezclas de ellas.

Por debajo de 1,5% en peso de mezcla de emulgentes
no se obtienen ya por lo general látices suficientemente estables
para el acabado, presentándose dificultades como consecuencia
de coágulos. Por encima de 3% en peso de mezcla de
80 emulgentes se obtienen polímeros con propiedades de uso empo-
zadas, tales como transparencia, hidrosensibilidad, inofensi-
vidad fisiológica, etcétera.

Con preferencia se emplean 1,8 a 2,4% en peso (con
relación a los monómeros empleados) de la mezcla de emulgentes.

Una mezcla de emulgentes que contenga menos de 5% en
85 peso del componente b), no ofrece prácticamente ninguna mejora
más de la termoestabilidad del polímero obtenido con ella.
Por encima de 35% en peso de la parte del componente b), se
observa una fuerte subida de la viscosidad de la pasta. Resul-
90 tados especialmente buenos se obtienen si en la mezcla de emul-
gentes están contenidos 10 a 25% en peso del componente b).

Como componente a) de la mezcla de emulgentes de
acuerdo con el presente invento, se pueden emplear todas las
sales alcalinas y/o amónicas de diésteres sulfosuccínicos, cu-
95 ya solución acuosa al 0,05% y exenta de sales extrañas posea
en el estalagmómetro según Traube una tensión superficial de

a lo sumo 32 dyn/cm, por ejemplo, las sales alcalinas y/o amónicas, en especial las sales ácidas de los ácidos siguientes:
100 Acido bisisononilsuccinatosulfónico; ácido bis-isodocilsuccinat
tosulfónico; ácido bis-tridecilsuccinatosulfónico; ácido laudg
cillalcohilsuccinatosulfónico.

También las sales de ácidos sulfosuccínicos esterificadas con dos componentes alcohólicos diferentes, pueden ser empleadas, al igual que también mezclas de sales de distintos
105 ésteres sulfosuccínicos.

Son apropiadas como componentes b) de la mezcla de emulgentes por ejemplo, las sales alcalinas y/o amónicas, en especial las sales ácidas de ácidos alcohilsulfónicos con 10 a 16 átomos de carbono, preferentemente con 12 a 16 átomos de carbono, así como con preferencia de los ácidos siguientes: Alca-
110 nos saturados, ramificados y de cadena recta, con grupos de ácido sulfónico, de los que al menos 80% en peso de todos los ácidos alcanosulfónicos posean 12 a 16 átomos de carbono. Especialmente apropiados son los ácidos alcanosulfónicos que consisten
115 al menos en 80% en peso en ácidos alcohilsulfónicos que contengan 14 a 16 átomos de carbono.

Apropiadas asimismo como componentes b) son las sales alcalinas y/o amónicas, en especial las sales ácidas de ácidos alcohilarilsulfónicos con en total 6 a 16 átomos de carbono en los radicales alcohilos, y con preferencia ácidos alcohilarilsulfónicos, cuyo grupo arilo está sustituido con uno o varios

120

radicales alcoholes, pudiendo estos radicales alcoholes ser iguales o distintos, y poseyendo todos los sustituyentes alcohilos en un grupo arilo en total 8 a 12 átomos de carbono. Como radical arilo deben considerarse con preferencia el radical fenilo y el naftilo. A manera de ejemplo se pueden citar: El ácido di-butil-naftalinsulfónico, y en especial el ácido dodecibencenosulfónico. También mezclas de diversas sales de ácidos sulfónicos citadas como componente b) pueden ser utilizadas.

La polimerización se lleva a cabo en emulsión acuosa y en presencia de 0,001 a 1% en peso, con preferencia de 0,01 a 0,3% en peso (con relación a los monómeros) de catalizadores hidrosolubles formadores de radicales. Son apropiados para ello, por ejemplo, persulfatos como el persulfato potásico, el sódico o el amónico, peróxido de hidrógeno, butilhidroperóxido terciario, difosfatos peroxídicos u otros peróxidos hidrosolubles, así como también mezclas de diversos catalizadores, pudiendo estos catalizadores ser empleados también en presencia de 0,001 a 1% en peso (con relación a los monómeros) de una o varias sustancias reductoras que sean apropiadas para constituir un sistema catalizador Redox, tales como, por ejemplo, sulfitos, bisulfitos, ditionitos, tiosulfatos, sulfoxilatos aldehídicos como, por ejemplo, el sulfoxilato formaldehídico. Eventualmente se puede proceder a la polimerización en presencia de 0,05 a 10 ppa

(con relación a metal por monómero) de sales metálicas solubles, por ejemplo, del cobre, de la plata, del hierro, del níquel, del cobalto o del cromo.

150 Además de con catalizadores y emulgentes, la polimerización puede ser llevada a cabo en presencia de sustancias "tampón", por ejemplo, acetatos alcalinos, bórax; fosfatos alcalinos, carbonatos alcalinos, amoniacos o sales amónicas de ácidos carboxílicos, así como de reguladores del tamaño de la molécula, tales como, por ejemplo, aldehidos alifáticos con 2 a 4 átomos de carbono, hidrocarburos halogenados, tales, como por ejemplo, di y tricloroetileno, cloroformo, bromoformo, cloruro de metileno, mercaptanos.

155 Para la copolimerización con cloruro de vinilo son apropiados, por ejemplo, uno o varios de los monómeros siguientes: Olefinas como el etileno o el propileno, ésteres vinílicos de ácidos carboxílicos de cadena recta o ramificados con 2 a 20, preferentemente con 2 a 4 átomos de carbono, tales como acetato, propionato, butirato, 2-etilhexoato vinílicos; halogenuros vinílicos como el fluoruro de vinilo, el fluoruro de vinilideno, el cloruro de vinilideno; ésteres vinílicos, ácidos no saturados, tales como el maleico, el fumárico, el acrílico o el metacrílico, y sus mono o diésteres con mono o dialcoholes con 1 a 10 átomos de carbono; imida maléica así como sus productos N-sustituídos con sustituyentes aromáticos, cicloalifáticos, así como alifáticos, eventualmente

160

165

170

ramificados.

Después de la polimerización, se les pueden agregar a los polímeros obtenidos en forma de emulsión acuosa o res -
175 pectivamente, después de secos, en forma de polvos, otras sus-
tancias destinadas a estabilizar o mejorar sus propiedades pa-
ra el acabado. Tales sustancias son, por ejemplo, éteres no-
no, di o trigresos de alcoholes polivalentes, tales como sor-
bita, pentaeritrita, glicerina o diglicerina.

180 La polimerización se prosigue por lo general a tem-
peraturas de 35 a 80° C, con preferencia de 40 a 70° C, hasta
conversiones de 89 a 95%, con preferencia de 91 a 93%, con re-
lación a los monómeros empleados. La conversión porcentual se
define en el proceso continuo de polimerización en emulsión
185 en forma óptima por el peso de la espuma. Esto se mide de la
manera que se describe más abajo.

A los grados de conversión citados más arriba, co-
rresponden aproximadamente los siguientes pesos de la espuma:

	Conversión de 89% = peso de la espuma de 90 g/ 2 l.
190	" " 91% = " " " " " 110 g/ 2 l.
	" " 93% = " " " " " 140 g/ 2 l.
	" " 95% = " " " " " 190 g/ 2 l.

La relación entre baño y monómeros se elige conve-
nientemente de modo que se obtengan látices con contenidos de
195 sólidos de aproximadamente 40 a 48%, con preferencia de 43 a
46%.

Una vez terminada la polimerización, y después de eliminar la cantidad preponderante de monómeros sin reaccionar, se retira el polímero por lo general mediante evaporación del agua, por ejemplo, en un secadero por pulverización. Antes del secado se puede liberar eventualmente el látex de parte del baño acuoso, por métodos físicos, por ejemplo, ultrafiltración.

El procedimiento conforme al invento hace posible obtener con las ventajas técnicas de la polimerización continua en emulsión, así como con costos de emulgente relativamente bajos, un homopolímero o copolímero de cloruro de vinilo apropiado para su transformación con plastificantes en pastas (plásticos), que se caracteriza por viscosidades muy bajas de la pasta, y dotado de muy buena termoestabilidad. Esta última está mejorada sustancialmente con relación a los polímeros obtenibles conforme a la solicitud de patente alemana publicada y examinada nº 1.119.513.

En comparación con el procedimiento de acuerdo con la solicitud de patente alemana publicada y examinada nº 1.119.513, se consigue con la mezcla de emulgentes conforme al invento un índice K determinado del polímero a temperatura más elevada y, con ello, un caudal más alto. Debido a ello se consigue un rendimiento por espacio y tiempo más favorable en 30 a 100%.

Frente al procedimiento discontinuo empleando un lá

225 tex de siembra de acuerdo con la solicitud de patente alemana publicada y examinada nº 1.271.403, asciende la mejora del rendimiento por espacio y tiempo incluso a 70 hasta 250%, además de reducirse marcadamente la viscosidad de la pasta.

230 Como rendimiento por espacio y tiempo debe entenderse la cantidad de polímero que en una unidad de tiempo (por ejemplo, 1 año), se pueda producir en un espacio determinado, a disposición de la polimerización. A continuación se indica en toneladas-año por metro cúbico (Tono/m³) habiéndose tomado como base 8000 horas de producción en el año.

235 Debido a su baja viscosidad en pasta, los polímeros obtenidos conforme al invento son apropiados especialmente para la producción de pastas con un contenido más alto de cargas y/o un contenido más alto de polímero (las llamadas pastas con ajuste más duro). Los artículos fabricados con ellos se caracterizan por su poca pegajosidad, reducida atracción del polvo, propiedades mecánicas mejoradas, y menor abrasión (por ejemplo, de pavimentos producidos por el procedimiento de recubrimiento por extensión).

240 Los ejemplos siguientes servirán para explicar el invento con más detalle.

Los valores de medición indicados, fueron determinados de la manera siguiente.

245 Índice K: Conforme a DIN 53,726

Peso de la espuma: Cerca por detrás de la abertura de descarga de la caldera en la que tiene lugar la polimerización continua,

está practicada una abertura de salida de 15 mm de ϕ , que puede ser cerrada. Para la medición se deja escapar el látex sometido a presión, con lo que forma espuma como consecuencia de su contenido de monómero no polimerizado. Cuando el chorro de espuma se ha hecho uniforme, se conduce a un recipiente metálico pesado previamente, que hasta el borde contiene exactamente 2 litros. Una vez lleno totalmente el recipiente, se separa la espuma que sobresale por encima del borde del recipiente, y el recipiente lleno se pesa inmediatamente después. El aumento de peso es el peso de la espuma en g/2 l.

Termoestabilidad: 100 partes de polímero

50 partes de di-*etilhexil-ftalato* (DOP)

1 parte de estabilizador de bario }
1 parte de estabilizador de cadmio } *)

*) Sales de bario y respectivamente de cadmio de una mezcla de ácidos consistente en ácido *p*-terciobutil-benzoico y ácidos carboxílicos alifáticos de cadena ramificada, con 9 a 11 átomos de carbono.

DOP y los dos estabilizadores se entremezclan y, en el transcurso de 3 minutos, se agrega uniformemente al polí-cloruro de vinilo. La mezcla se homogeneiza entonces durante 12 minutos en una agitadora de crucetas según Jahnke y Kunkel, a 750 r.p.m. De la pasta así obtenida se vierte en cada caso 1 gota en varios tubos de ensayo, que se cuelgan en un baño de aceite caliente a $170^{\circ} \pm 0,2^{\circ}$ C. En un ensayo previo se deter-

mina por lo pronto al cabo de cuantos minutos se produce una
marcada coloración pardo amarillenta de las muestras. Para la
medición propiamente dicha, se depositan 10 tubos de ensayo
275 cargados en el baño de aceite, y 5 minutos antes, del tiempo
determinado en el ensayo previo, se saca del baño el primer
tubo de ensayo, y cada minuto siguiente después, otro tubo de
ensayo, determinándose así más exactamente el tiempo en que
se produce la primera coloración pardo amarillenta marcada.

280 El sistema de estabilizadores está elegido de modo que se pro
duce un viraje relativamente vivo, bien reproducible.

Viscosidad de la pasta: En una copa de vidrio de 400 ml. de
capacidad se vierte una pasada de 80 g de dietilhexilftalato,
a continuación de lo cual y en el transcurso de 3 minutos se
285 incorporan, agitando a un número de revoluciones de 500 r.p.m.
60 g de polímero, y en el transcurso de otros 3 minutos, a un
número de revoluciones de 760 r.p.m., otros 60 g de polímero.
Se sigue entonces agitando 10 minutos a 750 r.p.m., y seguidamente se ajusta la temperatura de la mezcla durante 60 minu -
290 tos a 20° C. Al cabo de este tiempo se determina en una mue
stra la viscosidad en Pascal (Pas), empleando para ello un vis
cosímetro rotatorio ("Rotavisco" de la casa Haake), en un gra
diente de cizalladura de 40 segundos⁻¹, esperándose todavía
295 15 minutos después de cargarse la cámara de medición del apa
rato, con el fin de garantizar un ajuste exacto a 20° C de la
temperatura. De manera análoga se efectúa la medición de otra

muestra al cabo de 24 y respectivamente 96 horas. Durante todo el tiempo se mantiene la mezcla original a una temperatura de 20° C.

300 Los ejemplos 1 a 7 y los ensayos de comparación I a III se practicaron de la manera siguiente:

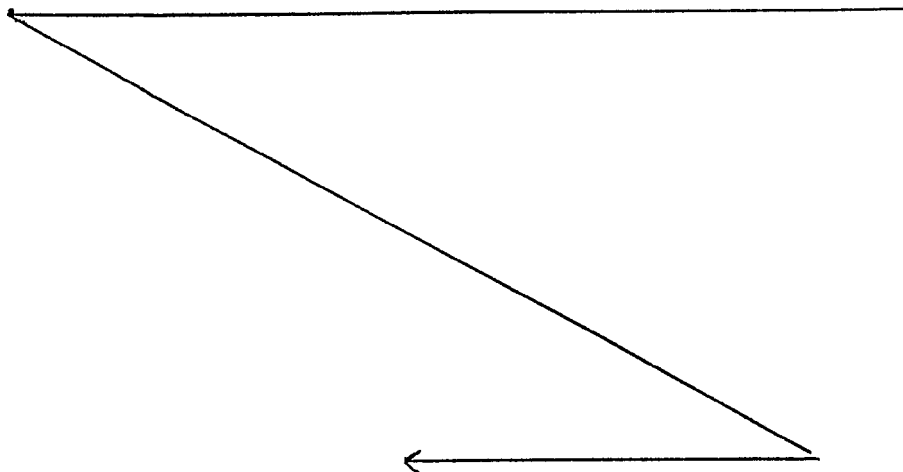
305 En un autoclave vertical de 10 m³ de contenido, en cuya parte superior gira un agitador de palotas planas, se vierten continuamente por separado el monómero o mezcla de monómeros, una solución acuosa al 2% de persulfato potásico, y una solución acuosa del emulgente o emulgentes. Por cada Kg de monómero se agregan 1,16 Kg de solución de emulgente y 0,025 Kg de solución de persulfato. La concentración de la solución de emulgentes está calculada de modo que en la mezcla de la reacción se encuentren 2% en peso del emulgente total. La temperatura de la mezcla de la reacción se mantiene constante. La emulsión de polímero (látex) formada se descarga por la parte inferior del autoclave, y al mismo tiempo, se mide el peso de la espuma.

315 El látex contiene un contenido de sólidos de aproximadamente 45% en peso, es mecánicamente estable, y puede ser transportado mediante bombas centrífugas. Se seca mediante atomización, se tamiza el polímero seco, se separan las partículas de más de unas 35 μ , y se muele un tamaño medio de partículas secundarias de 10 a 12 μ , que se vuelven a juntar con el producto tamizado de partícula fina. En este producto se miden el índice K, la viscosidad de la pasta y la termoestabilidad. Los valores

320

hallados han sido recopilados en la tabla siguiente. En ella significan:

- I; II; III = ensayos de comparación por el procedimiento continuo de polimerización
- 325 1 a 7 = ejemplos 1 a 7 conforme al invento
- VC = cloruro de vinilo
- VAc = acetato de vinilo
- a 1 = sal sódica del ácido bis-isodecilsuccinatosulfónico
- 330 a 2 = sal sódica del ácido bis-isononilsuccinatosulfónico
- b 1 = sal sódica de una mezcla de ácido alcohilsulfónico que contiene 80% en peso (con relación a la mezcla) de ácidos alcohilsulfónicos con 14 a 16 átomos de carbono
- 335 b 2 = sal sódica del ácido dodecibencenosulfónico.
- Los datos de % en la tabla significan % en peso, con relación a los monómeros empleados.



Tabla

	No.	Módulos	Emulgentes	Relación de la mezcla de emulgentes.	Temperatura del proceso °C	Peso de la espuma g/2 l	Termosabilidad de la pasta	Viscosidad de la pasta (Pas) al cabo de 1 h 24 h 96 h	Valor K	h. mien. (Jato/m3)
340	I	100 % VC	2 % a1	100/0	44	160	36	3,80 4,50 5,40	74	310
	1	"	1,9 % a1 + 0,1 % b1	95/5	46	135	43	3,80 4,40 5,40	"	410
	2	"	1,7 % a1 + 0,3 % b1	85/15	48	125	52	3,80 4,50 5,50	"	585
	3	"	1,7 % a1 + 0,3 % b2	85/15	48	125	48	3,70 4,30 5,30	"	585
345	4	"	1,7 % a2 + 0,3 % b1	85/15	46	135	45	3,70 4,40 5,60	"	410
	5	"	1,5 % a1 + 0,5 % b1	75/25	49	120	52	3,80 4,50 5,60	"	620
	6	"	1,3 % a1 + 0,7 % b1	65/35	49	120	52	4,50 5,30 6,50	"	620
	II	"	1,0 % a1 + 1,0 % b1	50/50	50	115	65	6,50 8,00 12,00	"	620
	7	95 % VC 5 % VAc	1,7 % a1 + 0,3 % b1	85/15	50	135	38	5,80 6,50 8,60	70	410
350	III	"	2 % a1	100/0	48	160	29	5,80 6,50 8,60	"	310

Ensayos de comparación con latex de siembra por el procedimiento discontinuo de polimerización según la solicitud de patente alemana publicada y examinada nº 1.271.403

Ensayo A

355 Una mezcla a base de 5,2 partes de látex de semilla, que contiene un homopolímero de cloruro de vinilo y que ha sido obtenido previamente de manera análoga a la descripción siguiente, con 29% de contenido de sólidos y un diámetro de partícula de aproximadamente 0,2 micras, 195 partes de agua y 0,15
360 partes de bicarbonato sódico, se vierte en un autoclave de agitación consistente en acero noble inoxidable, y de una capacidad de 600 l.

Realizando el vacío y lavando con nitrógeno se elimina el aire del reactor, y seguidamente se agregan 0,15 partes
365 de bisulfito sódico y 30 partes de cloruro de vinilo. El contenido se caldea a 50° C, y la polimerización se pone en marcha mediante adición continua de 0,03 partes de persulfato potásico disuelto en agua. Al cabo de aproximadamente 1 hora se agregan, nuevamente de manera continua, 120 partes de cloruro de
370 vinilo y una solución de 1,12 partes de emulgente al en 22,5 partes de agua.

Estas soluciones se agregan dosificadamente durante todo el transcurso de la reacción, que por lo general dura 6 a 8 horas. Cuando la presión en el reactor ha descendido hasta 4
375 bar de sobrepresión, se alimentan otras 0,3 partes de emulgente

a1, y se deja enfriar el contenido del reactor. El monómero rea
tanto se expulsa, la emulsión se seca mediante secado por pulve
rización, y se muele a un tamaño medio de partículas secundarias
de 10 a 12 micras.

380

En total se emplearon 0,95% en peso (con relación al
cloruro de vinilo utilizado) del emulgente a1. Relación de la
mezcla de emulgentes: 100/0.

Viscosidad de la pasta:

al cabo de 1 hora: 6,3 Pas; al cabo de 24 horas: 8,00 Pas.

385

Indice K: 74.

Ensayo de comparación B

Se procede lo mismo que en el ensayo A, si bien se
emplea una mezcla de emulgentes a base de 1,14 partes de emul-
gente a1, y 0,28 partes de emulgente b1. La cantidad total de
la mezcla de emulgentes asciende a 0,95% en peso (con relación
al cloruro de vinilo empleado). Relación de la mezcla de emul-
gentes: 80/20.

390

Viscosidad de la pasta:

al cabo de 1 hora: 5,9 Pas; al cabo de 24 horas: 7,9 Pas.

395

Indice K: 74.

Ensayo de comparación C

Se procede lo mismo que en el ensayo A, si bien se
emplea una mezcla de emulgentes a base de 0,71 partes de emulgen
te a1, y 0,71 partes en peso de emulgente b1. La cantidad total
de la mezcla de emulgentes asciende nuevamente a 0,95% en peso

400

(con relación al cloruro de vinilo utilizado).

Relación de la mezcla de emulgentes: 50/50

Viscosidad de la pasta:

al cabo de 1 hora: 5,8 Pas; al cabo de 24 horas: 7,7 Pas.

405 Índice K: 74.

Ensayo de comparación D

En un autoclave de agitación consistente en acero noble, de 12 m³ de contenido, se cargan 156 Kg de látex de semilla a base de un homopolímero de cloruro de vinilo, obtenido previamente de manera análoga a la descripción siguiente, con 29% de contenido de sólidos y un tamaño de partícula de 0,2 micras, 5850 Kg de agua y 4,5 Kg de bicarbonato sódico. Después de expulsado el aire se alimentan 4,5 Kg de bisulfito sódico, 900 Kg de cloruro de vinilo y, de manera continua, una solución que contiene 900 g de persulfato potásico, caldeándose el contenido del reactor a 50^o C.

410
415
420 Al cabo de aproximadamente 1 hora se agregan de manera continua y dosificada 3600 Kg de cloruro de vinilo, y al mismo tiempo una solución de 26,9 Kg de emulgente a1 y 5,7 Kg de emulgente b1 en 675 l de agua.

425 La polimerización, hasta una presión en el reactor de 4 bar de sobrepresión, dura 6 a 7 horas, siendo la temperatura del agua de refrigeración de aproximadamente 20^o C. Hacia el final de la polimerización, y a efectos de estabilización del látex, se agrega una mezcla de emulgentes a base de 7,2 Kg de emulgente

af y 1,8 Kg de emulgente bf. El monómero restante se expulsa, y el látex obtenido se seca en un secador por atomización, y se muele. La cantidad total de la mezcla de emulgentes accien de a 0,95% en peso (con relación al cloruro de vinilo utilizado).

430

Relación de la mezcla de emulgentes: 80/20

Viscosidad de la pasta:

al cabo de 1 hora: 5,7 Pas; al cabo de 24 horas: 7,6 Pas.

Índice K: 74.

435

Rendimiento por espacio y tiempo: 245 l/m³.

REIVINDICACIONES

1).- Procedimiento para la obtención continua de polímeros y copolímeros del cloruro de vinilo, en emulsión acuosa, con al menos 85% en peso (con relación al polímero en total) de unidades polimerizadas de cloruro de vinilo, mediante polimerización continua de los monómeros en emulsión acuosa y en presencia de catalizadores hidrosolubles, sales alcalinas o amónicas de diésteres sulfosuccínicos, cuya solución acuosa al 0,05% y exenta de sales extrañas posee en el estalagmómetro según Traube una tensión superficial de a lo sumo 32 dyn/cm, así como de una o eventualmente varias sustancias auxiliares para la polimerización, con secado siguiente del polímero, caracterizado porque se polimeriza en presencia de 1,5 a 3% en peso (con relación al monómero empleado) de una mezcla de

440

445

450

- 450 emulgentes a base de:
- a) 95 a 65% en peso (con relación a la mezcla total) de una sal alcalina o amónica de diésteres sulfocínicos o mezclas de ellas, y
- b) 5 a 35% en peso (con relación a la mezcla total) de una
455 sal alcalina o amónica de ácidos alcohilsulfónicos con 10 a 18 átomos de carbono en el radical alcohilo, y/o de ácidos alcohilarilsulfónicos con un total de 6 a 16 átomos de carbono en los radicales alcohilos, o mezclas de ellas.
- 2).- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque se emplean 1,8 a 2,4% en peso (con relación a
460 los monómeros) de la mezcla de emulgentes.
- 3).- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en la mezcla de emulgentes se emplean 90 a 75% en peso (con relación a la mezcla total) del componente
465 a), y 10 a 25% en peso (con relación a la mezcla total) del componente b).
- 4).- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en la mezcla de emulgentes se emplea la sal alcalina o amónica del ácido bis-isododecilsuccinato sulfónico,
470
- 5).- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque en la mezcla de emulgentes se emplean las sales alcalinas o amónicas de una mezcla de ácidos alcohilsulfónicos, que en más de 80% en peso consiste en ácidos

475 alcoholisulfónicos con 14 a 16 átomos de carbono.

6).- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4
caracterizado porque en la mezcla de emulgentes se emplean la
sal alcalina o amónica del ácido dodecibencenosulfónico.

480 7).- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION CONTINUA DE POLIMEROS Y
COPOLIMEROS DEL CLORURO DE VINILO, EN EMULSION ACUOSA"

Esta memoria consta de 21 hojas foliadas y mecanogra
fiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, 10 de Mayo de 1.976

A handwritten signature in dark ink, appearing to be 'Dau', with a long horizontal line underneath it.