

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 399 099**

51 Int. Cl.:

B01J 8/10 (2006.01)

C08F 2/16 (2006.01)

C08F 14/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.02.2006 E 06707025 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.12.2012 EP 1858932**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de polímeros con los que se pueden formar pastas**

30 Prioridad:

18.03.2005 EP 05005927

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

25.03.2013

73 Titular/es:

**VESTOLIT GMBH & CO. KG (100.0%)
PAUL-BAUMANN-STRASSE 1
45772 MARL, DE**

72 Inventor/es:

**BANKHOLT, HEINZ;
GEHRKE, JAN-STEPHAN;
MÜLLER, KURT;
STIENEKER, AXEL y
TRÄGER, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 399 099 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de polímeros con los que se pueden formar pastas

5 La presente invención se refiere a un procedimiento discontinuo en una etapa para la fabricación de polímeros con los que se pueden formar pastas, en especial homo y copolímeros de cloruro de vinilo por el procedimiento de microsuspensión, que mezclándolos con plastificantes conducen a pastas de PVC, también llamadas plastisoles, con viscosidades muy bajas y bajos contenidos de emulsionantes.

Es conocido que pueden fabricarse homo y copolímeros de cloruro de vinilo para la preparación de plastisoles por procedimientos continuos y discontinuos.

10 La procesabilidad de los plastisoles se ve influida decisivamente por la viscosidad de las pastas. Para la mayoría de las aplicaciones (procedimientos de recubrimiento como p.ej. extensión, impresión así como tratamientos de inmersión y vertido) es ventajosa una viscosidad de la pasta reducida para aumentar la productividad. Son otras ventajas de una baja viscosidad la renuncia a o la reducción de coadyuvantes de procesamiento emisores en ajustes pobres en plastificantes.

15 Los polímeros de cloruro de vinilo fabricados por el procedimiento de polimerización en emulsión continuo conducen a plastisoles con baja viscosidad en la zona de cizallamiento alto y con alta viscosidad en la zona de cizallamiento bajo (p.ej. documentos DE 1017369, DE 1029563, DD 145171, DE 2714948, DE 1065612, DE 2625149). Para muchos de los procedimientos de procesamiento anteriormente mencionados es ventajoso sin embargo para la productividad y la calidad del producto una viscosidad de la pasta baja precisamente en la zona de cizallamiento bajo. Los polímeros de cloruro de vinilo fabricados por el procedimiento continuo presentan además concentraciones
20 muy elevadas de emulsionantes que producen en los productos fabricados con ellos perjuicios en las propiedades como absorción de agua, comportamiento de migración, transparencia en láminas, etc.

25 En la polimerización en emulsión discontinua puede polimerizarse con contenidos de emulsionante claramente menores. Por consiguiente se consigue una mejora de las propiedades negativas inducidas por elevados contenidos de emulsionante como absorción de agua, comportamiento de migración y transparencia en láminas (documentos DE 1964029, BE 656985, DE 2429326). Sin embargo los polímeros de cloruro de vinilo fabricados por este procedimiento conducen siempre a productos con una estrecha distribución granulométrica primaria, pero también a plastisoles con una viscosidad de la pasta claramente mayor que en el procedimiento continuo.

30 Se conoce también la fabricación de polímeros de cloruro de vinilo con los que se pueden formar pastas por el procedimiento de microsuspensión, como se describe por ejemplo en los documentos DE 1069387, DD 143078, DE 3526251. En este procedimiento se polimeriza la mezcla de monómero-agua predispersada mediante cizallamiento intenso usando sustancias tensioactivas ionógenas y no ionógenas e iniciadoras dando dispersiones poliméricas con la distribución granulométrica ancha típica de este procedimiento. Como emulsionantes pueden usarse a este respecto sales de amonio y alcalinas de ácidos grasos o tensioactivos, como p.ej. alquilsulfonatos/sulfatos alcalinos, alquilarilsulfonatos alcalinos y ésteres del ácido sulfosuccínico en combinación con alcoholes grasos o alcoholes
35 grasos etoxilados.

Los polímeros obtenidos por este procedimiento conducen a pastas de baja viscosidad con contenidos de emulsionante relativamente altos. El efecto Kelvin de las pastas observado frecuentemente dificulta el procesamiento de las pastas en la zona de cizallamiento alta.

40 Es ya conocido que mediante la producción de látex de polímeros bimodales fabricados por polimerización en emulsión o microsuspensión puede conseguirse una mejora de las propiedades reológicas de los plastisoles (documentos US 6245848, US 6297316, US 4245070).

45 En los procedimientos indicados es sin embargo necesario preparar en una primera etapa el látex de siembra 1 y en una segunda etapa el látex de siembra 2 (tamaños de partícula $P1 \neq P2$). A continuación, en presencia de las dos poblaciones de partículas P1 y P2, por adición de los correspondientes látex de siembra y cloruro de vinilo se obtiene por polimerización un látex con tamaños de partícula bimodales. También está ya descrita la mejora de las propiedades reológicas por mezcla de látex de polímeros con distintos tamaños de partícula y subsiguiente secado (documento US 6245848).

50 Es un inconveniente en los procedimientos de varias etapas el elevado coste tecnológico y analítico en la reacción del procedimiento. La calidad del látex bimodal se determina decisivamente por la calidad de los látex de siembra. Los desplazamientos en el tamaño de partícula y en la proporción en masa de una población de partículas en los látex de siembra P1 o P2 se reflejan en desplazamientos del tamaño de partícula o en la proporción de las poblaciones de partículas entre sí en el látex bimodal y por consiguiente en las propiedades reológicas de los

plastisoles. Para la fabricación reproducible y los controles de calidad de los látex de siembra es necesario un elevado gasto de inversión en lo relativo a técnica de dosificación (emulsionante, iniciador, monómeros) y un elevado gasto analítico en la determinación de los tamaños de partícula de las poblaciones de partículas P1 y P2.

5 Además, son conocidos procedimientos para la fabricación de homo y copolímeros de cloruro de vinilo de baja viscosidad mediante el modo de procedimiento de microsuspensión con adición de hasta 1% de parafinas (parafinas con > 8 átomos de C) (documento DD 220317). Es un inconveniente en este procedimiento que las parafinas incompatibles con el polímero, tras el secado del látex (preferiblemente secado por aspersión) permanecen en su mayor parte en el polímero e influyen negativamente en sus propiedades de piezas prefabricadas (empañamiento en el sector del automóvil, migración, emisión en interiores (valor de VOC) en el sector de suelos y papeles pintados).
10 Por otra parte las parafinas volátiles se enriquecen en la desmonomerización en monómeros residuales obtenidos de nuevo y deben separarse a continuación por destilación de manera costosa de monómero en la instalación de recuperación de monómero.

15 La presente invención se basa en el objetivo de proporcionar un procedimiento de una etapa rentable y eficiente para la fabricación de polímeros y copolímeros de cloruro de vinilo con los que se puedan formar pastas por polimerización discontinua por el procedimiento de microsuspensión, que conduzca tras el secado y el mezclado de los polímeros obtenidos con plastificantes a plastisoles con una viscosidad extremadamente baja con concentraciones de emulsionante bajas.

20 El objetivo se consigue conforme a la invención mediante un procedimiento de una etapa para la fabricación de polímeros con los que se pueden formar pastas a partir de monómeros etilénicamente insaturados mediante polimerización o copolimerización discontinua en un procedimiento de microsuspensión utilizando un dispositivo de dispersión conforme al principio de rotor-estator y las otras características de la reivindicación 1.

25 Mediante la polimerización o copolimerización discontinua en una etapa en el procedimiento de microsuspensión utilizando un dispositivo de dispersión conforme al principio de rotor-estator, mediante optimización de la presión de homogeneización y del ancho de la ranura de cizallamiento de la herramienta de homogeneización, se consigue directamente una distribución bimodal de las partículas primarias (poblaciones de las partículas primarias: P1 en el intervalo de 0,05 - 1,0 μm ; P2 en el intervalo de 1,5 - 20 μm) de la dispersión polimérica obtenida, que tras el secado y el mezclado con plastificantes conduce a plastisoles con una viscosidad extremadamente baja, pobres en emulsionante.

30 Las ventajas conseguidas con la invención consisten en especial en que puede renunciarse a una costosa preparación de látex de siembra y a su utilización así como en que no se usan en la polimerización aditivos incompatibles con el polímero que se forma, como por ejemplo parafinas, que originan propiedades de procesamiento negativas. Además de esto, puede utilizarse una cantidad claramente menor de emulsionante(s) para la estabilización de las gotitas de monómero o de la dispersión polimérica sin que de este modo sufra la estabilidad del látex formado (estabilidad de agitación a 3.000 rpm \geq 30 min).

35 Otra ventaja del procedimiento radica conforme a la invención en que no debe dosificarse toda la cantidad de monómero o comonómero mediante el dispositivo de homogeneización al recipiente de polimerización, sino que puede añadirse directamente "de una tacada" al reactor. De este modo resultan tiempos de dosificación cortos y mayores rendimientos de espacio-tiempo.

40 El procedimiento en que se basa la invención conduce a dispersiones de polímeros con proporciones aproximadamente iguales de las poblaciones de partículas de distintos tamaños en la dispersión. Los plastisoles obtenidos a partir de las mismas tras secado de los polímeros con plastificantes presentan una viscosidad de la pasta claramente inferior en comparación con los plastisoles del procedimiento de microsuspensión con distribución granulométrica más ancha. Puede renunciarse a la adición de aditivos para la reducción de la viscosidad de las pastas, como p.ej. diluyentes o extensores.

45 El procedimiento ofrece conforme a la invención la posibilidad de, mediante el ajuste de los parámetros presión y ancho de la ranura de cizallamiento en el dispositivo de dispersión, ajustar una distribución de las poblaciones de las partículas P1 y P2, referida en volumen, definida y de este modo "confeccionar a medida" las propiedades reológicas de los plastisoles.

50 Para poder aprovechar de forma óptima las ventajas asociadas al procedimiento conforme a la invención, el diámetro de partícula medio de la población de partículas P1 referida en volumen asciende a 0,05 - 1,0 μm , preferiblemente a 0,2 - 0,8 μm , con especial preferencia a 0,4 - 0,7 μm y el diámetro de partícula medio de la población de partículas P2 referida en volumen asciende a 1,5 - 20 μm , preferiblemente a 2 - 5,0 μm , con especial preferencia a 2,5 - 4 μm . La distancia de los máximos de las poblaciones de las partículas P1 y P2 se encuentra preferiblemente en 2 - 5 μm .

La relación en volumen de las poblaciones de las partículas P1 y P2 en la distribución bimodal se encuentra en la dispersión obtenida en el intervalo de entre 90:10 y 10:90, preferiblemente en el intervalo de entre 60:40 y 40:60.

Otra ventaja del presente procedimiento es que las cantidades de emulsionante/coemulsionante necesarias para la estabilización de la dispersión polimérica se encuentran con respectivamente $\leq 0,8\%$ en peso claramente por debajo del nivel habitual para polímeros de microsuspensión de respectivamente 1,0 - 1,5%. A pesar del bajo contenido de emulsionante/coemulsionante la dispersión es bombeable sin problemas y estable en el almacenamiento (estabilidad de agitación de la dispersión a una agitación de 3.000 rpm ≥ 30 min).

Los productos fabricados a partir de los polímeros se caracterizan por una muy baja absorción de agua. En el caso de productos transparentes, en especial láminas, estos presentan también una transparencia especialmente elevada. En aplicaciones en especial en el sector del automóvil es ventajosa la baja tendencia al "empañamiento" inducida por los bajos contenidos de emulsionante.

La dispersión polimérica preparada según el procedimiento conforme a la invención puede estabilizarse con los emulsionantes aniónicos, catiónicos o no iónicos habituales sin que haya una limitación conforme a la invención en lo relativo a los emulsionantes utilizados.

Pueden utilizarse en especial emulsionantes ionógenos, como p.ej. sales de metales alcalinos o amonio de ácidos carboxílicos con 10 a 20 átomos de carbono, como laurato de sodio, miristato de sodio o palmitato de sodio.

Además, son adecuados alquilsulfatos de metales alcalinos o amonio, p.ej. laurilsulfato de sodio, miristilsulfato de sodio y oleilsulfato de sodio.

Como sal alcalina o de amonio de ácidos alquilsulfónicos que se utilizan como componente emulsionante se consideran aquellas cuyos restos alquilo contienen de 10 a 20 átomos de carbono, preferiblemente de 14 a 17 átomos de carbono y son ramificados o no ramificados. Pueden utilizarse por ejemplo: decilsulfonato de sodio, dodecilsulfonato de sodio, miristilsulfonato de sodio, palmitilsulfonato de sodio, estearilsulfonato de sodio, heptadecilsulfonato de sodio.

Como sales alcalinas y de amonio de ácidos alquilarilsulfónicos que pueden utilizarse como componente emulsionante, pueden referirse aquellas cuya cadena de alquilo contiene de 8 a 18 átomos de carbono, preferiblemente de 10 a 13 átomos de carbono, y ser ramificada o no ramificada. Como ejemplos son de mencionar: tetrapropilbenzenosulfonato de sodio, dodecylbenzenosulfonato de sodio, octadecylbenzenosulfonato de sodio, octylbenzenosulfonato de sodio así como hexadecylbenzenosulfonato de sodio.

Como sales alcalinas y de amonio de ésteres del ácido sulfosuccínico que pueden encontrar aplicación como componente emulsionante, se utilizan aquellas cuya parte alcohol contiene de 6 a 14 átomos de carbono, preferiblemente de 8 a 10 átomos de carbono y es ramificada o no ramificada. Se consideran por ejemplo: dioctilsulfosuccinato de sodio, di-2-etilhexilsulfosuccinato de sodio, didecilsulfosuccinato de sodio, ditridecilsulfosuccinato de sodio.

Como emulsionantes no iónicos pueden utilizarse alcoholes grasos con 12 a 20 átomos de carbono, como p.ej. alcohol cetílico, alcohol estearílico o productos de adición de alcohol graso-óxido de etileno-óxido de propileno, o bien alquifenolpolietilenglicoléteres como p.ej. nonilfenolpolietilenglicoléteres.

Además pueden considerarse mezclas de emulsionantes. A los emulsionantes mencionados se les pueden añadir coadyuvantes adicionales, p.ej. ésteres como monolaurato de sorbitán y ésteres glicólicos de ácidos carboxílicos.

Los iniciadores que pueden utilizarse en este procedimiento corresponden a los peróxidos orgánicos e inorgánicos conocidos. Tampoco el uso de los iniciadores está sujeto a ninguna limitación conforme a la invención, puede utilizarse cualquier iniciador adecuado.

Preferiblemente se utiliza un peroxidicarbonato de alquilo cuyos restos alquilo contengan de 2 a 20 átomos de C, p.ej. peroxidicarbonato de dietilo, peroxidicarbonato de di-(2-etilhexilo), peroxidicarbonato de dicetilo, peroxidicarbonato de dimiristilo, o un diacilperóxido cuyo resto acilo contenga de 4 a 20 átomos de C, p.ej. dilauoilperóxido, didecanoilperóxido, o un peréster de alquilo, cicloalquilo, arilo o alquilarilo, p.ej. peroxineodecanoato de cumilo, peroxineodecanoato de t-butilo, en los que el resto peracilo contenga de 4 a 20 átomos de C, o una mezcla de los compuestos peroxi mencionados.

Como peróxidos inorgánicos se utilizan preferiblemente peroxodisulfatos de amonio y alcalinos o peróxido de hidrógeno.

Como comonomeros pueden utilizarse estireno, butadieno, acrilonitrilo, ésteres del ácido acrílico y metacrílico,

etileno así como una mezcla de los compuestos mencionados.

La utilización conforme a la invención de un dispersador conforme al principio de rotor-estator prevé en especial que los parámetros de proceso presión y ancho de ranura de la herramienta de dispersión se ajusten entre sí de modo que al pasar la mezcla agua/monómero/comonómero/emulsionante/iniciador a través del dispersador resulte directamente una distribución granulométrica bimodal de las gotitas de monómero en agua estabilizadas mediante el emulsionante. Mediante subsiguiente polimerización se obtiene una dispersión polimérica con una distribución granulométrica bimodal. La distribución granulométrica de la dispersión polimérica se determina aquí por norma por la distribución granulométrica de las gotitas de monómero en agua obtenidas después de la dispersión.

El procedimiento conforme a la invención se caracteriza por el uso de un dispersador conforme al principio de rotor-estator. Aquí puede variarse de manera diferenciada la presión y el ancho de ranura de la herramienta de dispersión de modo que se consiga el resultado deseado.

En el ajuste adecuado de los parámetros de proceso en el dispersador, la emulsión/dispersión obtenida tras el paso a través de la herramienta de dispersión presenta una distribución granulométrica bimodal de las gotitas de monómero, estando presentes de forma estable las gotitas de monómero mayores y menores (gotitas en las que tiene lugar entonces la polimerización). El ajuste de los parámetros de proceso en el dispersador puede realizarse probando sencillamente y comprobando los resultados aquí descritos.

Los tamaños de partícula (diámetros) adecuados se encuentran para la población menor (P1) en el intervalo de 0,05 - 1,0 μm , preferiblemente la población principal está en el intervalo de 0,2 - 0,8 μm , con especial preferencia de 0,4 - 0,7, para la población mayor (P2) los diámetros de las partículas se encuentran en el intervalo de 1,5 a 20 μm , la mayor parte de la población se encuentra preferiblemente en el intervalo de 2,0 - 5,0 μm , con especial preferencia entre 2,5 - 4,0 μm .

La distribución granulométrica puede ajustarse mediante los parámetros de proceso del dispersador y se rige en cierta medida por la viscosidad deseada del plastisol a fabricar a partir del polímero. La relación entre diámetros de partícula de las partículas primarias y la reología de los polímeros con los que se pueden formar pastas es conocida por el técnico en la materia. Los tamaños deseados y las relaciones de poblaciones de las partículas pueden variarse conforme a los valores de viscosidad deseados de la pasta.

La distribución bimodal de los tamaños de partícula conduce a una disminución de la viscosidad de la dispersión obtenida y con ello a una procesabilidad claramente mejorada de las pastas poliméricas.

Se ha visto que las dispersiones de polímeros fabricadas por el procedimiento descrito conforme a la invención con distribución granulométrica bimodal son estables también en el posterior procesamiento, como p.ej. en ultrafiltración y secado por aspersión, de modo que no debe realizarse ninguna otra adición de emulsionantes estabilizadores.

Debido a la baja viscosidad de las pastas de los plastisoles preparados a partir de los polímeros fabricados conforme a la invención, existe la posibilidad de renunciar a la adición de aditivos reductores de la viscosidad, como p.ej. diluyentes o bien extensores. De este modo se simplifica y abarata notablemente el procesamiento de los plastisoles para dar el producto final.

Figuras:

Fig. 1: Fotografía microscópica de la dispersión polimérica del Ejemplo 1

La Figura 1 muestra una fotografía microscópica de la dispersión polimérica obtenida a partir del Ejemplo 1 de polimerización. La fotografía microscópica muestra la distribución bimodal de la dispersión polimérica con las dos poblaciones de partículas P1 y P2.

Fig. 2: Distribución granulométrica diferencial de las dispersiones poliméricas

La Figura 2 muestra las distribuciones granulométricas diferenciales medidas de las dispersiones poliméricas obtenidas. Las polimerizaciones se llevaron a cabo conforme a los ejemplos descritos.

Ejemplos

Ejemplo 1

En un recipiente agitador de 15 m³ se dispusieron 4.400 kg de agua desmineralizada. A estos se añadieron

55	kg de alquilarilsulfonato
55	kg de estearilmonoetilenglicoléter
5,5	kg de peroxodicarbonato de dimiristilo

ES 2 399 099 T3

5.500 kg de cloruro de vinilo

Esta mezcla se agitó a 25°C durante 15 min y a continuación se comprimió por medio de un dispersador de rotor-estator a 1,05 MPa y de un ancho de ranura de 0,5 mm en un autoclave agitador de 15 m³. A este respecto el tiempo de dispersión ascendió a 36 min con un caudal de 18 m³/h.

- 5 En el autoclave la mezcla de reacción se calentó a la temperatura de polimerización de 52°C. El tiempo de polimerización ascendió a aprox. 8 h.

La dispersión desmonomerizada se procesó por medio de un secador de aspersión para obtener polvo de poli(cloruro de vinilo). Las condiciones del secado por aspersión se ajustaron de modo que el granulado del polvo contenía < 1% en peso de partículas > 63 µm.

- 10 Para la determinación del comportamiento reológico en una pasta se mezclaron respectivamente 100 partes del poli(cloruro de vinilo) así obtenido y 60 partes de ftalato de dietilhexilo y se determinaron las viscosidades de las pastas después de 2 horas de tiempo de almacenamiento hasta $D = 1,5 \text{ s}^{-1}$ y 45 s^{-1} (Tabla 1)

Ejemplo 2

En un recipiente agitador de 15 m³ se dispusieron 4.400 kg de agua desmineralizada. A estos se añadieron

15	35	kg de alquilarilsulfonato
	35	kg de estearilmonoetilenglicoléter
	5,5	kg de peroxodicarbonato de dimiristilo
	5.500	kg de cloruro de vinilo

- 20 Esta mezcla se agitó a 25°C durante 15 min y a continuación se comprimió por medio de un dispersador de rotor-estator a 1,05 MPa y de un ancho de ranura de 0,5 mm en un autoclave agitador de 15 m³. A este respecto el tiempo de dispersión ascendió a 36 min con un caudal de 18 m³/h.

En el autoclave la mezcla de reacción se calentó a la temperatura de polimerización de 52°C. El tiempo de polimerización ascendió a aprox. 8 h.

- 25 El procesamiento de la dispersión se realizó como en el Ejemplo 1. La viscosidad de las pastas del polvo puede verse en la Tabla 1.

Ejemplo 3

En un recipiente agitador de 15 m³ se dispusieron 4.400 kg de agua desmineralizada. A estos se añadieron

30	35	kg de alquilarilsulfonato
	35	kg de estearilmonoetilenglicoléter
	5,5	kg de peroxodicarbonato de dimiristilo
	3.000	kg de cloruro de vinilo

- 35 Esta mezcla se agitó a 25°C durante 15 min y a continuación se comprimió por medio de un homogeneizador de rotor-estator a 1,05 MPa y de un ancho de ranura de 0,5 mm en un autoclave agitador de 15 m³. A este respecto el tiempo de dispersión ascendió a 30 min con un caudal de 18 m³/h. Se dosificaron 2.500 kg de cloruro de vinilo antes del calentamiento de la mezcla de reacción en el autoclave agitador.

En el autoclave la mezcla de reacción se calentó a la temperatura de polimerización de 52°C. El tiempo de polimerización ascendió a aprox. 8 h.

El procesamiento de la dispersión se realizó como en el Ejemplo 1. La viscosidad de las pastas del polvo puede verse en la Tabla 1.

- 40 Ensayo A no conforme a la invención

En un recipiente agitador de 15 m³ se dispusieron 4.400 kg de agua desmineralizada. A estos se añadieron

45	55	kg de alquilarilsulfonato
	55	kg de estearilmonoetilenglicoléter
	5,5	kg de peroxodicarbonato de dimiristilo
	5.500	kg de cloruro de vinilo

Esta mezcla se agitó a 25°C durante 15 min y a continuación se comprimió por medio de un homogeneizador de pistón a una presión de homogeneización de aprox. 17,0 MPa y un caudal de 6 m³/h en un autoclave agitador de 15 m³. A este respecto el tiempo de dispersión ascendió a 100 min.

5 En el autoclave la mezcla de reacción se calentó a la temperatura de polimerización de 52°C. El tiempo de polimerización ascendió a aprox. 8 h.

El procesamiento de la dispersión se realizó como en el Ejemplo 1. La viscosidad de las pastas del polvo puede verse en la Tabla 1.

Ensayo B no conforme a la invención

En un recipiente agitador de 15 m³ se dispusieron 4.400 kg de agua desmineralizada. A estos se añadieron

10	35	kg de alquilarilsulfonato
	35	kg de estearilmonoetilenglicoléter
	5,5	kg de peroxodicarbonato de dimiristilo
	5.500	kg de cloruro de vinilo

15 Esta mezcla se agitó a 25°C durante 15 min y a continuación se comprimió por medio de un homogeneizador de pistón a una presión de homogeneización de aprox. 17,0 MPa y un caudal de 6 m³/h en un autoclave agitador de 15 m³. A este respecto el tiempo de dispersión ascendió a 100 min.

En el autoclave la mezcla de reacción se calentó a la temperatura de polimerización de 52°C. El tiempo de polimerización ascendió a aprox. 8 h.

20 Se formó una gran cantidad de coagulado de modo que no pudo realizarse un procesamiento de la dispersión mediante secado por aspersion.

Ensayo C no conforme a la invención

En un recipiente agitador de 15 m³ se dispusieron 4.400 kg de agua desmineralizada. A estos se añadieron

25	35	kg de alquilarilsulfonato
	35	kg de estearilmonoetilenglicoléter
	5,5	kg de peroxodicarbonato de dimiristilo
	3.000	kg de cloruro de vinilo

30 Esta mezcla se agitó a 25°C durante 15 min y a continuación se comprimió por medio de un homogeneizador de pistón a una presión de homogeneización de aprox. 17,0 MPa y un caudal de 6 m³/h en un autoclave agitador de 15 m³. Se dosificaron a la mezcla de reacción 2.500 kg de cloruro de vinilo antes del calentamiento en el autoclave agitador. A este respecto el tiempo de dispersión ascendió a 85 min.

En el autoclave la mezcla de reacción se calentó a la temperatura de polimerización de 52°C. El tiempo de polimerización ascendió a aprox. 8 h.

Se formó una gran cantidad de coagulado de modo que no pudo realizarse un procesamiento de la dispersión mediante secado por aspersion.

35 **Tabla 1**

Viscosidades de las pastas PVC/DEHP = 100/60 y tamaños medios de partícula referidos en volumen M _v (P1) y (P2) (véase también la Fig. 2)				
Ejemplo/Ensayo comparativo	Pa.s		M _v (P1)	M _v (P2)
	D = 1,5 s ⁻¹	D = 45 s ⁻¹	[µm]	[µm]
1	1,8	2,2	0,48	2,3
2	1,9	2,4	0,51	2,7

ES 2 399 099 T3

3	2,0	2,2	0,52	2,8
A	3,0	3,2	0,50	-
B	-	-	-	-
C	-	-	-	-

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de una etapa para la fabricación de polímeros con los que se pueden formar pastas a partir de monómeros etilénicamente insaturados mediante polimerización o copolimerización discontinua en un procedimiento de microsuspensión utilizando un dispositivo de dispersión conforme al principio de rotor-estator, en el que para la estabilización de la dispersión polimérica se utilizan cantidades de emulsionante/coemulsionante de respectivamente $\leq 0,8\%$, caracterizado porque la presión de dispersión y el ancho de ranura de la herramienta de dispersión se ajustan entre sí de modo que se produzca una distribución granulométrica primaria bimodal de la dispersión polimérica y el diámetro de partícula medio de la población de partículas P1 referida en volumen ascienda a 0,05 - 1,0 μm , y el diámetro de partícula medio de la población de partículas P2 referida en volumen ascienda a 1,5 - 20 μm , y la relación en volumen de las poblaciones de las partículas P1 y P2 de la distribución bimodal se encuentre entre 90:10 y 10:90.
- 10 2. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, en el que el polímero con el que se puede formar pastas es un polímero de cloruro de vinilo o de mezclas de cloruro de vinilo con hasta 30 por ciento en peso de monómeros copolimerizables.
- 15 3. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se polimerizan mezclas pobres en emulsionante/coemulsionante con cantidades de emulsionante/coemulsionante de respectivamente preferiblemente entre 0,4 - 0,8% en peso.
- 20 4. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque solo se transfiere al reactor de polimerización por medio del dispositivo de dispersión 30 - 80% de la cantidad de monómero y la parte restante se dosifica directamente en el recipiente de polimerización.

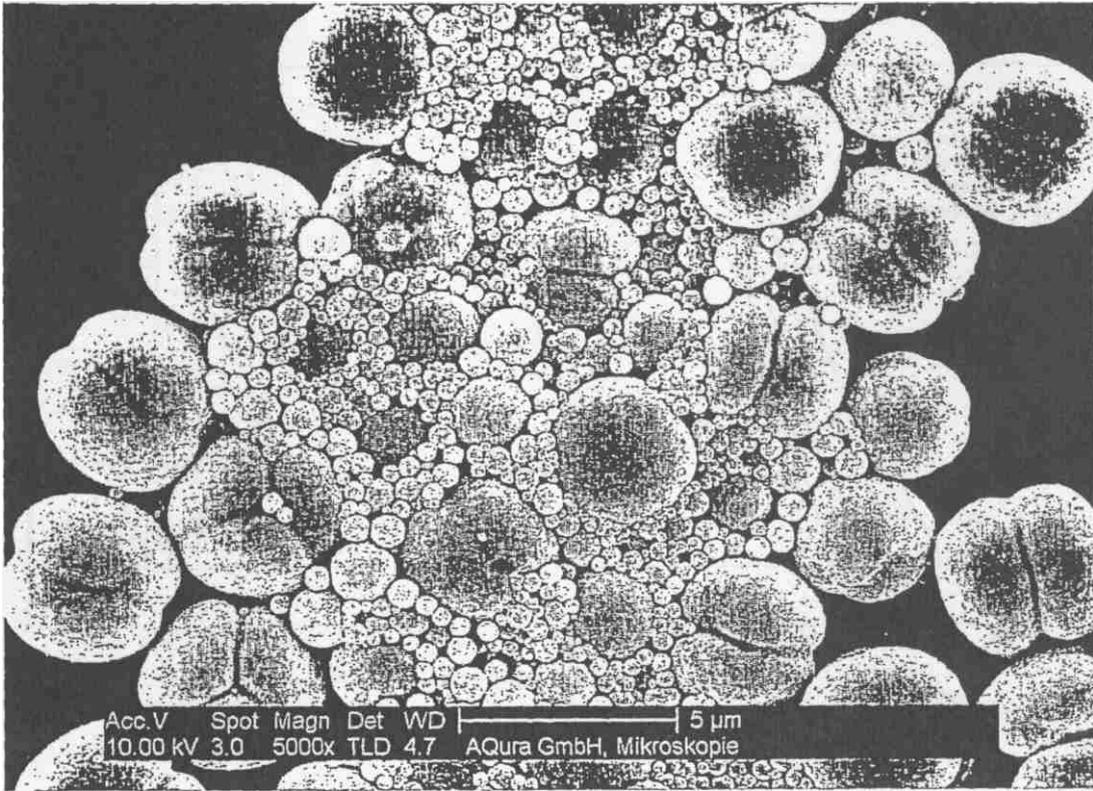


Fig. 1

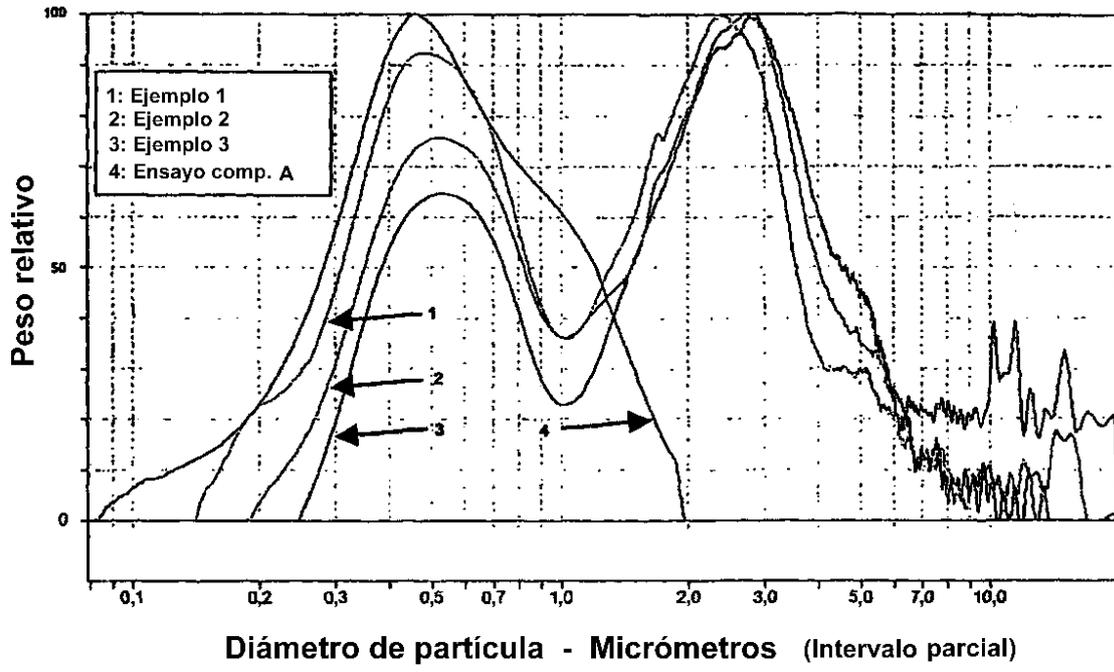


Fig. 2