

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 96 780

REQUERENTE: SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD., japonesa,
com sede em 6-1, Ohtemachi 2-chome, Chi-
yoda-ku, Tokyo, Japão.

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA RESI-
NA DE CLORETO DE POLIVINILO"

INVENTORES: Genji Noguki, Toshimichi Koga e Tagashi
Amano.

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris
de 20 de Março de 1883.

Japão em 16 de Fevereiro de 1990, sob o nº. 2-35530.

Descrição referente à patente de invenção de SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD., japonesa, industrial e comercial, com sede em 6-1, Oh-temachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japão, (inventores: Genji Noguki, Toshimichi Koga e Tagashi Amano, residentes no Japão), para "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA RESINA DE CLORETO DE POLIVINI-LO".

Descrição

Antecedentes da Invenção

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de uma resina de cloreto de polivinilo por polimerização do monómero cloreto de vinilo disperso num meio de polimerização aquoso ou, mais particularmente, a um método para a preparação de uma resina de cloreto de polivinilo pulverizada possuindo excelente capacidade de fluir.

Constitui um processo convencional na técnica anterior uma resina polimérica com base em cloreto de vinilo ser preparada por dispersão e polimerização do monómero cloreto de vinilo ou uma mistura do monómero composta principalmente pelo monómero cloreto de vinilo num meio de polimerização aquoso contendo um agente dispersante, iniciador de polimerização e análogos para produzir



uma pasta polimerizada que é depois desidratada e seca nu
ma resina pulverizada.

Uma das desvantagens importantes, encontrada frequentemente no processo anteriormente menci
onado, é que a resina pulverizada do cloreto de polivini-
lo é carregada com electricidade estática durante o proce
sso de secagem ou transporte o que diminui a capacidade
de fluir, causando algumas vezes uma obstrução considerá-
vel do forno de secagem ou tubos pneumáticos da linha de
transporte. Em adição, a densidade específica de uma re
sina pulverizada diminui consideravelmente quando o pó é
carregado electrostaticamente o que provoca um erro na
medição volumétrica da quantidade em vez da medição em pe
so. Esta desvantagem devida ao carregamento electroestá-
tico da resina pulverizada é mais importante no inverno,
de temperatura baixa e humidade baixa, do que no verão.

Foram feitas várias propostas e tentativas na técnica anterior para resolver o problema resultante da carga electroestática de uma resina pulveri
zada de cloreto de polivinilo. Um método convencional largamente experimentado é o de misturar a resina pulveri
zada com um agente tenso-activo que pode ser não iónico, aniónico ou catiónico, de modo a conceder à superfície das partículas da resina uma capacidade de retenção e hidrofílica de água aumentada. Este método, no entanto, não é sempre suficientemente eficaz para o objectivo de evitar a diminuição da densidade específica ou capacidade de flu
ir da resina pulverizada e, em adição, possui a desvantagem de a estabilidade térmica da resina ser significativa
mente diminuída.

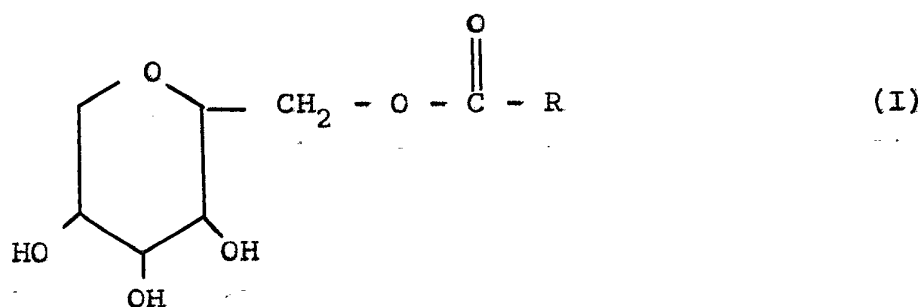
Resumo da Invenção

A presente invenção tem, consequen
temente, como objectivo, proporcionar um método novo para

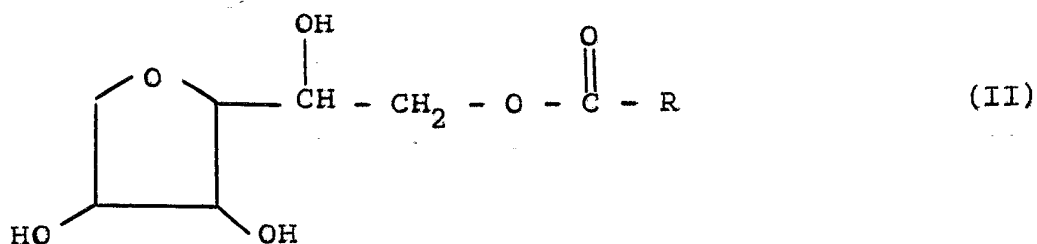
a preparação de uma resina pulverizada polimerica de base cloreto de vinilo que evita a diminuição da densidade específica ou capacidade de fluir devido à carga electroestática das partículas de resina, sem efectar adversamente a qualidade da resina pulverizada, como a estabilidade térmica.

Assim a presente invenção proporciona um aperfeiçoamento que inclui, um processo para a preparação de uma resina pulverizada polimérica de base cloreto de vinilo por dispersão e polimerização do monómero cloreto de vinilo ou uma mistura do monómero composto principalmente por cloreto de vinilo num meio aquoso para formar uma mistura de polimerização, misturando a mistura de polimerização com uma dispersão aquosa contendo:

- (A) um sal do ácido carboxílico monobásico possuindo de 10 a 20 átomos de carbono numa molécula, com um metal divalente seleccionado do grupo constituído por cálcio, zinco, bário e magnésio, possuindo um diâmetro médio de partícula que não exceda 100 μm , e
- (B) um carboxilato de sorbitano possuindo um HLB de 4 a 10 representado pela fórmula geral



ou





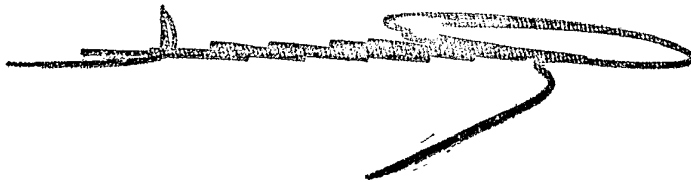
em que

R representa um grupo monovalente hidrocarboneto possuindo de 10 a 20 átomos de carbono numa razão em peso de (A):(B) na gama de 1:10 a 2:1 e numa quantidade total de (A) e (B) na gama de 5% a 20% em peso da dispersão aquosa, sendo a quantidade de dispersão aquosa adicionada à mistura de polimerização na gama de 0,01 a 1,5 partes com peso como o total de (A) e (B) por 100 partes em peso do monómero cloreto de vinilo ou mistura do monómero composto principalmente por cloreto de vinilo, no momento em que a conversão do monómero ou mistura do monómero em polímero é de pelo menos 70%, mas antes da desidratação das partículas do polímero.

Descrição Pormenorizada das Formas de Realização Preferidas

Como anteriormente descrito, o aspecto mais característico do aperfeiçoamento de acordo com esta invenção, consiste na mistura, da mistura de polimerização, com aditivos específicos (A) e (B) definidos anteriormente, na forma de uma dispersão aquosa contendo (A) e (B) numa quantidade total específica e numa proporção peso específica, sendo também específica a quantidade de aditivos na forma de uma dispersão aquosa adicionada à mistura de polimerização e o momento da sua adição.

O aditivo (A) é um sal de um ácido carboxílico monobásico possuindo de 10 a 20 átomos de carbono numa molécula e um metal divalente seleccionado de um grupo constituído por cálcio, zinco, bário e magnésio. O ácido carboxílico monobásico, que pode ser saturado ou insaturado, possuindo de 10 a 20 átomos de carbono numa molécula é exemplificado pelo ácido esteárico, ácido cáprico, ácido laurico, ácido palmitico, ácido oleico, e análogos. Consequentemente, sais do metal divalente adequa-



dos do ácido carboxílico incluem estearato de cálcio, estearato de zinco, estearato de bário, estearato de magnésio, caprato de cálcio, caprato de zinco, estearato de bário, estearato de magnésio, caprato de cálcio, caprato de zinco, caprato de bário, laureato de cálcio, laureato de zinco, laureato de bário, palmitato de cálcio, palmitato de zinco, palmitato de bário, oleato de cálcio, oleato de zinco, oleato de bário e análogos ainda que não limitados particularmente a esses.

É essencial que o sal do metal divalente, anteriormente mencionado, do ácido carboxílico esteja na forma pulverizada possuindo um diâmetro médio de partícula que não exceda 100 μm ou, de preferência não exceda 20 μm . Quando o seu diâmetro médio de partícula é demasiado grande, podem obter-se dispersão aquosas não estáveis por dispersão do pó na água, em adição a um efeito menos notório sobre a melhoria da capacidade de fluir da resina pulverizada.

O aditivo (B) na dispersão aquosa é um ester de sorbitano com um ácido carboxílico possuindo de 11 a 21 átomos de carbono numa molécula, que deve possuir um HLB na gama de 4 a 10. Os Exemplos de éster de sorbitano adequados incluem o mono-palmitato de sorbitano, mono-estearato de sorbitano, mono-oleato de sorbitano, mono-laureato de sorbitano e análogos ainda que não particularmente limitativo a esses.

A dispersão aquosa dos aditivos (A) e (B) deve conter (A) e (B) numa proporção em peso (A):(B) na gama de 1:10 a 2:1. Quando a quantidade relativa do aditivo (A) é demasiado pequena, não se pode obter um efeito de melhoria suficiente por adição da dispersão aquosa à mistura de polimerização para evitar uma diminuição na capacidade de fluir e densidade específica da resina pulverizada. Quando a quantidade relativa do



aditivo (A) é demasiado grande, por outro lado, a estabilidade da dispersão aquosa é diminuída produzindo, consequentemente, um efeito de melhoria insuficiente sobre a capacidade defluir da resina pulverizada.

A dispersão aquosa deve conter os aditivos (A) e (B) em quantidades tais que a concentração total de (A) e (B) na dispersão esteja na gama de 5% a 20% em peso. Quando a concentração total de (A) e (B) é demasiado pequena, a estabilidade da dispersão aquosa diminui. Quando a concentração total de (A) e (B) é demasiado grande, por outro lado, a dispersão aquosa pode possuir uma consistência aumentada de modo que a dispersão, por vezes, não é completamente uniforme e existe dificuldade no transporte da dispersão aquosa através duma tubagem.

O procedimento para a preparação da dispersão aquosa não é particularmente limitativo e quaisquer agitadores e máquinas de dispersão convencionais podem ser utilizados para este fim, incluindo homogeneizadores, moinhos colvidais, misturadores de jacto e análogos. Se desejado, qualquer dos aditivos (A) e (B) é fundido previamente introduzido em água num estado fundido, para ser disperso em água, por agitação. É também opcional que os aditivos sejam dissolvidos num solvente orgânico tal como, álcool metílico, álcool etílico, acetato de etilo e análogos e introduzidos em água na forma de uma solução para ser dispersa em água por agitação.

A dispersão aquosa, anteriormente descrita, dos aditivos (A) e (B) é introduzida numa mistura de polimerização ao mesmo tempo quando a conversão do monómero ou mistura do monómero no polímero é de pelo menos 70%, mas antes da desidratação da pasta polimerizada, numa quantidade tal que a quantidade total dos aditivos (A) e (B) esteja numa gama de 0,01 a 1,5 partes em peso por 100 partes em peso do monómero cloreto de vinilo ou



uma mistura do monómero composta principalmente por cloreto de vinilo. Quando a dispersão aquosa é introduzida na mistura de polimerização numa altura demasiado cedo, são provocadas perturbações por forte deposição incrustante do polímero sobre todas as paredes interiores do reactor de polimerização. Quando a quantidade de dispersão aquosa adicionada é demasiado pequena, não se pode obter o efeito desejado de aperfeiçoamento na capacidade de fluir e densidade específica da resina pulverizada. Por outro lado não se podem obter aperfeiçoamentos adicionais, pelo aumento da quantidade de dispersão aquosa adicionada que exceda o limite superior anteriormente mencionado, certamente com desvantagem económica.

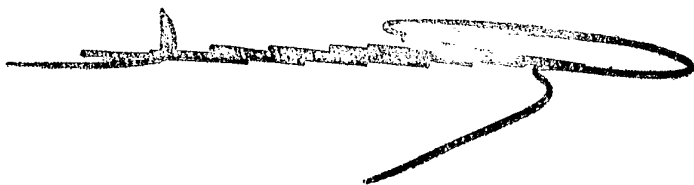
O método de acordo com a presente invenção é aplicável não só à homopolimerização do monómero cloreto de vinilo sózinho num meio aquoso mas também à copolimerização duma mistura do monómero da qual, por exemplo, pelo menos 50% em peso é cloreto de vinilo. Os exemplos de comonómeros na mistura do monómero a ser copolimerizada com cloreto de vinilo incluem ésteres de vinilo, tais como, acetato de vinilo e propionato de vinilo, ésteres do ácido acrílico ou metacrílico tais como acrilato de metilo, acrilato de etilo, metacrilato de metilo e metacrilato de etilo, olefinas tais como etileno, e propileno, ésteres de vinilo, tais como, éter lauril-vinílico e éter isobutil-vinílico, anidrido maleico, acrilonitrilo, estireno, cloreto de vinilideno e análogos. Duas ou mais espécies destes comonómeros podem ser utilizadas em combinação, de acordo com as necessidades.

O procedimento para a polimerização do monómero ou mistura do monómero, de acordo com esta invenção, pode ser convencional, exceptuando a adição da dispersão aquosa específica dos aditivos à mistura de polimerização num momento específico. Nomeadamente, o monómero cloreto de vinilo ou mistura de monómero é introduzido



num meio aquoso contendo um agente dispersante e aí disperso antes do início da reacção de polimerização com a adição de um iniciador de polimerização. O agente dispersante anteriormente mencionado não é particularmente limitativo e qualquer um dos utilizáveis convencionalmente podem ser utilizados. Os exemplos de agentes dispersantes adequados incluem éteres de celulose solúveis na água, tais como, metil-celulose, etil-celulose, hidroxietil-celulose, hidroxipropil-celulose e hidroxipropil-metil-celulose, álcoois polivinílicos parcialmente saponificados solúveis em água ou solúveis no monómero, poli(ácido acrílico), polímeros naturais solúveis na água, tais como, gelatina, agentes tensio-activos, solúveis no monómero, tais como, mono-laureato de sorbitano, tri-oleato de sorbitano, mono-estearato de sorbitano, tri-estearato de glicerina e copolímeros de bloco de óxido de etileno e óxido de propileno, agentes tensio-activos solúveis em água, tais como, mono-laureato de poli-oxi-etileno-sorbitano, oleato de poli-oxi-etileno-glicerina, laureato de sódio e dodecil-benzeno-sulfonato de sódio, pós inorgânicos, tais como, carbonato de cálcio e fosfato de cálcio etc.. Estes agentes dispersantes podem ser utilizados quer sózinhos quer como uma combinação de duas ou mais espécies, de acordo com as necessidades.

O iniciador de polimerização pode também ser qualquer um dos utilizados convencionalmente na polimerização do cloreto de vinilo na técnica anterior. Os exemplos de iniciadores de polimerização adequados incluem compostos de percarbonato, tais como, di-carbonato de di-isopropil-peróxi, di-carbonato de di-2-etil-hexil-peróxi e di-carbonato de di-etoxi-etil-peróxi, compostos de per-éster tais como nomeadamente de neodecanoato de terc-butil-peróxi, pivalato de terc-butil-peróxi, pivalato de terc-hexil-peróxi, neodacanoato de α -cumil-peróxi e 2-neodecanoato de 2,4,4-tri-metil-pentil-2-peróxi, peróxidos tais como, peróxido de acetil-ciclo-hexil-sulfo-



nilo, fenoxi-acetato de 2,2,4-tri-metil-pentil-2-peroxi, peróxido de 3,5,5-tri-metil-hexanoilo e peróxido de laurilo, compostos azo tais como valornitrilo de azobis-2,4-di-metilo, valeronitrilo de azobis(4-metóxi-2,4-di-meti), persulfato de potássio, persulfato de amónio, peróxido de hidrogénio, hidro-peróxido de cumeno e análogos. Estes iniciadores de polimerização podem ser utilizadas sózinhos ou como uma combinação de duas ou mais espécies de acordo com as necessidades.

As outras condições para a prática da polimerização do monómero ou mistura do monómero, para além da selecção do agente dispersante e iniciador de polimerização, podem também ser convencionais incluindo o método para a introdução do meio aquoso, monómero ou mistura de monómero, agente dispersante, iniciador de polimerização e análogos no reactor de polimerização, proporção destes constituintes para formar a mistura de polimerização, temperatura de polimerização etc.

É adicionalmente opcional a utilização de várias espécies de aditivos conhecidos utilizados convencionalmente na preparação de uma resina polimérica de base cloreto de vinilo com o objectivo de controlar moderadamente a reacção de polimerização ou melhorar as propriedades do produto resina, por adição à mistura de polimerização antes do início, durante o processamento ou depois de completa a reacção de polimerização. Os Exemplos desses aditivos opcionais incluem agentes de controlo da polimerização, agentes de transferência de cadeia, agentes de controlo do pH, melhoradores da congelação, agentes anti-estáticos, agentes de reticulação, estabilizadores, agentes de enchimento, agentes tampão, inibidores de deposição incrustante e análogos.

A seguir, o método de preparação de um polímero de base cloreto de vinilo, de acordo com os

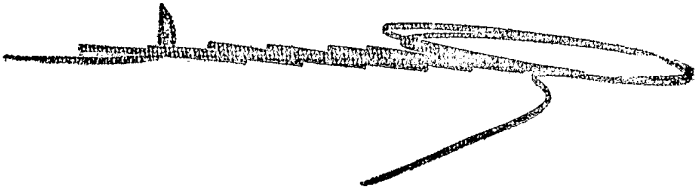


aperfeiçoamentos desta invenção é ilustrado com mais porme-
nor por intermédio de exemplos e exemplos comparativos, em
bora o âmbito da presente invenção não seja limitada por
estes exemplos.

Exemplo 1 (Experiências de 1 a 8)

Na Experiência 1, preparou-se, an-
tecipadamente, uma dispersão aquosa de estearato de zinco
possuindo um diâmetro médio de partículas de 20 μ m e mono-
laureato de sorbitano possuindo um HLB de 8,6 numa propor-
ção em peso de 1:2, numa concentração de 18% em peso como
quantidade total destas duas espécies de aditivos. Assim,
metade da quantidade do éster de sorbitano foi, primeiro,
à água, sob agitação, para aí ser uniformemente disperso se-
guindo-se a adição da quantidade total do estearato de zin-
co que foi, em seguida, uniformemente disperso por continua-
ção da agitação. Depois, adicionou-se a porção restante
do éster de sorbitano à dispersão e continuou-se, adicional-
mente, a agitação durante 4 horas, para produzir uma disper-
são aquosa dos aditivos que era estável, não provocando a
separação de fase por repouso durante 2 horas ou mais.

Introduziram-se, num reator de
polimerização feito de aço inoxidável de 2000 litros de ca-
pacidade, 980 Kg de água desionizada, 382 g de um álcool
polivinílico parcialmente saponificado e 143 g de metil-ce-
lulose solúvel em água, depois fez-se o vácuo do reator
para excluir o ar atmosférico, introduziram-se 700 Kg do
monómero cloreto de vinilo no reator para formar uma mis-
tura de polimerização. Adicionalmente, introduziram-se
280 g de di-carbonato de di-2-etil-hexil-peróxi na mistura
de polimerização no reator, sob agitação, utilizando uma
bomba de alta-pressão para iniciar a reacção de polimeriza-
ção com início simultâneo da elevação de temperatura até
58°C. Continuou-se a reacção de polimerização a esta tem-
peratura, sob agitação contínua da mistura de polimeriza-



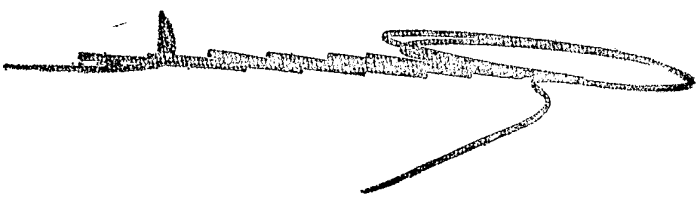
ção. No momento em que a conversão do monómero no polímero tinha atingido 85%, adicionou-se a dispersão aquosa dos aditivos preparada em separado, antecipadamente, à mistura de polimerização numa quantidade de 0,3 partes em peso como base no total do estearato de zinco e éster de sorbitano por 100 partes em peso do monómero cloreto de vinilo e continuou-se, adicionalmente, a reacção de polimerização. Quando a pressão dentro do reactor de polimerização baixou para 5,5 Kg/cm²G, terminou-se a reacção de polimerização e recuperou-se o monómero não reagido. Descarregou-se a pasta polimerizada do reactor desidratou-se e secou-se numa forma convencional, para produzir uma resina de cloreto de polivinilo pulverizada.

Na Experiência 2, repetiu-se o procedimento anterior com excepção de que se substituiu o estearato de zinco por a mesma quantidade de estearato de cálcio.

O procedimento de polimerização na Experiência 3 foi exactamente o mesmo da Experiência 2, com excepção que a quantidade da dispersão aquosa dos aditivos foi reduzida para 0,1 partes em peso para o total do estearato de cálcio e éster de sorbitano por 100 partes em peso, do monómero cloreto de vinilo.

O procedimento de polimerização na Experiência 4 foi exactamente o mesmo do da Experiência 1 exceptuando a substituição do estearato de zinco com a mesma quantidade do estearato de bário.

Na Experiência 5 realizada para fins comparativos, a polimerização realizou-se da mesma forma como nas experiências precedentes mas sem a adição da dispersão aquosa dos aditivos no caso da reacção de polimerização.



O procedimento de polimerização na Experiência 6 foi exactamente o mesmo da Experiência 1 exceptuando a substituição do estearato de zinco pela mesma quantidade de acetato de cálcio e do monolaureato de sorbitano pela mesma quantidade do monoestearato de sorbitano possuindo um HLB de 4,7.

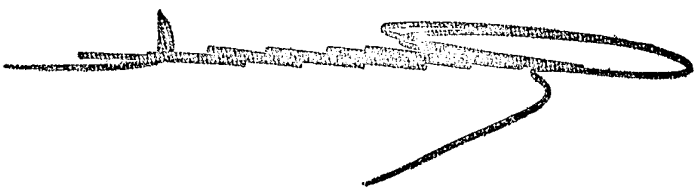
O procedimento de polimerização na Experiência 7 foi exactamente o mesmo da Experiência 1 exceptuando a substituição do monolaureato de sorbitano pela mesma quantidade de tri-oleato de sorbitano possuindo um HLB de 1,8.

Na Experiência 8, realizou-se a polimerização da mesma forma da Experiência 1 com excepção que não foi adicionada a dispersão aquosa dos aditivos e, em substituição, adicionaram-se 0,3 partes em peso de um agente tensio-activo catiónico de base amina por 100 partes em peso do monómero cloreto de vinilo na mesma quantidade da Experiência 1.

Submeteram-se cada uma destas 8 resinas de cloreto de polivinilo pulverizadas a ensaios de avaliação para os pontos I a V, sob as condições de ensaio descritas a seguir, para produzir os resultados apresentados no Quadro 1.

I. Capacidade de fluir sob condições normais

Condicionou-se a resina pulverizada mantendo-a durante 24 horas numa atmosfera de 35% de humidade relativa a 27°C (Condição A) ou 40% de humidade relativa a 0°C (Condição B) e tomou-se uma porção de 100 ml do pulverizado e colocou-se no funil para determinação da densidade específica apresentado em JISK 6721. O tempo, em segundos, que a resina pulverizada demorou a fluir livremente através do funil registou-se como uma medida da



capacidade de fluir. As condições A e B são referidas no Quadro 1 simplesmente por A e B, respectivamente.

II. Capacidade de fluir depois de carregamento triboelétrico

A resina pulverizada, depois de condicionada sob a Condição A ou B, agitou-se durante 5 minutos utilizando o misturador planetário fabricado por Brabender Co., rodando a 60 rpm e depois submeteu-se imediatamente à medição da capacidade de fluir pelo método anteriormente descrito.

III. Densidade específica sob condição normal

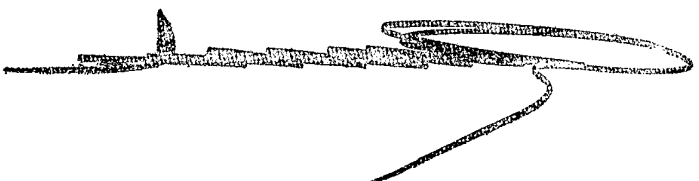
A resina pulverizada, depois de condicionada sob a Condição A ou B anteriormente descritas, submeteu-se à determinação da densidade específica em g/cm² de acordo com o procedimento de ensaio especificado em JIS K6721.

IV. Densidade específica depois de carregamento triboelétrico

Submeteram-se as mesmas amostras de resina pulverizada, utilizadas nos ensaios anteriormente mencionados, para a capacidade de fluir depois de carregamento triboelétrico, à medição da densidade específica em g/cm³ de maneira idêntica à anterior.

V. Estabilidade térmica

Misturou-se a resina pulverizada com 2,5 PHR (partes por cem partes de resina) de estearato de chumbo, 0,7 PHR de estearato de bário, 0,5 PHR de sulfato de chumbo tri-básico e 30,0 PHR de ftalato de di-octilo e, depois de moagem durante 5 minutos num moinho



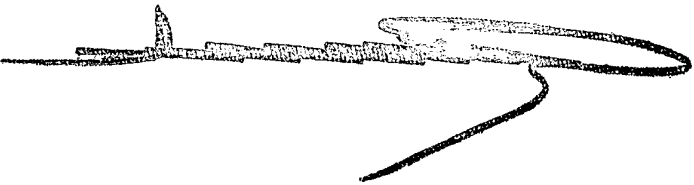
cilindrico a 165°C, moldou-se o composto numa folha de 1 mm de espessura. Manteve-se a folha num forno a 195°C e registou-se o tempo em minutos necessário para o branqueamento da folha como uma medida da estabilidade térmica da resina.

Exemplo 2 (Experiência de 9 a 13)

O procedimento de polimerização nas Experiências 9, 10 e 11 foi essencialmente o mesmo da Experiência 2, com excepção que o estearato de cálcio pulverizado utilizado como aditivo na dispersão aquosa possuía um diâmetro de partícula médio de 8 µm, 50 µm e 150 µm, respectivamente. As dispersões aquosas preparadas nas Experiências 9 e 10 possuíam boa estabilidade, sem separação de fase depois de permanecerem em repouso durante 2 horas ou mais, enquanto que a dispersão aquosa preparada na Experiência 11 possuía uma estabilidade deficiente provocando a separação de fase ao fim de permanecer em repouso 30 minutos.

O procedimento de polimerização na Experiência 12 foi exactamente o mesmo da Experiência 9 com excepção que a quantidade da dispersão aquosa dos aditivos foi reduzida para 0,005 partes em peso como um total de estearato de cálcio e éster de sorbitano por 100 partes em peso do monómero cloreto de vinilo.

O procedimento de polimerização na Experiência 13 foi aproximadamente o mesmo da Experiência 9 com excepção que a dispersão aquosa dos aditivos continha 25% em peso de estearato de cálcio e éster de sorbitano como um total. A dispersão aquosa possuía uma estabilidade um tanto ou quanto deficiente que provocava a separação de fase quando se mantinha em repouso por mais do que 1 hora.



Cada uma destas cinco resinas de cloreto de polivinilo pulverizadas assim preparadas, foram submetidas a ensaios de avaliação, da mesma forma que Exemplo 1 para produzir os resultados apresentados no Quadro 1.

Exemplo 3 (Experiência 14 a 17)

O procedimento de polimerização na Experiência 14 foi essencialmente o mesmo da Experiência 9 do Exemplo 2 com excepção que a proporção em peso entre o estearato de cálcio e o éster de sorbitano na dispersão aquosa era de 1:5.

O procedimento de polimerização nas Experiências 15, 16 e 17 foi essencialmente o mesmo da Experiência 9 com excepção que a proporção em peso entre o estearato de cálcio e o éster de sorbitano na dispersão aquosa era de 1:1, 1:20 e 3:1, respectivamente, e a dispersão aquosa em cada uma destas experiências continha 10% em peso do estearato de cálcio e éster de sorbitano como um total. A dispersão aquosa preparada na Experiência 14 possuía uma estabilidade tão boa como a da Experiência 9 enquanto que as dispersões aquosas preparadas nas Experiências 15 e 16 possuíam uma estabilidade um tanto ou quanto deficiente que originava a separação de fase quando em repouso mais do que 1 hora e a dispersão aquosa na Experiência 17 possuía uma estabilidade muito deficiente que originava a separação de fase já ao fim de 30 minutos de permanência em repouso.

Submeteu-se uma destas quatro resinas de cloreto de polivinilo pulverizadas preparadas, a ensaios de avaliação da mesma forma que no Exemplo 1 para produzir os resultados apresentados no Quadro 1.

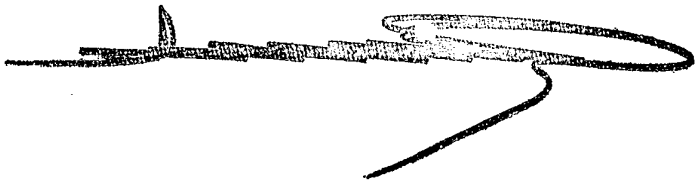
Exemplo 4 (Experiências 18 a 21)



O procedimento de polimerização de em cada uma destas experiências foi essencialmente o mesmo da Experiência 9 com excepção que a dispersão aquosa dos aditivos foi introduzida na mistura de polimerização em alturas diferentes, durante a realização da polimerização. Nomeadamente, introduziu-se a solução aquosa na altura em que a conversão do monómero no polímero era de 70% e 60% nas Experiências 18 e 21, respectivamente, imediatamente depois de terminada a reacção de polimerização, quando a conversão do monómero em polímero era de 91%, nas Experiências 19 e depois de se recuperar o monómero de cloreto de vinilo não reagido na Experiência 20.

Depois de descarregar a pasta polimerizada do reactor de polimerização, as paredes interiores do reactor foram inspeccionadas visualmente para verificar que quase não se depositou polímero nas Experiências 18, 19 e 20, análogas à Experiência 9, enquanto que as paredes do reactor na Experiência 21 estavam todas cobertas do polímero nelas depositado.

Submeteu-se cada uma desta quatro resinas de cloreto de polivinilo pulverizadas assim preparadas, a ensaios de avaliação, da mesma forma como no Exemplo 1, para produzir os resultados apresentados no Quadro 1.



REIVINDICAÇÕES

- 1ª -

Processo para a preparação de uma resina polimérica de cloreto de vinilo em pó dispersando e polimerizando um monómero de cloreto de vinilo ou uma mistura de monómeros principalmente composta por cloreto de vinilo num meio aquoso para formar uma mistura de polimerização, caracterizado por se adicionar misturando a mistura de polimerização a uma dispersão aquosa contendo de A) um sal de ácido carboxílico monobásico possuindo entre 10 e 20 átomos de carbono numa molécula com um metal divalente seleccionado entre o grupo constituído por cálcio, zinco, bário e magnésio, possuindo um diâmetro de partícula médio não excedendo 100 μ m e B) um éster de sorbitano com um ácido carboxílico possuindo 11 a 21 átomos de carbono numa molécula, numa proporção em peso de (A) : (B) compreendida entre 1:10 e 2:1 numa dispersão aquosa, sendo a quantidade da dispersão aquosa adicionada à mistura de polimerização compreendida entre 0,01 e 1,5 partes em peso como o total de (A) e (B) por 100 partes em peso do monómero de cloreto de vinilo ou a mistura de monómeros principalmente composta por cloreto de vinilo, no momento em que a conversão do monómero ou mistura de monómeros no polímero é de pelo menos 70% mas antes da desidratação das partículas poliméricas.

- 2ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o ácido carboxílico monobásico possuindo entre 10 e 20 átomos de carbono numa molécula que forma o aditivo (A) ser seleccionado entre o grupo constituído por ácido esteárico, ácido cáprico, ácido laurico, ácido palmítico e ácido oleico.

- 17 -

- 3ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o aditivo B) ser seleccionado entre o grupo constituído por monopalmitato de sorbitano, monoestearato de sorbitano, mono-oleato de sorbitano, mono-oleato de sorbitano, monolaurato de sorbitano e monolícilolenato de sorbitano.

- 4ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a dispersão aquosa dos aditivos A e B conter os aditivos (A) e (B) numa quantidade compreendida entre 5 e 20% em peso como total.

A requerente reivindica a prioridade do pedido de patente japonês apresentado em 16 de Fevereiro de 1990, sob o nº. 2-35530.

Lisboa, 15 de Fevereiro de 1991.

O AGENTE GERAL DE PATENTES DA LUSOESTE





R E S U M O

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA RESINA DE CLORETO DE POLIVINILO"

A invenção refere-se a um processo para a preparação de uma resina polimérica de cloreto de vinilo em pó dispersante e polimerizando um monómero de cloreto de vinilo ou uma mistura de monómeros principalmente composta por cloreto de vinilo num meio aquoso para formar uma mistura de polimerização, em que se adiciona, misturando, a mistura de polimerização a uma dispersão aquosa contendo aditivos de A) um sal de ácido carboxílico monobásico possuindo entre 10 e 20 átomos de carbono numa molécula com um metal divalente selecionado entre o grupo constituído por cálcio, zinco, bário e magnésio, possuindo um diâmetro de partícula médio não excedendo 100 μm e B) um ester de sorbitano com um ácido carboxílico possuindo 11 a 21 átomos de carbono numa molécula, numa proporção em peso de (A) : (B) compreendida entre 1:10 e 2:1 numa dispersão aquosa, sendo a quantidade da dispersão aquosa adicionada à mistura de polimerização compreendida entre 0,01 e 1,5 partes em peso como o total de (A) e (B) por 100 partes em peso do monómero de cloreto de vinilo ou a mistura de monómeros principalmente composta por cloreto de vinilo, no momento em que a conversão do monómero ou mistura de monómeros no polímero é de pelo menos 70% mas antes da desidratação das partículas poliméricas.