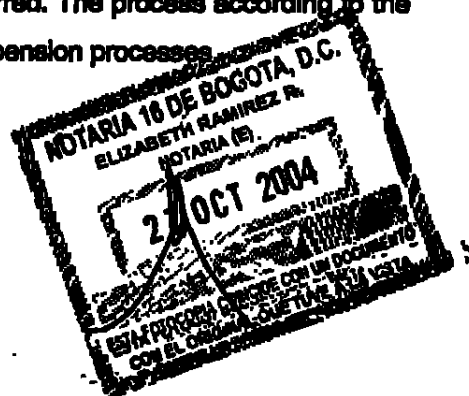


The dosing of the extremely fast initiators to the reaction mixture can be intermittently or continuous over a period of time wherein at least 20%, preferably at least 40%, more preferably at least 60% of all monomer that is used in the process, is polymerized. If an intermittent operation is selected there are at least 2, preferably at least 4, more preferably at least 10, and most preferably at least 20 moments at the polymerization temperature at which the initiator is dosed. If so desired, the intermittent and continuous operation can be combined, such that the initiator is dosed intermittently for certain (longer or shorter) periods of time. Most preferably, the peroxide is being dosed continuously and/or intermittently after that at least 5%, preferably at least 10%, more preferably at least 20%, most preferably at least 30% of the monomer(s) had already been polymerized and wherein during the dosing period at least 10%, preferably at least 20%, more preferably at least 30%, and most preferably at least 50% of all monomer that is used in the process, is polymerized.

Preferably, the dosing can be effected at any suitable entry point to the reactor. If water is added in the course of the polymerization process, for example to compensate for the shrinkage of the reactor content due to the polymerization reaction, it can be advantageous to use the line through which this water is dosed to also dose the initiator.

The polymerization process can be conducted either as a mass process wherein the reaction mixture is predominantly monomer or as a suspension process wherein the reaction mixture typically is a suspension of monomer in water, or as an emulsion or micro-emulsion process wherein the monomer typically is emulsified in water. In these processes the usual additives will have to be used. For example, if the monomer is present in the form of a suspension in water, the usual additives like surfactant(s), protective colloid(s), anti-fouling agent(s), pH-buffer(s), etc. may be present. Depending on the type of polymer desired, each of the above-mentioned processes may be preferred. The process according to the invention is especially suited for mass and suspension processes.



After the polymerization, the resulting (co)polymer (or resin) will be worked up as is usual in the art. Polymers obtained by a suspension polymerization according to the invention, for example, will be submitted to the usual drying and screening steps. The resulting resin preferably is characterized in that it contains less than 50 ppm of residual initiator, more preferably less than 40 ppm, and most preferably, less than 25 ppm of initiator, immediately after drying for 1 hour at 60°C and screening. The resin was found to exhibit excellent heat stability as measured with a Metrastat® PSD260 testing oven according to method ISO 182-2 (1990E). The improved heat stability proved that the resin hardly discolored when submitted to melt-processing steps, e.g., to form shaped articles.

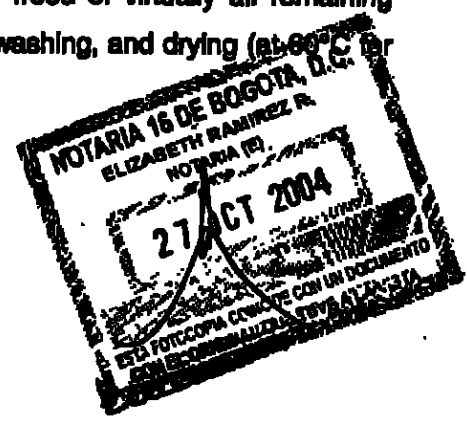
To compare the existing procedure of warm start with the new proposed of the continuous peroxide dosing two thought experiments are carried out according to the below described experimental set-up

15

Experimental

In a standard suspension polymerization experiment, a temperature controlled 1-liter stainless steel Büchi reactor provided with one baffle, a three-bladed stirrer, a pressure transducer, a vinyl chloride (VCM) feed line, a nitrogen purge line, was charged with: 425 g demineralized water, 5 g of an 5% solution Alcotax® B72 (polyvinylacetate/alcohol) in demineralized water, and pressurized to 15 barg, using nitrogen. If no leaks are observed, the reactor is evacuated and pressurized with nitrogen up to 5 barg three times to flush out virtually all air. If not all initiator is dosed, then the desired amount of initiator is added. Next, the reactor was evacuated and charged with 250 g VCM ex Akzo Nobel Salt & Basica, followed by heating up of the reactor to polymerization temperature of 66°C in 30-60 min. After a pressure drop in the reactor, or 4.5 hours reaction time, whichever is shorter, the polymerization was continued for another half hour, and then the reactor was cooled to 20-25°C, evacuated and freed of virtually all remaining VCM. The polymer was obtained after filtration, washing, and drying (at 60°C for 1 hour using a fluidized bed).

30



50342434.122101

The initiator(s) used, the amount dosed, dosing procedure and the polymerization results are presented in the table 1.

The heat formed during polymerization process is measured and cooling adapted to the heat formed. The more heat is being generated at a certain time and the more difficult it will be to control the temperature of the reaction mixture. A low heat peak together with high polymer yields is preferred, since then an optimum in the space-time yield of the reactor can be attained.

Example 1

After reaching the polymerization temperature, 500 ppm of pure diisobutanoylperoxide (calculated on VCM), used as Trigonox® 187 at a concentration of 1% in laododecane, is dosed to the reaction mixture over a period of 30 minutes. Thereafter the dosing speed is reduced to 300 ppm of diisobutanoylperoxide per hour (using the same solution) over a period of 2.5 hrs. A pressure drop was observed. The results are mentioned in table 1

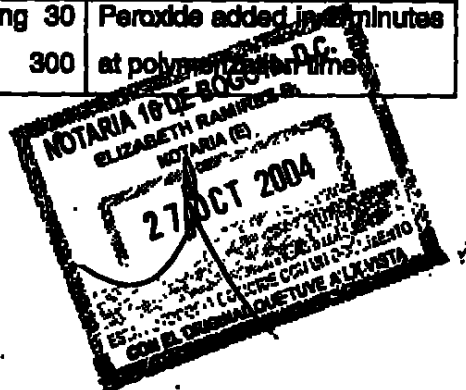
Comparative Example A

After reaching the polymerization temperature 1250 ppm of pure diisobutanoylperoxide (calculated on VCM), supplied as Trigonox® 187 in a 30% solution in laododecane, is added within two minutes.

After 5 hours reaction time the polymerization is stopped and worked-up as described in the experimental procedure. The yield (based on computer simulation) is mentioned in table 1.

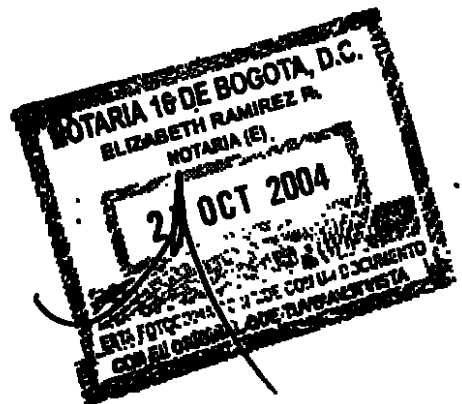
Table 1; Expected results of VCM suspension polymerization with Trigonox® 187 at 68°C according procedures for continuous dosing and for warm start.

	Example 1	Comparison
	Continuous dosing	Warm start
	500 ppm added during 30 min and subsequent 300	Peroxide added in 2 minutes at polymerization temperature



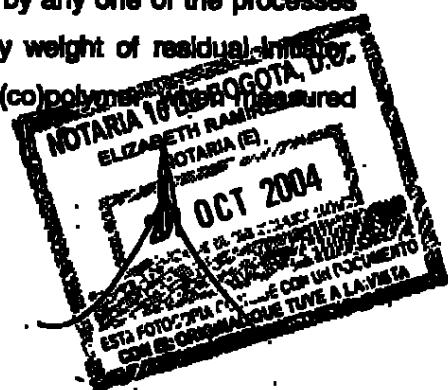
	ppm /hr during 2.5 hrs	
Peroxide quantity used	1250 ppm	1250 ppm
Constant pressure time	2.5 hrs	No pressure drop
Polymerization time	3 hrs	5 hr
PVC yield	85%	25%

101221 4E424E09



Claims

1. Process to polymerize vinyl chloride monomer and optional further monomers using one or more organic initiators, with at least part of the initiator being dosed to the polymerization mixture at the reaction temperature, characterized in that essentially all of the organic initiator used in the polymerization process has a half-life of from 0.0001 hour to 0.05 hour at the polymerization temperature.
2. Process according to claim 1 wherein the initiator dosed at the reaction temperature is dosed continuously.
3. Process according to claim 1 or 2 wherein the dosing of the initiator is controlled such that the maximum cooling capacity of the reactor is used.
4. Process according to any one of claims 1-3 wherein the initiator, or part of the initiator, is dosed, intermittently and/or continuously, during a period wherein at least 20% of all monomer that is used in the polymerization, is polymerized.
5. Process according to any one of claims 1-3 wherein the initiator, or part of the initiator, is dosed, intermittently and/or continuously, after that at least 5%, preferably at least 10%, more preferably at least 20%, most preferably at least 30% of the monomer(s) had already been polymerized and wherein during the dosing period at least 10%, preferably at least 20%, more preferably at least 30%, and most preferably at least 50% of all monomer that is used in the process, is polymerized.
6. Vinyl chloride based (co)polymer obtainable by any one of the processes of claims 1-4, having less than 50 parts by weight of residual initiator based on one million parts by weight of the (co)polymer.



Immediately after polymerization and drying of the (co)polymer for 1 hour at 60°C.

7. Use of a vinyl chloride (co)polymer according to claim 5 in a shaping process involving the heating of the co(polymer) to above its melting temperature.



50342434, 12101

Abstract

The invention pertains to a process wherein initiators are dosed to a polymerization mixture, with essentially all of the organic initiator that is used in the polymerization process having a half-life from 0.0001 hour to 0.05 hour at the polymerization temperature. The dosing of such initiator allows for an improved control of the polymerization rate, and the process will render a polymer with very low residual initiator levels.



5044247, 4424248

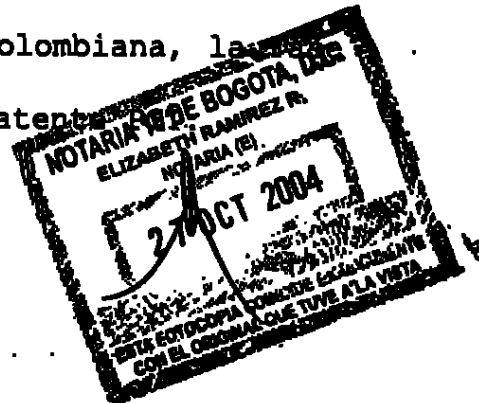
La presente es una traducción Oficial del idioma Inglés al Español de un documento de
traspaso con Apostilla realizada en Bogotá el día 20 de Octubre de 2004

Colombia

TRASPASO

Entre los abajo firmantes, **WESTMIJZE, Hans** un ciudadano
Holandés domiciliado en Buró. Boreellan 1, NL-7437 BB
Bathmen, Holanda; **VAN SWIETEN, Andreas, Petrus** un
ciudadano Holandés domiciliado Reinaldstraat 6, NL-6883
HM Velp, Holanda; **MEULENBRUGGE, Lambertus** un ciudadano
Holandés domiciliado en De Gemeint 11, NL-6931 HZ
Westervoot, Holanda; **VANDUFFEL, Koen, Antoon, Kornelis** un
ciudadano Belga domiciliado en Stevinhof 18, NL-7424 AH
Deventer, Holanda, en adelante el **Cedante**, y **SCHALWIJK,**
Pieter, Cornelis y **VAN DEURSEN, Petrus, Hubertus,**
actuando en su calidad de Apoderado de Akzo Nobel N.V.,
una compañía legalmente constituida y en existencia de
acuerdo con las leyes de Holanda, y domiciliada en
Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, Holanda, en adelante el
Cesionario y,

A. Considerando que el Cesionario ha aplicado para
registro ante la Oficina de Patentes Colombiana, la
Nacional de la siguiente solicitud de patente



B. B. B. S.

BEATRIZ EUGENIA ALARCÓN GUTIÉRREZ
TRANSCRIBIDA E INTERPRETADA
BOGOTÁ 2512 DE SEPT. 15/23 MINISTRO

Título de la Invención	No. de Registro	Fecha de Presentación
DOSIFICACIÓN CONTINUA DE INICIADORES EXTREMADAMENTE RÁPIDOS DURANTE REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN		

B. Considerando que los **Cedentes** son los inventores de la invención que es objeto de la solicitud de patente mencionada anteriormente.

C. Considerando que el **Cesionario** está interesado en obtener el traspaso de la patente de invención mencionada anteriormente, y los **Cedentes** están interesados en traspasarla al **Cesionario**.

Se ha establecido el siguiente acuerdo:

Primero: Los **Cedentes** traspasan al **Cesionario** cada uno y todos los derechos pertenecientes a los **Cedentes** con respecto a la invención que es objeto de la solicitud de patente mencionada en el literal A. de esta



Segundo: El Cesionario acepta el traspaso mencionado anteriormente.

Tercero: Este traspaso entrará en vigor y unirá las partes, y sus subsidiarias, afiliados sucesores, cesionarios, y personas autorizadas, si existen.

Firmada el día 7 de julio de 2.004, por

(aparece firma ilegible) (aparece firma ilegible)

WESTMIJZE, Hans

VAN SWIETEN, Andreas Petrus

(aparece firma ilegible) (aparece firma ilegible)

MEULENBRUGGE, Lambertus

VANDUFFEL, Koen Antoon Kornelis

Akzo Nobel N.V.

(Cesionario) |

(aparece firma ilegible) (aparece firma ilegible)

SCHALWIJK, Pieter Cornelis

VAN DEURSEN, Petrus Hubertus

(Apoderado)

(Apoderado)

(Este documento debe estar debidamente apostilla)



HEATRIZ EUGENIA ALARCON GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINJUSITICION

Aparece sello de notario que dice:

El abajo firmante, *Sr. M. Schellinggerhout*

Notario de Derecho Civil, residente en Arnhem, Holanda,
certifica que las anteriores firmas son las firmas
auténticas de A.P. VAN SWIETEN, H. WESTWIJZE, L. MEULENBRUGGE, K.A.K.
VANDUFFEL, P.C. SCHALWIJK, P.H. VAN DEURSEN Firmado así en Arnhem,
el 8 de *Septiembre de 2004*.

Aparece Sello/estampilla rojo en relieve de:

Sr M. Schellinggerhout Notario de Arnhem

Aparecen dos sellos en Holandés: (Secretario - Corte del
Distrito de Arnhem)

APOSTILLA

(Convención de la Haya de Octubre 5 de 1961)

1. País: Holanda
2. Este documento público ha sido firmado por:
 . Sr. M. Schellinggerhout
3. actuando en su calidad de: Notario de
4. lleva el sello/estampilla de: Sr. M. Schellinggerhout



Alfonso
HEATUZ EDERRIA ALARCON GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINISTERIO

184

Certificado

5. En Arnhem,
6. el día 8 de Septiembre de 2004
7. por el secretario de la corte
(Secretario de la Corte de Distrito)
8. No. 04-778
9. Sello: aparece sello en Holandés (Secretario - Corte del Distrito de Arnhem)
10. Firma: (aparece firma ilegible)
M. Jansen



Bablos, J.
BEATRIZ EDGEMIA ALARCON BOTTENFELZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MICHUAC

MINISTERIO DE
RELACIONES EXTERIORES

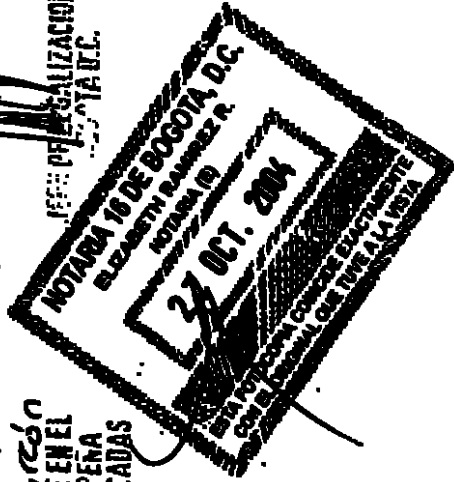
275841

Beatriz Alarcón
CITA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO DESEMPENA
LAS FUNCIONES INDICADAS

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

2004 OCT 22 P 247

PER: OFICIALIZACIONES
NOTA D.C.



La presente es una traducción Oficial del idioma Inglés al Español de un extracto de la cámara de comercio de Holanda con Apostilla realizada en Bogotá el día 20 de Octubre de 2004

Aparece logotipo en Holandés

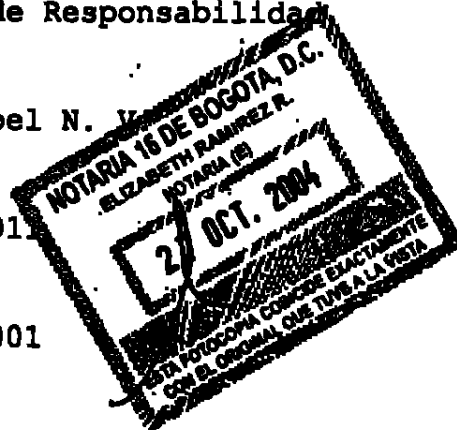
Número de registro: 09007809

Página 00001 Extracto limitado

Traducción al Inglés de un extracto del registro comercial de la Cámara de Comercio e Industria para el Central Gelderland

Persona Jurídica

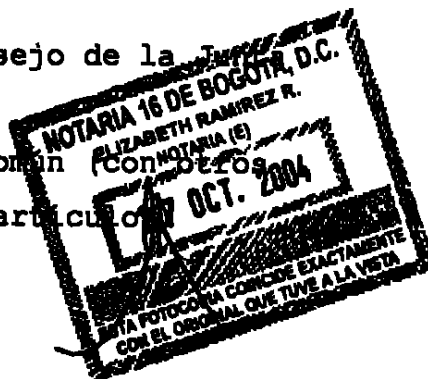
Forma Legal	:Naamloze Vennootschap (Compañía Pública de Responsabilidad Limitada)
Nombre	:AKZO Nobel N. V.
Sede Estatutaria	:Arnhem
Escritura de Constitución	:08-05-1911
Escritura de última corrección de artículos	:02-07-2001
Capital Autorizado	:1.600.019.200,00 €
Capital Emitido	:572.313.720,00 €
Capital Pagado	:572.313.720,00 €
Hay diferentes clases de acciones	:Consulte el archivo de registro oficial
Otra información	:Ver Extracto Holandés



BEATRIZ EUGENIA ALARCON OTTUNER
TRADUCTORA E INÉRPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINISTERIO

Empresa:

Nombre Comercial(es) : AKZO Nobel N.V.
 Dirección : Velperweg 76, 6824BM Arnhem
 Dirección : Postbus 9300, 6800SB Arnhem
 Correspondencia
 Fecha de trabajo : 026-3664433
 Fecha de : 08-05-1911
 Constitución
 Descripción de los : Ver extracto Holandés
 negocios conducidos
 Empleados : 0
 Este extracto contiene una selección de titulares
 Director(es):
 Nombre : van der Meer, Rudolf Marinus
 Jacob
 Fecha y lugar de : 27-01-1945, de Gravenhage
 Nacimiento
 Dirección : Burgemeester v d Feltzln 13,
 8162MA Epe
 Fecha de Ingreso a : 01-05-1993
 la Oficina
 Título : Miembro del consejo de la
 Directiva
 Poderes : Autorizado en Comin (Connotaria (E)
 directores, ver artículo 17 OCT. 2004
 Fecha de (actual) : 01-05-1993
 autoridad
 representativa
 05-07-2004 Sigue página 00002
 Nombre Strömqvist, Dag Eric
 Número de registro: Página 00002 Extracto limitado



09007809

Fecha y lugar de nacimiento :22-01-1942, Skeppsholm, Suecia

Dirección :Wisseloordlaan 10, 1217CS
Hilversum

Fecha de ingreso a la oficina :01-07-2000

Título :Miembro del consejo de la Junta
Directiva

Poderes :Autorizado en Común (con otros
directores, ver artículos)

Fecha de (actual) autoridad representativa :01-07-2000

Nombre :Wildrbeek, Antonius Theodorus
Maria

Fecha y lugar de nacimiento :21-01-1950, Utrecht

Dirección :Coggins Lane 11, 07052 West
Orange New Jersey, Estados Unidos
de América

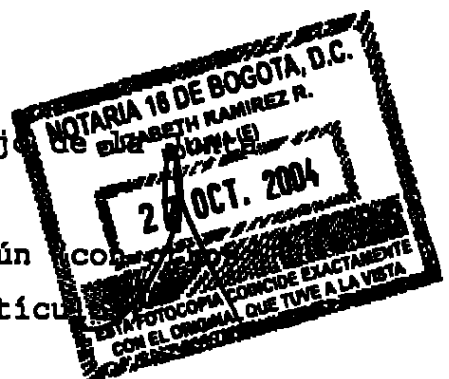
Fecha de ingreso a la oficina :01-07-2002

Título :Miembro del consejo de
Directiva

Poderes :Autorizado en Común (con
directores, ver artículos)

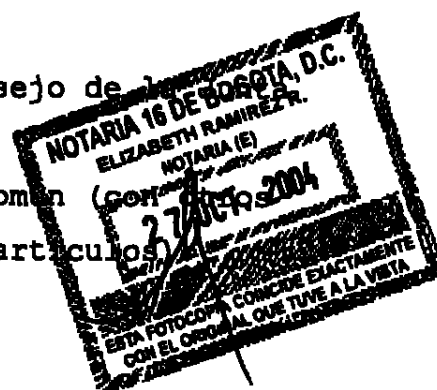
Fecha de (actual) autoridad representativa :01-07-2002

Nombre :Wijers, Gerardus Johhannes



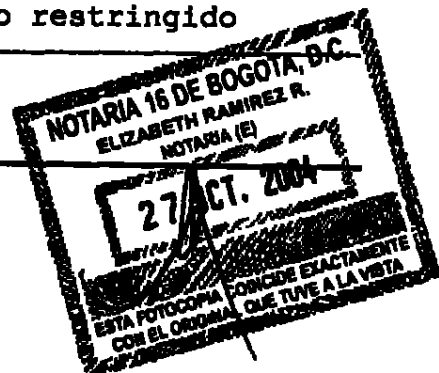
BEATRIZ EUGENIA CLARSON OSTIERNEZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/98 MINISTERIO

Fecha y lugar de nacimiento :11-01-1951, Oosstburg
 Dirección :Wilhelminapark 7, 3581NB Utrecht
 Fecha de ingreso a la oficina :01-10-2002
 Título :Presidente del consejo de la Junta Directiva
 Poderes :Autorizado en Común (con otros directores, ver artículos)
 Fecha de (actual) autoridad representativa :01-05-2004
 Nombre :Frohn, Robert Jozef
 Fecha y lugar de nacimiento :12-03-1960, Nijmegen
 Dirección :Beekhuizensseweg 65, 6881 AE Velp Gld
 Fecha de ingreso a la oficina :01-05-2004
 Título :Miembro del consejo de la Junta Directiva
 Poderes :Autorizado en Común (con otros directores, ver artículos)
 Fecha de (actual) autoridad representativa :01-05-2004
 Firma Autorizada(s):
 Nombre :Schalkwijk, Pieter Cornelis
 05-07-2004 Sigue página 00003
 Número de registro: Página 00003 Extracto limitado
 09007809



Fecha y lugar de nacimiento :03-08-1950, Utrecht
 Dirección :Zoutmanlaan 5, 6881GM Velp Gld
 Fecha de ingreso a la oficina y función :01-07-1986 apoderado de abogado para firmar
 Título :agente de patentes
 Poderes :Poder de abogado restringido
 Comienzo (actual) de poder de abogado :01-07-1999
 Nombre :van Deursen, Petrus Hubertus
 Fecha y lugar de nacimiento :01-11-1949, Balikpapan, Indonesia
 Dirección :Kraijesteijnlaan 19, 6891EA
 Rozendaal
 Fecha de ingreso a la oficina y función :01-07-1999
 Título :Agente de patentes
 Poderes :Poder de abogado restringido
 Comienzo (actual) de poder de abogado :01-07-1999

Emitido por la Cámara de Comercio



Arnhem, 05-07-2004

Para extracto

(aparece firma ilegible y sello:

En Holandés.

Mw. J.H.M. Glaap)

La traducción al inglés de "Descripción de Negocios Conducidos" es:

El establecimiento y la explotación de compañías industriales, el comercio de productos industriales, la participación en otras compañías y todas las actividades relacionadas con esto.

A continuación aparecen tres (3) hojas que se encuentran en idioma Holandés.



DEYRAL EUGENIA ALARCON GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINJUSTICIA

Aparece sello de notario que dice:

El abajo firmante, *Sr. M. Schellingherhout*

Notario de Derecho Civil, residente en Arnhem, Holanda,
certifica que las anteriores firmas son las firmas
auténticas de *Sra J.H.M. GLAAD* Firmado así en Arnhem, el
27 de Julio de 2004.

Aparece Sello/estampilla rojo en relieve de:

Sr M. Schellinggerhout Notario de Arnhem

Aparecen dos sellos en Holandés: (Secretario - Corte del
Distrito de Arnhem)

APOSTILLA

(Convención de la Haya de Octubre 5 de 1961)



1. País: Holanda
2. Este documento público ha sido firmado por:
Sr. M. Schellingherhout
3. actuando en su calidad de: Notario de Derecho Civil
4. lleva el sello/estampilla de: Sr. M. Schellingherhout

Notario de Arnhem

24/10/04
BEATRIZ EUGENIA ALARCON CORTIÑEZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/99 MINISTERIO

40

CERTIFICADO

5. En Arnhem,

6. el día 27 de Julio de 2004

7. por el secretario de la corte

(Secretario de la Corte de Distrito)

8. No. 04-654

9. Sello: aparece sello en Holandés (Secretario - Corte del Distrito de Arnhem)

10. Firma:

J.M.C. van den Born-Halve

(aparece firma 1



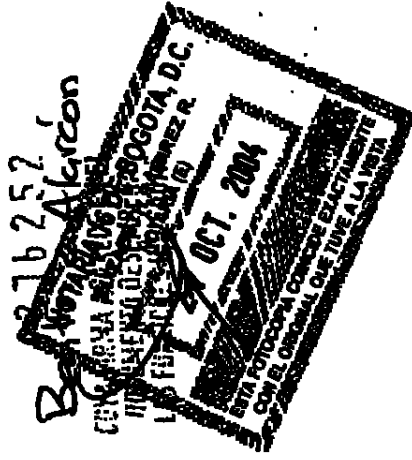
Substis.
GEMERIZ EUGENIA ALARCÓN GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINJURTECIA

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

23. OCT 25 A 11:41

Lucy
DELEGACIONES
LEGISLATIVAS

MINISTERIO DE
RELACIONES EXTERIORES





LOS ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA

A TODO AQUEL A QUIEN CONCIERNA LO PRESENTE

DEPARTAMENTO DE COMERCIO DE LOS ESTADOS UNIDOS

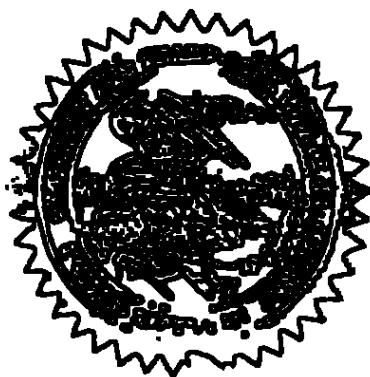
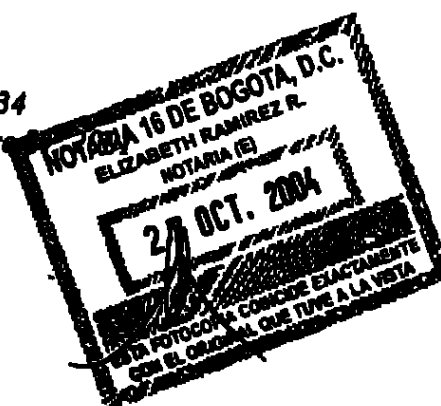
Oficina de Patentes y Marcas de los Estados Unidos

Diciembre 27, 2002

LA PRESENTE ES PARA CERTIFICAR QUE ADJUNTA A LA MISMA HAY UNA COPIA FIEL DE LOS REGISTROS DE LA OFICINA DE PATENTES Y MARCAS DE LOS ESTADOS UNIDOS DE LOS DOCUMENTOS DE LA SOLICITUD DE PATENTE IDENTIFICADA EN LO QUE SIGUE, QUE CUMPLEN LOS REQUISITOS PARA OTORGARLE UNA FECHA DE PRESENTACIÓN BAJO 35 USC 111.

NÚMERO DE SOLICITUD:
FECHA DE PRESENTACIÓN:

60/342,434
Diciembre



Por la Autoridad del
COMISARIO DE PATENTES Y MARCAS

Aparece firma
M. TARVER
Oficial Certificador

PTO/SB/16(10-01)

Aprobado para uso durante 10/31/2002. OMB 0651-0032

Oficina de Marcas y Patentes de los Estados Unidos;

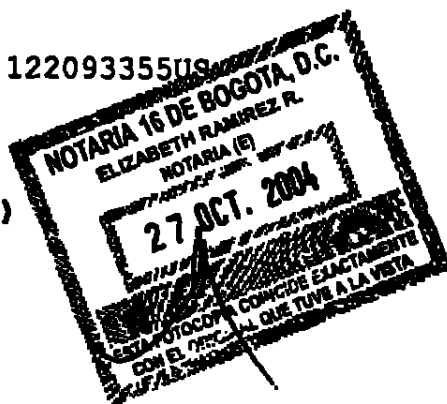
DEPARTAMENTO DE COMERCIO DE LOS ESTADOS UNIDOS

De acuerdo con el acta de reducción de papel de 1995, no se requiere que ninguna persona responda para una recolección de información a menos que éste muestre un número de control OMB válido.

HOJA DE PORTADA DE SOLICITUD PROVISIONAL

Esta es una petición para presentar una SOLICITUD PROVISIONAL PARA PATENTE de acuerdo con el 37 CFR 1.53(c)

Etiqueta de correo Expreso No. EM 122093355US

INVENTOR(ES)

PRIMER NOMBRE Hans
 INICIAL SEGUNDO NOMBRE Westmijze
 RESIDENCIA (Ciudad y ya sea Estado o País Extranjero)
 Bathmen, Holanda

PRIMER NOMBRE Andreas Petrus
 INICIAL SEGUNDO NOMBRE Van Swieten
 RESIDENCIA (Ciudad y ya sea Estado o País Extranjero)
 Velp, Holanda

RIMER NOMBRE Lambertus
INICIAL SEGUNDO NOMBRE Meulenbrugge
RESIDENCIA (Ciudad y ya sea Estado o País Extranjero)
Westervoort, Holanda

☒ Inventores Adicionales están siendo nombrados en la 1
hoja numerada separadamente adjuntas a este.

TÍTULO DE LA INVENCION

(500 caracteres máximo)

**DOSIFICACIÓN CONTINUA DE INICIADORES EXPREMADAMENTE
RÁPIDOS DURANTE REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN**

Dirigir toda la correspondencia a:

DIRECCIÓN DE CORRESPONDENCIA

☐ Número de Cliente

Digite número de cliente

Coloque aquí etiqueta con código de
barras número de cliente

0

☒ Firma o Nombre Individual

Ralph manzini

Dirección

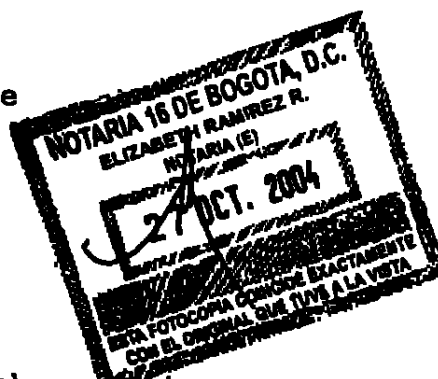
AKZO NOBEL INC.

Dirección

7 Livingstone Avenue

Ciudad

Dobbs Ferry



País	E.U.A.
Estado	New York
Teléfono	914-674-5465
Zip	10522
Fax	914-693-4236

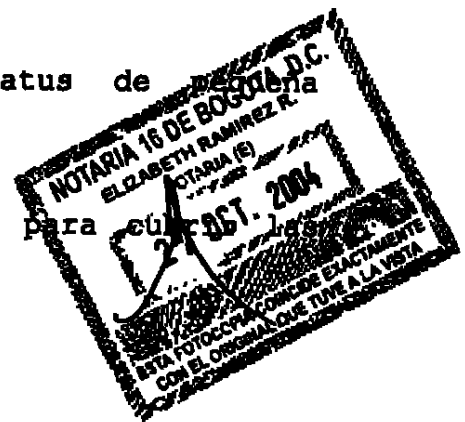
PARTES DE LA SOLICITUD INCLUIDAS
(Marque todo lo que aplica)

- ☒ Descripción Número de páginas 12
- ☐ Dibujo(s) Número de hojas 1
- ☐ Hoja de Datos de la Solicitud. Ver 37 CFR 1.76
- ☐ CD(s), Número ☐
- ☐ Otro (especifique) ☐

Certificado de Correspondencia incluido adelante

MÉTODO DE PAGO DE TASAS DE PRESENTACIÓN PARA ESTA
SOLICITUD PROVISIONAL DE PATENTE

- ☐ El solicitante reivindica el estatus de pequeña entidad. Ver 37 CFR 1.27
- ☐ Se incluye un cheque o giro postal para cubrir las tasas de presentación



☒ Por medio de la cual se autoriza al Comisionado a cargar la tasa de presentación o abonar cualquier sobrecosto al Número de Cuenta de Depósito:

01-1350

☐ Se adjunta formulario PTO-2038 para pago con tarjeta de crédito

Cantidad de tasa de presentación (\$)

\$160,00

La invención fue hecha por una agencia del Gobierno de los Estados Unidos o de acuerdo con un contrato con una agencia del Gobierno de los Estados Unidos.

☒ No.

☐ Si, el nombre de agencia del Gobierno de los Estados Unidos y el número de contrato de Gobierno son: _____

Respetuosamente Presentado,

Firma:

(aparece firma ilegible)

Fecha:

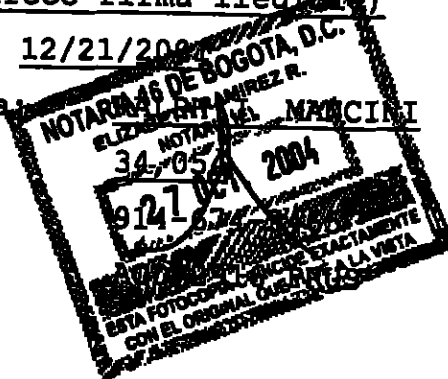
12/21/2004

Nombre impreso o escrito a máquina:

Reg. No.

Teléfono

Número de Registro



ALONSO ALARCON GUTIERREZ
PROCTORA E IN: ESCRITO OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINJUSTICIA

Esta recolección de información se requiere por el 37 CFR 1.51. La información se utiliza por el público para registrar (y por el PTO para procesar) una solicitud provisional. Regido confidencialmente por 35 U.S.C. 122 y 37 CFR 1.14. Esta recolección se estima toma 8 horas para completarse, e incluye reunir, preparar, y presentar el formulario de solicitud completo del PTO. El tiempo variará del caso individual. Cualquier comentario sobre la cantidad de tiempo que usted necesita para completar este formulario y/o sugerencias para reducir este límite, se debe enviar al Oficial Jefe de Información, Oficina de Marcas y Patentes en los Estados Unidos, Departamento de Comercio de los Estados Unidos, Washington, DC 20231. NO ENVIAR TASAS O FORMULARIO COMPLETOS A ESTA DIRECCIÓN. Enviar a: Casilla de Solicitud Provisional, Comisionado Asistente para Patentes, Washington, D.C. 20231.



KEATRAZ EUGENIA ALANCON GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINISTTERIO

HOJA DE PORTADA DE SOLICITUD PROVISIONAL**PÁGINA ADICIONAL**

PTO/SB/16(02-01)

Aprobado para uso durante 10/31/2002. OMB 0651-0032

Oficina de Marcas y Patentes de los Estados Unidos;

DEPARTAMENTO DE COMERCIO DE LOS ESTADOS UNIDOS

De acuerdo con el acta de reducción de papel de 1995, no se requiere que ninguna persona responda para una recolección de información a menos que éste muestre un número de control OMB válido.

NÚMERO DE REGISTRO

ACD 2916 PRUS

INVENTOR(ES) / SOLICITANTE(S)

PRIMER NOMBRE Koen Antoon Kornelis

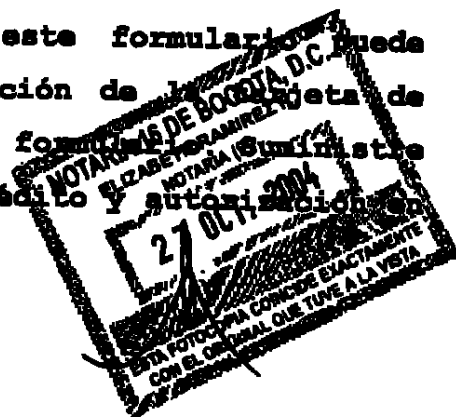
INICIAL SEGUNDO NOMBRE Vanduffel

RESIDENCIA (Ciudad y ya sea Estado o País Extranjero)

Deventer, Holanda

Número 2 de 2

ADVERTENCIA: La información en este formulario puede llegar a ser pública. La información de la tarjeta de crédito no se debe incluir en este formulario y la información de la tarjeta de crédito y la información de la tarjeta de crédito el PTO-2038.



HEATRIZ EUGENIA ALARCON GUERREROS
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINJISTERO

200

SWIETEN VAN, Andreas Petrus - Velp - NL

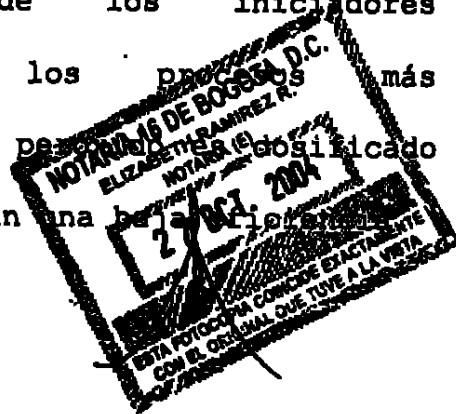
VANDUFFFEL, Koen Antoon Kornelis - Deventer - NL

RÁPIDOS DURANTE LAS REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN

Tal un proceso es conocido de la WO 00/17245, en donde los iniciadores son dosificados a un reactor de polimerización a temperaturas en donde los iniciadores tienen una vida media de desde 0,05 a 1,0 horas. Se anota que el límite inferior de este rango de tiempo presenta la mayoría de los iniciadores. Se anota que la presente refleja la opinión habitual de la persona experta en el campo de la química que

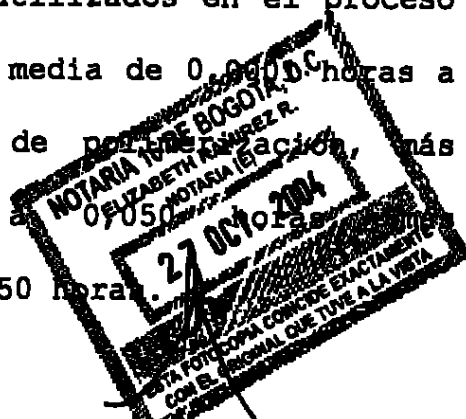
BEATRIZ EUGENIA ALARCÓN GUTIÉRREZ
TRABAJADORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/88 MINISTERIO

uno no puede utilizar un iniciador demasiado reactivo por razones de seguridad y eficiencia. Más específicamente, hasta ahora siempre se ha esperado que los iniciadores con una vida media de 0,05 horas o menos a temperaturas convencionales de polimerización (especialmente para los iniciadores utilizados a temperaturas desde 40°C a 70°C) podrían no ser manejados y transportados de manera segura en razón de la inestabilidad inherente de los productos. Adicionalmente, estos así llamados "iniciadores extremadamente rápidos" no se esperaba que polimerizarán eficientemente los monómeros, en razón a que se esperaba que ellos dieran todos los tipos de reacciones colaterales, tales como hidrólisis, carboxi inversión (por ejemplo, en donde el peroxiéster es convertido al carbonato correspondiente, o un diacilperóxido al anhídrido correspondiente), y otros tipos de reacciones de rearreglo (en jaula) conduciendo a una eficiencia de iniciación inaceptablemente baja. De hecho, una evaluación del desempeño de los iniciadores extremadamente rápidos en los procedimientos más convencionales, en donde todo el peso del monómero es dosificado de una vez, mostró que ellos tenían una vida media de 0,05 horas o menos a temperaturas convencionales de polimerización.



La presente invención se relaciona con un proceso nuevo en donde iniciadores extremadamente rápidos son dosificados a un reactor en condiciones de polimerización. Este proceso dio una eficiencia de iniciador inesperadamente alta y permitió aún un mejor control del calor de polimerización que se desarrolla, permitiendo una producción de espacio-tiempo de reactor optima, y aún niveles de iniciador residual inferior en la resina después de polimerización, cuando se comparo con los procesos y productos de WO 00/17245. De acuerdo con esto, se obtuvo una resina con aún propiedades de estabilidad al calor mejoradas y niveles de ojo de pez bajos, aunque el tiempo de polimerización se podría acortar.

El nuevos procesos se caracterizan porque esencialmente todos los iniciadores orgánicos utilizados en el proceso de polimerización tienen un vida media de 0,001 horas a 0,0500 horas a la temperatura de polimerización, más preferiblemente desde 0,001 a 0,0500 horas, más preferiblemente desde 0,002 a 0,050 horas.



El proceso de acuerdo con la invención es pre eminentemente adecuado para polimerizar mezclas de

monómero que comprenden monómero de cloruro de vinilo (VCM). Preferiblemente, el proceso de acuerdo con la invención involucra la polimerización de mezclas de monómero que comprenden al menos 50% en peso (% p/p) de VCM, con base en el peso de todos los monómeros. Los comonómeros que se pueden utilizar son del tipo convencional e incluyen cloruro de vinilideno, acetato de vinilo, etileno, propileno, acrilonitrilo, estireno, y (met)acrilatos. Más preferiblemente, al menos 80% p/p de los monómeros que están siendo polimerizados se hacen hasta de VCM, aunque en los procesos más preferidos el monómero consiste esencialmente de VCM. Como es conocido en la técnica, la temperatura de polimerización de tales procesos en gran proporción determina el peso molecular de la resina resultante.

En el proceso de acuerdo con la invención uno o más iniciadores se pueden utilizar que esencialmente todos los iniciadores que cumplen el requerimiento de vida media.



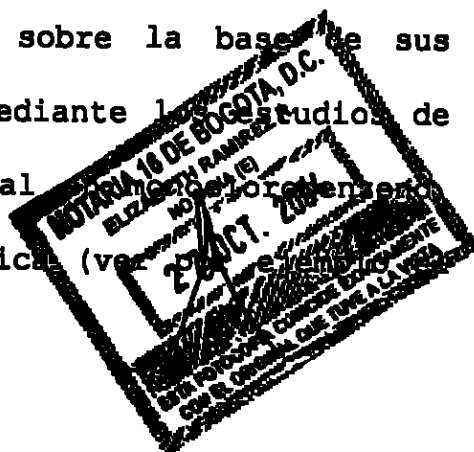
Los ejemplos preferidos de los procesos de acuerdo con la invención son procesos donde uno o más de los siguientes iniciadores son utilizados:

- NOTARIA 1025 BOGOTÁ, D.C.
ELIZABETH GONZALEZ R.
NOTARIA EN SSP
27 DE ABRIL 2004
ESTA FOTOCOPIA CORRESPONDE EXACTAMENTE
CON EL ORIGINAL QUE TUVE A LA VISTA

- peroxidicarbonatos tales como Percadox® 16, con una vida media de menos de 0,05 h a temperaturas mayores de 88° C,
- peroxineodecanoato terc-amilo, con una vida media de menos de 0,05 h a temperaturas mayores de 88° C,
- peroxidicarbonatos tales como Trígonos® EHP, con una vida media de menos de 0,05 h a temperaturas mayores de 89° C, y
- peroxineodecanoato terc-butilo, con una vida media de menos de 0,05 h a temperaturas mayores de 91° C,

Aunque ellos son dosificados en una mezcla de reacción de polimerización en o por encima de la temperatura mencionada en la cual la vida media es 0,05° C, más preferiblemente a una temperatura desde la temperatura mencionada en la cual la vida media es 0,05° C hasta 140° C.

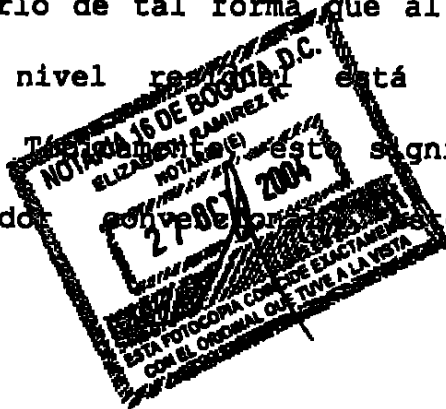
Otros iniciadores también se pueden utilizar. Ellos también pueden ser clasificados sobre la base de sus vidas medias como se determinó mediante los estudios de descomposición técnica convencional como es bien conocido en la técnica (ver



documento "Initiators for high polymers" con código 10737, obtenible de Akzo Nobel), y de acuerdo con los principios establecidos anteriormente.

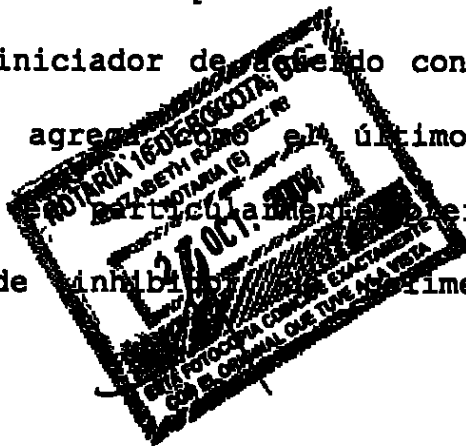
En este proceso no es muy eficiente utilizar los iniciadores extremadamente rápidos durante la etapa de polimerización en donde el contenido del reactor está siendo calentado hasta la temperatura de polimerización deseada, el llamado proceso de arranque en frío. Si se desea sin embargo, uno o más de los iniciadores extremadamente rápidos o más convencionales se pueden utilizar en esta etapa.

No está previsto que uno utilizará iniciadores convencionales en cualquier etapa del proceso actual. Sin embargo, si así se desea, tales peróxidos convencionales con una vida media desde 0,05 a 2 horas en la temperatura de polimerización, pueden ser usados en conjunto con iniciadores extremadamente rápidos de acuerdo con la invención. Si un iniciador convencional se utiliza, es ventajoso seleccionarlo de tal forma que al final de la polimerización, el nivel residual está a un nivel aceptablemente bajo. Esto significa que si utiliza un iniciador



preferiblemente será introducido dentro de la mezcla de reacción antes o justo después de la etapa de calentamiento, en donde la conversión, o el grado de polimerización, está por debajo de 80, preferiblemente por debajo de 50, más preferiblemente por debajo de 30, aún más preferiblemente por debajo de 10, y mucho más preferiblemente por debajo de el 2% de todos los monómeros utilizados en el proceso.

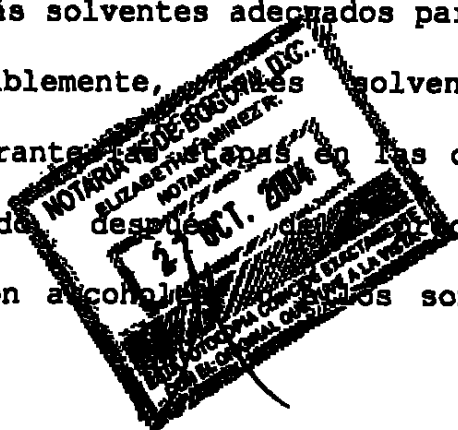
Si la mezcla de reacción se formula en o cerca de la temperatura de polimerización, los llamados procesos arranque en caliente, no se requiere agregar una cierta cantidad de iniciador en el arranque cuando el resto se dosifica durante el tiempo. Sin embargo, también es este proceso de arranque en caliente puede ser benéfico agregar hasta 10% p/p, preferiblemente hasta 4% p/p, más preferiblemente hasta 2% p/p, más preferiblemente hasta 1% p/p, de todos los iniciadores extremadamente rápidos inmediatamente después de la mezcla de reacción, el resto se dosifica con el tiempo. Si se utiliza este procedimiento, el iniciador de acuerdo con la invención preferiblemente se agrega en el último ingrediente. Este procedimiento es particularmente preferido si una cierta cantidad de inhibidor se agrega a la mezcla de reacción (un



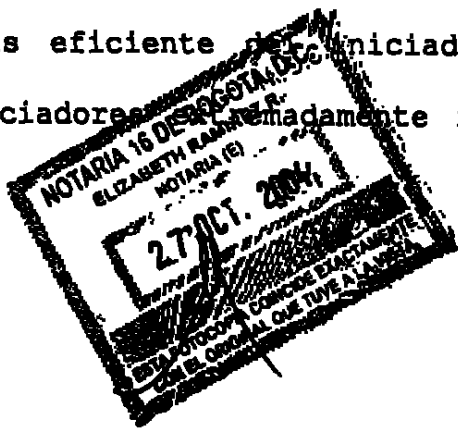
radical que atrapa especies) está presente en la mezcla de reacción. Si tal absorbedor de radical está presente, por ejemplo por que este es introducido con el monómero en donde es típicamente utilizado como un estabilizador, el iniciador inicialmente dosificado reaccionará con dicho absorbedor, evitando así un arranque retrazado de la reacción de polimerización.

La cantidad del iniciador a ser utilizado en un proceso de acuerdo con la invención está dentro del rango convencionalmente utilizado en los procesos de polimerización. Típicamente, se utiliza desde 0,01 a 2% p/p del iniciador, preferiblemente 0,01-1% p/p, más preferiblemente 0,01-0,5% p/p, con base en el peso de el o los monómeros a ser polimerizados.

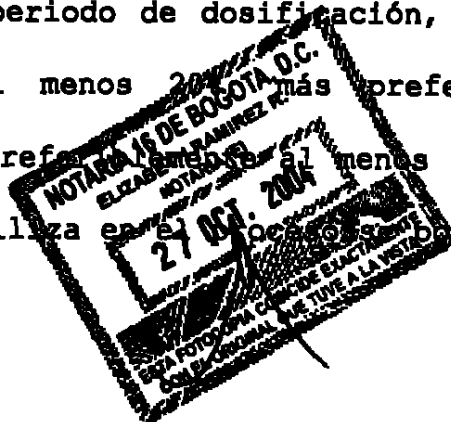
El iniciador es dosificado al reactor en la forma pura o, preferiblemente, en la forma de una solución diluida o dispersión (tal como una suspensión o emulsión). Se pueden utilizar uno o más solventes adecuados para diluir el iniciador. Preferiblemente, los solventes son fácilmente removidos durante el proceso en las cuales el polímero es trabajado después del proceso de polimerización, como con alcohol.



naturaleza que es aceptable dejarlos como un residuo en el polímero final, como es el caso para los solventes que son plastificadores deseados para la resina final. Adicionalmente, puede ser ventajoso, pero no se requiere necesariamente, que tales solventes no afecten adversamente la estabilidad térmica del iniciador disuelto allí, como se puede verificar al analizar la temperatura de vida media del iniciador en dicho solvente. Un ejemplo de tal un solvente es isododecano. Si se dosifica la dispersión del iniciador, entonces la dispersión puede ser de ya sea del iniciador en si mismo o de una solución del iniciador, preferiblemente en dichos solventes adecuados. Preferiblemente, la dispersión es una dispersión acuosa. Preferiblemente, el iniciador se dosifica en una concentración de 0,1 a 50% p/p, más preferiblemente 0,5 a 25% p/p, y más preferiblemente 2 a 15% p/p. Las soluciones o dispersiones de iniciador más diluidas aseguran la rápida mezcla del iniciador y la mezcla de polimerización, que conduce a un uso más eficiente del iniciador, que es crucial para los iniciadores extremadamente rápidos que son utilizados.



La dosificación de los iniciadores extremadamente rápidos a la mezcla de reacción puede ser intermitente o continua durante la polimerización durante un periodo de tiempo en donde preferiblemente al menos el 20%, preferiblemente al menos el 40%, más preferiblemente al menos el 60% de todo el monómero que se utiliza en el proceso, se polimeriza. Si una operación intermitente se selecciona existen al menos 2, preferiblemente al menos 4, más preferiblemente al menos 10, y más preferiblemente al menos 20 momentos en la temperatura de polimerización en la que se dosifica el iniciador. Si se desea, la operación intermitente o continua puede ser combinada de tal forma que el iniciador se dosifica intermitentemente durante ciertos periodos de tiempo (más largos o más cortos). Más preferiblemente, el peróxido que está siendo dosificado continuamente y/o intermitentemente después de que al menos 5%, preferiblemente al menos 10%, más preferiblemente al menos 20%, más preferiblemente al menos 30% de los monómeros ya ha sido polimerizado y en donde durante el periodo de dosificación, al menos 10%, preferiblemente al menos 20%, más preferiblemente al menos 30%, y más preferiblemente al menos 50% de todo el monómero que se utiliza se polimeriza.



HEATREZ EDGEMIA ALARCON GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINISTERIO

Preferiblemente, la dosificación se puede efectuar en cualquier punto de entrada adecuado al reactor. Si se agrega agua en el curso del proceso de polimerización, por ejemplo para compensar el encogimiento del contenido del reactor debido a la reacción de polimerización, puede ser ventajoso utilizar la línea a través de la cual el agua es dosificada también para dosificar el iniciador.

El proceso de polimerización se puede conducir ya sea como un proceso en masa en donde la mezcla de reacción es predominantemente monómero o como un proceso de suspensión en donde la mezcla de reacción típicamente es una suspensión de monómero en agua, o como un proceso de emulsión o micro emulsión en donde el monómero es típicamente emulsificado en agua. En estos procesos los aditivos usuales tendrán que ser utilizados. Por ejemplo, si el monómero está presente en la forma de una suspensión en agua, los aditivos usuales como tensoactivo (s), coloide(s) protector(es), agente(s) anti hediondez, amortiguador(es) de pH, etc. pueden estar presentes. Dependiendo del tipo de polímero deseado, cada uno de los procesos anteriormente mencionados puede ser preferido. El proceso de la intención es especialmente adecuado para procesos en suspensión.

