

234
239

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 04-056932- -00006-0000

Fecha: 2008-02-22 15:20:53 Dep. 2020 NUECREACIONI
Tra 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALII
Act. 444 RLSPULSTAREQUE Folios: 31

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 08 - 14,513
FECHA : FEBRERO 19 DE 2008

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CARDENAS Y CARDENAS P.I.	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	2541305	19/02/2008	5,761,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-03	CAMBIO DE MODALIDAD Y MODIFICA	
		12 MARCAS Y LEAS COMERCIALES	103,000.00
		TOTAL :	\$ 103,000.00

SON: CIENTO TRES MIL PESOS

RESPONSABLE :

CARDENAS & CARDENAS
ABOGADOS

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No.

PCT

WORLD INTELLECTUAL PROPERTY ORGANIZATION
International Bureau



INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(51) International Patent Classification 7: C08F 14/06, 4/34	A1	(11) International Publication Number: WO 00/17245 (43) International Publication Date: 30 March 2000 (30.03.00)
(21) International Application Number: PCT/EP99/06728 (22) International Filing Date: 10 September 1999 (10.09.99) (30) Priority Data: 98203176.7 21 September 1998 (21.09.98) EP (71) Applicant (for all designated States except US): AKZO NOBEL N.V. [NL/NL]; Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem (NL). (72) Inventors; and (75) Inventors/Applicants (for US only): VAN SWIETEN, Andreas, Petrus [NL/NL]; Reinaldstraat 6, NL-6883 HM Velp (NL). WESTMIJZE, Hans [NL/NL]; Burgemeester Boreel- laan 1, NL-7437 BB Bathmen (NL). SCHUT, Jacobus [NL/NL]; Fonteinkruid 137, NL-7422 MV Deventer (NL). (74) Agent: SCHALKWIJK, Pieter, Cornelis; Akzo Nobel N.V., Intellectual Property Dept. (Dept. AIP), P.O. Box 9300, NL-6800 SB Arnhem (NL).		(81) Designated States: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Published <i>With international search report.</i>
(54) Title: CONTINUOUS DOSING OF VERY FAST INITIATORS DURING POLYMERIZATION REACTIONS (57) Abstract The invention pertains to a process wherein peroxides are dosed to a polymerization mixture, with essentially all of the organic peroxide that is used in the polymerization process having a half-life from 0.05 hour to 1.0 hour at the polymerization temperature. The dosing of such peroxide allows for accurate control of the polymerization rate, and the process will render a polymer with a low residual peroxide level.		



CRSP 1478 (2000.01)

CONFIDENTIAL



CRSP 1478 (2000.01)

CONFIDENTIAL

© Miamm da solidud auttore. 03846182 7

② Faktor der Normalität : 1000

① വിജയം സംസ്ഥാനം 19 ജൂലൈ 1988

Fecha de publicación de la resolución: 22.08.2001

④ **Título:** Dedicación en memoria de los héroes que lucharon en las batallas de independencia.

© Printed: 21.09.1999 EP 06203178

© Tradarics: Alcoa Nobel N.V.
Veipervog 76
6924 EM Arnhem, NL

④ Fecha de publicación de la mención BOP: 01.11.2008

⑦ Inventories: Van Sietsten, Andreas, Petrus;
Woudmijze, Hans y
Schulz, Jacobus

© Fecha de la publicación del folio de la patente:
01/11/2008

74) Answer: Elizabeth, Victoria, Alberto

AVISO: En el plazo de nuevo mes y a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la orden 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 fundada una vez que no haya realizado el pago de la base de oposición (art. 93.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

Lista de Inscrições: Oficina Transição de Estudos e Matem. P. de la Castellana, 75 28071 Madrid

ES 2 306 526 T3

DESCRIPTION

Dorificación en conjunto de iniciadores muy rápidos en reacciones de polimerización.

El presente invento se refiere a un proceso para polimerizar uno o más monómeros por medio de uno o más portadores orgánicos antes se disolvan a la mezcla de polimerización a la temperatura de reacción.

Este proceso se comenzó a desarrollar en la DR-QS-1 570 963. Aquí se enciende un iniciador, opcionalmente mezclado con un disolvente, a la composición que se está polimerizando mediante una corriente de agua. Los peróxidos orgánicos que sirven de ejemplo en esta solicitud de patente son peroxodisulfatos y acetyl-celobutyl-sulfonil-peróxido (ACSP). Se usó una temperatura de 54°C. Se sabe que la vida media de los peroxodisulfatos a 54°C varía de 3,5 a 4,5 horas, dependiendo del tipo de disolvente usado.

Este proceso DE-QS-1 750 983 se concibió para resolver un número de problemas en la industria. Sin embargo, el proceso está enfocado principalmente al control de la gestión de calor de la reacción de polimerización, un uso menos óptimo del reactor, un más pobre eficiencia del iniciador, altas cargas de polímero residual en la resina producidos, especialmente de las peroxisulfatos, y/o el uso de un iniciador inadecuado como A30 que es sabido que conduce, *inter alia*, a unos tipos de pez inadecuados en la resina. Un contenido alto de peróxido residual, especialmente de A30, se considera que es correspondiente con una mala estabilidad térmica de los catalizadores, que a su vez se asocia con una descomposición de la resina para procesos posteriores. Por lo tanto, se desea un proceso diferente que no sufra de estas inconveniencias.

De manera similar, la EP-A-0 096 365 describe como su agente un peróxido en tres partes durante la polimerización. De nuevo, se requieren las dificultades en el control el tisor que substancialmente se genera.

El invento actual se refiere a un nuevo proceso en el que estos problemas han sido ampliamente resueltos. Más en particular, el invento asegura que el tiempo de procesamiento adecuado y las condiciones de deshidratación se han obtenido en la polimerización en la cual el calor de polimerización se virtualmente consume todo el tiempo, permitiendo un refinamiento espacio-tiempo óptimo, muy eficiente uso del petróleo, con el resultado de un rendimiento un polímero del iniciador, muy bajo nivel de peróxido residual en la resina después de la polimerización, bajo nivel de óxido de pez en la resina, y bajo ensamblado del reactor. Lo acuerdo con lo, se obtuvo una resina con propiedades de estabilidad mejoradas y bajo nivel de óxido de pez, minimando el tiempo de polimerización se pudo evitar.

El nuevo proceso se caracteriza porque esencialmente todo el personal orgánico utilizado en el proceso de polimerización tiene una media vida de 0,05 a 1,0 horas a la temperatura de polimerización. Esto permite un control preciso del rango de polimerización y la correspondiente generación de calor durante el control de ritmo de desfogado de portavida. Lo que también resulta en una mayor eficiencia en resina con altos niveles de portavida residual y otros de pez.

1-3) proceso de acuerdo con este invento es preferentemente adecuado para polimerizar mezclas de monómeros que contienen cloruro de vinilo monómero (VCM). Preferentemente, el proceso según el invento comprende la polimerización de mezclas de monómeros que tengan al menos 50% en peso (peso) de VCM, basado en el peso de todo el monómero.

Los conservantes que pueden utilizarse son de tipo conservante e incluyen éteres de vinilideno, acetato de vinilo, estireno, propileno, acrilonitrilo, estireno, y metacrilato. Más preferentemente, al menos el 80% peso del o los monómeros que se polimerizan está hecho de VCM, mientras en el proceso más preferido el monómero es esencialmente VCM. Como se sabido en el arte, la temperatura de polimerización de tales procesos determinan en gran medida el peso molecular de la resina resultante.

En el proceso según el invento, se pueden utilizar uno o más peróxidos, en tanto que los peróxidos que se utilizan cumplen el requisito de vida media. Se resulta que en JP-A-4701229A también se describen un peróxido con una vida media en el rango de 0,05-1,0 hora a la temperatura de polimerización. Sin embargo, de acuerdo con esta referencia, se utiliza un peróxido más estable desde el inicio de la polimerización. Este peróxido más estable no cumple el requisito de vida media, y hence es observado que la reacción resultante cataliza un inesperadamente alto residuo de este peróxido, y de manera, un alto de poder combiñable al calor, lo que se observa típicamente en forma de descomposición en el procesamiento posterior de la resina.

Una vez ejemplos mencionados de métodos para realizarse en el proceso según el invento, son los siguientes:

- 1,1,3,3-tetraetilbutil peroxi metoxi acetato, para reacciones de polimerización entre 35-50°C, preferentemente 40-45°C.

- disolventes: peróxido, bis(tert-butilperóxido) oxalato o 2,2-bis(2,2-dimetilpropilperóxido)-4-metilpentano, para reacciones de oxidación a 40-65°C, preferible 45-50°C.

- α -cumil peroxinododecanoato, 2-(2,2-dimetilpropilperóxido)-4-metil pentano ou 2-(4-trimetilpentil-2-oxiranododecanoato, a temperaturas de polimerização de 53-79°C, perfundendo

5

ante 60-75°C, y ter-amil, ter-butil peroxidodoccano o peroxidocarbونات, a temperaturas de polimerización de 80-85°C, preferentemente 75-80°C.

Pueden usarse también otros peróxidos. Pueden clasiarse en cualquier de las categorías arriba mencionadas en las bases de vida media de 0,05 y 1,0 horas tal como se ha mencionado para estudios de descomposición convencional en monoclorobenceno, también bien conocidos en el arte (ver por ejemplo el folleto "Initiators for Auto Polymerization" "Initiators for High Polymer" con el código 10737 editado por Akzo Nobel). Como se ha mencionado anteriormente, el proceso según el invento requiere que esencialmente el peróxido se use a la temperatura de polimerización en la cual la vida media del peróxido es de 0,05 a 1,0 horas. Más preferiblemente, esencialmente todo el peróxido utilizado tenga una vida media de 0,05 a 0,6 horas, aún más preferiblemente 0,08 a 0,5 horas, todavía más preferible 0,08 a 0,35 horas, a la temperatura de polimerización.

En un contexto preferido, el invento se refiere a un proceso en el cual la mezcla de polimerización se formula a una temperatura por debajo de la temperatura de reacción (de polimerización) y subsecuentemente calentada para alcanzar la dicha temperatura de reacción. En tal aunque fijo del proceso preferentemente el 10% en peso, más preferible 20 a 40% en peso del peróxido, basado en el peso total de peróxido añadido en la polimerización, está presente al comienzo de la fase de calentamiento, mientras el resto se disuelve en un período de al menos 1, preferible 2, y más preferible 2-4 horas, dependiendo del tiempo de polimerización. Más preferiblemente, el resto de peróxido se disuelve desde el momento en que la temperatura de reacción de la mezcla se acerca a la temperatura de reacción deseada. El uso de una pequeña cantidad de peróxido desde el comienzo permite un calentamiento rápido y el inicio de la polimerización, puesto que una pequeña cantidad de peróxido (preferentemente) durante el calentamiento de la mezcla de polimerización. Cuando la mezcla de polimerización alcanza la temperatura de polimerización, el resto del peróxido puede disolverse a la mezcla para controlar el ritmo de polimerización. Preferentemente, la reacción que comienza, ya que eso permite el control más preciso del ritmo de polimerización, una producción de calor que se consume, aumentando la mayor eficiencia y la calidad de la resina. El tiempo de disolución de 1-4 horas permite un uso muy eficiente del iniciador. Con el uso de estos tiempos de disolución, se alcanzan otros resultados de polímero de alta calidad.

En otro contexto preferido, la mezcla de reacción se formula a, o cerca de, la temperatura de polimerización. La fase de calentamiento, en adelante llamado proceso de arranque caliente, no es preciso añadir una cierta cantidad de peróxido al inicio mientras el peso se disuelve a la larga de su disolución. Sin embargo, también en este proceso de arranque caliente puede ser beneficioso añadir hasta en 20% en peso de peróxido inmediatamente después de la formación de la mezcla de reacción, y el resto a la larga de su disolución. También en este proceso de arranque caliente es preferible que haya al menos en 10% en peso de todos el peróxido presente desde el momento de en que la mezcla de reacción alcanza la deseada temperatura de reacción (polimerización). Si se utiliza este procedimiento, el peróxido según el invento se disuelve preferiblemente como último ingrediente. Este procedimiento se prefiere particularmente a una cierta cantidad de inhibidor de polimerización (tales especies atrapadoras de radicales) está presente en la mezcla de reacción. Si tal inhibidor de radicales está presente, por ejemplo porque se ha introducido con el reactivo donde se utiliza típicamente como estabilizador, el peróxido añadido inicialmente reaccionará con el dicho degradador, previniendo así un inicio de la reacción de polimerización retardada.

La cantidad de peróxido a utilizar en un proceso según el invento está en el intervalo convencional usado en los procesos de polimerización. Típicamente se utilizan de 0,01 a 1% en peso de peróxido, más concretamente 0,01 a 0,5% en peso, basado en el peso del monómero o monómeros a ser polimerizados.

El peróxido se disuelve al reactor en forma pura o, preferiblemente, en una solución diluida o dispersión. Uno o más disolventes apropiados pueden usarse para diluir el peróxido. Preferiblemente, tales disolventes se eligen tal como durante las etapas de trabajo con el polímero después del proceso de polimerización, o son de tal naturaleza que resultan aceptable que permanezcan como un residuo en el polímero final. Además, tales disolventes no afectan generalmente a la estabilidad térmica de los peróxidos disueltos en ellos, como se puede verificar analizando la temperatura de vida media del peróxido en dicho disolvente. Un ejemplo de disolvente adecuado es el isododecano. Si se disuelve el peróxido en disolventes, éten puede ser de peróxido solo o de una dispersión del peróxido, preferiblemente en disolventes adecuados. La dispersión preferida es una dispersión acuosa. El peróxido se disuelve en una concentración de 1 a 50% en peso, mejor de 1,5 a 25% en peso, o mejor aún de 2 a 10% en peso. Las disoluciones o dispersiones más diluidas aseguran una mezcla rápida del peróxido y la mezcla de polimerización, lo cual conduce a un uso más eficiente del peróxido.

El proceso de polimerización puede realizarse como un proceso continuo, en que la reacción es de monómero principal, o como un proceso de suspensión en que la mezcla de reacción es típicamente una suspensión de monómero en agua o como un proceso de solución o emulsión en que el monómero está de forma típica emulsionado en agua. En estos procesos se usan los aditivos corrientes. Por ejemplo, si el monómero está presente en forma de suspensión en agua, los aditivos corrientes como surfactantes, colorantes, plastificantes, agentes anti-oxígeno, estabilizadores de pH, etc. pueden estar presentes. Dependiendo del tipo de polímero deseado se puede preferir uno de los procesos mencionados. El proceso según el invento está especialmente adecuado a procesos continuos y en suspensión.

Después de la polimerización, el polímero o copolímero (o resina) se lavará de la manera habitual en el arte. Los polímeros obtenidos por una polimerización en suspensión según el invento, se someterán al usual secado y molido. La resina resultante preferentemente se caracterizará por su contenido menor de 30 ppm de peróxido residual, mejor

menor de 40 ppm, y mejor aún menor de 25 ppm de peróxido, inmediatamente después de secado durante 1 hora a 60°C y tamizado. Se encontró que la resina muestra excelente estabilidad térmica medida con una sonda Metrosalt P83260 según el método ISO 182-2 (1990B). La mejora en la estabilidad térmica se probó en que apenas se descoloraba cuando se sometía a procesos de imitación, por ejemplo, para fabricar artículos con forma.

Experimentos

En un experimento de polimerización en suspensión, se utilizó un reactor de acero inoxidable Stahli de 3 litros con control de temperatura con una pantalla, un agitador de tres hojas, un transductor de presión, un flujo de alimentación de VCM, una línea de purga con nitrógeno y una línea para tomar de muestras de la fase gaseosa. Se usó un sistema de control de flujo de VCM, una línea de purga con nitrógeno y una línea para tomar de muestras de la fase gaseosa. Se usó un sistema de control de flujo de VCM, una línea de purga con nitrógeno y una línea para tomar de muestras de la fase gaseosa.

2600 g de agua desmineralizada,

1 g de Na₂HPO₄ y

1 g de NaH₂PO₄ (de Bantec)

y se presuriza a 15 barg, utilizando nitrógeno. Si no se observan fugas, el reactor se vacía y se presuriza con nitrógeno a 5 barg tres veces para purgar virtualmente todo el aire. Si no se desliza todo el peróxido, se añade la cantidad deseada de peróxido. A continuación, el reactor se vacía y se carga con 675 g de VCM de Akzo Nobel Sali & Busch y 3,4 g de o-butano de Praxair (mezclado primero con el VCM), se continúa calentando el reactor de forma que la mezcla de reacción está a la temperatura deseada de polimerización en una hora. Diez minutos después de empezar el calentamiento, se añade a la mezcla de reacción una solución de 1,0125 g de (Chesol) KP-08 de Nippon Gohsei en 100 g de agua desmineralizada. Desde este momento la conversión se maximiza aumentando la fase gas del reactor, como se conoce en el arte. Después de una disminución de la presión a 7,5 barg de reacción, lo que ocurre antes, la polimerización continúa durante una media hora, y entonces el reactor se enfría a 20-25°C, se vacía y se llena virtualmente de todo el resto de VCM. El polímero se obtiene por filtración, lavado y secado (a 60°C durante 1 hora en lecho fluidizado).

El peróxido utilizado, la cantidad disuelta, y los resultados de la polimerización se recogen en las tablas 1-VII siguientes. La punta de calor se correlaciona con la máxima pendiente en la curva de conversión en el tiempo. Cuando mayor sea la punta de calor, mayor calor se genera en un momento determinado y más difícil es controlar la temperatura de la mezcla de reacción. Se prefiere un punto bajo de calor junto con altas rendimientos de un polímero, puesto que en ese caso se alcanza un óptimo en la eficiencia del reactor. A menos que se especifique con caso el peróxido se disuelve desde el inicio del calentamiento.

TABLA I

Ejemplo	1	A
Iniciador	2,2,4-trimetilpentil-2-peroxidododeciloato	
Vida media a 42 °C	0,21 horas	
Cantidad	0,1 % en peso en VCM	
Forma de disolución	Diluido con 100 g de isododecano	n.l.
Alcance al inicio (en peso)	07100	10070
Tiempo de disolución (horas)	3	n.l.
Temperatura de polimerización (°C)	42	42
Altura del pico de calor	65	20
Eficiencia del polímero (%)	90	Demasiado bajo (<80)
n.l. = no relevante		

ES 2 306 526 T3

TABLA II

Ejemplo	2	3	B
Iniciador	Peróxido de Dinitrobutileno (Trigonox 187-C30 de Akzo Nobel)		
Vida media a 57 °C	0,1 horas		
Cantidad	0,1 % en peso en VCM		
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de isododecano		n.r.
Añadido al iniciador (en peso)	0/100	0/100	100/0
Tiempo de dosificación (horas)	2	4	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	57	57	57
Altura del pico de calor	74	78	8
Eficiencia del polímero (%)	80	80	48

TABLA III

Ejemplo	4	5	C
Iniciador	2,2,4-trimetilpentil-3-peróxido neodecanoato (Trigonox 423-C70 de Akzo Nobel)		
Vida media a 57 °C	0,18 horas		
Cantidad	0,05 % en peso en VCM		
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de isododecano		n.r.
Añadido al iniciador (en peso)	0/100	0/100	100/0
Tiempo de dosificación (horas)	0,17	4	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	72	72	72
Altura del pico de calor	36	45	28
Eficiencia del polímero (%)	68	83	40

ES 2 306 526 T3

TABLA IV

Ejemplo	8	D
Iniciador	Bis(terc. butilperoxi) conato	
Vida media a 57 °C	0,18 horas	
Cantidad	0,075 % en peso en VCM	
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de isododecano	
Añadido al iniciador (en peso)	0/100	100/0
Tiempo de dosificación (horas)	2	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	57	57
Altura del pico de calor	75	18
Eficiencia del polímero (%)	76	Dematado bajo

TABLA V

Ejemplo	7	6	9	E
Iniciador	Teri-butil peroxineodecanoato (Trigonox 23-C75 de Akzo Nobel)			
Vida media a 57 °C	0,18 horas			
Cantidad	0,05 % en peso en VCM			
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de isododecano			n.r.
Añadido al iniciador (en peso)	0/100	0/100	0/100	100/0
Tiempo de dosificación (horas)	0,42	2	4	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	80	80	80	80
Altura del pico de calor	29	67	57	73
Eficiencia del polímero (%)	68	77	87	65

243

Se

ES 2 306 526 T3

Corriente una muestra obtenida de los tiempos de deshidratación influye en la eficiencia observada. Se observó que en estas pruebas, en los casos de ensayos de tipo de la superficie del reactor es típicamente muy observable, debido a la gran cantidad de la parte del reactor, se observó menor conversión en los puntos en los que el producto se deshidrata en 2 o 4 horas.

TABLA VI

Ejemplo	10	
Iniciador	2,2-bis-(2,2-dimetilpropenilperoxi)-4-metil pentano	
Vida media a 67 °C	0,18 horas	
Cantidad	0,12 % en peso en VCM	
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de isododecano	n.r.
Añadido al iniciador (en peso)	42/58	
Tiempo de dosificación (horas)	1 hora después del inicio del calentamiento en 2 hora	
Temperatura de polimerización (°C)	53	
Altura del pico de calor	30	
Eficiencia del polímero (%)	68	

ES 2 306 526 T3

TABLA VII

Ejemplo	11	12
Iniciador	Trigonox 187-C30	di-S-óxido de peróxido dicarbonato (Trigonox EHP-C70) y Trigonox 187-C30
Vida media a 67 °C	0,1 horas	3,1 y 0,1 horas respectivamente
Cantidad	0,1 % en peso en VCM	0,08 % en peso en VCM
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de isododecano	
Añadido al iniciador (en peso)	40/60	0,08 % en peso EHP al inicio 0,01 % en peso 187 dosificado (53/17)
Tiempo de dosificación (horas)	15 minutos después del inicio del calentamiento en 3 horas	2,5 horas después del inicio del calentamiento en 1 hora
Temperatura de polimerización (°C)	57	57
Altura del pico de calor	34	45
Eficiencia del polímero (%)	61	80
Pérdido residual	<32 ppm*	180 ppm**

* = en la resina final, medido por titulación yodométrica en oxígeno activo, expresado como Trigonox 187, inmediatamente después del secado y tamizado.

** = en la resina final, medido por titulación yodométrica en oxígeno activo, expresado como Trigonox EHP, inmediatamente después del secado y tamizado.

245

INTRODUCTION

9

10

Q

20

25

25

30

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES

2020

Abogado
DARIO CARDENAS NAVAS
Apoderado

ASUNTO	Radicación	04-56932
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	430
	Oficio	7128
	Folios	010

Patente de Invención	☒	Patente de Modelo de Utilidad	☐
Vía Nacional	☐		
Vía PCT (fase nacional)	☒	Cap. I	☐
		Cap. II	☒

No. Sol. Internacional	<u>PCT/EP02/14371</u>
Fecha de Presentación Internal.	<u>17 de diciembre de 2002</u>

Como resultado del examen de fondo, realizado con fundamento en el artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica:

1. Documentos estudiados

- | | | |
|------|------------------------------|--|
| 1.1. | <u>Descripción:</u> | Folios: 43 a 62
Folios: 217 a 236 (modificación) |
| 1.2. | <u>Reivindicaciones:</u> | Folios: 63 a 64
Folios: 237 a 238 (modificación) |
| 1.3. | <u>Prioridad:</u> | 21 de diciembre de 2001, US No. 60/342.434
18 de junio de 2002, EP No. 02077471.7 |
| 1.4 | <u>Rta. del solicitante:</u> | Folios: 209 a 216 |

2. Análisis de la Prioridad

- Se aceptaron las dos prioridades reclamadas de acuerdo con los argumentos expuestos en la respuesta del señor solicitante al requerimiento técnico inicialmente realizado por la Oficina.

3. Objeto de la invención

- El Título de la solicitud es: **"ADICION DE INICIADORES ORGANICOS DURANTE LA CAIDA DE PRESION EN LA POLIMERIZACION DE MONOMEROS DE CLORURO DE VINILO"** (Folio 1).
- La invención se relaciona con un proceso en donde uno o más iniciadores son usados para polimerizar una mezcla que contiene uno o más monómeros de los cuales uno es el monómero de cloruro de vinilo (VCM).

En la **Reivindicación Independiente 1** se plantea un proceso en donde dos o más iniciadores son usados para polimerizar una mezcla que contiene uno o más monómeros de los cuales uno es monómero de cloruro de vinilo, en donde:

- Un sistema de iniciación convencional es agregado a la mezcla de polimerización en una primera parte de la reacción de polimerización, y
 - Uno o más iniciadores adicionales son agregados a la mezcla de polimerización a la temperatura de reacción cuando la presión en el reactor de polimerización está cayendo debido al agotamiento del monómero de cloruro de vinilo, **caracterizado porque** dichos iniciadores adicionales tienen una vida media de menos de 1 hora.
- Se afirma la necesidad de acortar el tiempo total de polimerización de mezclas monoméricas que contienen monómeros de cloruro de vinilo evitando afectar las propiedades físicas (como por ejemplo, color) de las partículas del polímero final y su estabilidad térmica.
 - El objeto de la invención definido se catalogó como **C08F 14/06**, según la Clasificación Internacional de Patentes (IPC).

4. Determinación del Estado de la Técnica

- La fecha que se ha tenido en cuenta para determinar el Estado de la Técnica es:

Fecha de presentación de la solicitud prioritaria: **21 de diciembre de 2001**

- Teniendo en cuenta la fecha indicada se realizó la búsqueda en el estado de la técnica de documentos relacionados con la solicitud encontrándose el siguiente documento relevante:

Nº	Documento	Título	Fecha de publicación
D1	WO0017245	"CONTINUOUS DOSING OF VERY FAST INITIATORS DURING POLYMERIZATION REACTIONS"	30 de marzo de 2000

- Respecto al Estado de la Técnica:

En el documento **WO0017245** (D1 de aquí en adelante) se divulga la existencia de un proceso para polimerizar monómeros de cloruro de vinilo y mezclas con otros monómeros opcionales, utilizando uno o más iniciadores, en donde al

menos una parte del iniciador se dosifica a la mezcla de polimerización en la temperatura de reacción y existe la opción de dosificación continua.

El proceso de D1 se caracteriza porque esencialmente todo el peróxido orgánico utilizado en el proceso de polimerización tiene un tiempo de vida medio de 0,05 a 1,0 horas a la temperatura de polimerización.

Unos ejemplos preferidos de peróxidos para utilizarse en el proceso según el invento son los siguientes: 1,1,3,3-tetrametilbutil peróxi metoxi acetato, para reacciones de polimerización entre 35 y 50°C, preferentemente, 40 a 45°C. Diisobutanolperóxido, bis(tert-butilperóxido) oxalato o 2,2-bis(2,2-dimetilpropanilperóxido)-4-metilpentano, para reacciones de polimerización a 40 – 65°C, preferible 45 – 60°C. Alfa-cumil peroxineodecanoato. 2-(2,2-dimetilpropanoilperóxido)-2-(2-etil hexanoilperóxido)-4-metil pentano o 2,4,4-trimetilpentil-2-peroxineodecanoato, a temperaturas de polimerización de 53 – 79°C, preferentemente 60 – 75°C, y tert-amil, tert-butil peroxincodecanato o peroxidicarbonatos, a temperaturas de polimerización de 58 – 87°C, preferentemente 75 – 80°C. Finalmente, la cantidad de peróxido a utilizar en un proceso según el invento está en el intervalo convencional usado en los procesos de polimerización. Se utiliza de 0,01 a 1% en peso de peróxido, 0,01 a 0,5% en peso, basado en el peso del monómero a ser polimerizado.

5. Análisis de patentabilidad (artículo 14 D 486)

5.1. Novedad (artículo 16 D 486)

- El Proceso de polimerización (Reivindicaciones 1 a 5)

En la reivindicación independiente 1 se plantea un proceso en donde uno o más iniciadores son usados para polimerizar una mezcla que contiene uno o más monómeros de los cuales uno es monómero de cloruro de vinilo, en donde:

- Un sistema de iniciación convencional es agregado a la mezcla de polimerización en una primera parte de la reacción de polimerización, y
- Uno o más iniciadores adicionales son agregados a la mezcla de polimerización a la temperatura de reacción cuando la presión en el reactor de polimerización está cayendo debido al agotamiento del monómero de cloruro de vinilo, **caracterizado porque dichos iniciadores adicionales tienen una vida media de menos de 1 hora.**

No obstante, en D1 se divulga un proceso para polimerizar uno o más monómeros por medio de uno o más peróxidos orgánicos (iniciadores orgánicos) que se dosifican a la mezcla de polimerización a la temperatura de reacción. El proceso de acuerdo con este invento es adecuado para polimerizar mezclas de monómeros que contengan cloruro de vinilo monómero (VCM) (Página 2, líneas 5, 6, 40 – 43).

En D1 también se divulga la adición de un sistema de iniciación convencional agregado a la mezcla de polimerización en una primera parte de la reacción de polimerización: ***"En un contexto preferido, el invento se refiere a un proceso en el cual la mezcla de polimerización se formula a una temperatura por debajo de la temperatura de reacción (de polimerización) y subsecuentemente calentadas para alcanzar la dicha deseada temperatura de reacción. En tal arranque en frío del proceso preferiblemente el 10% en peso, más***

340
2401

preferible 20 a 40% en peso del peróxido, basado en el peso total de peróxido utilizado en la polimerización, está presente al comienzo de la fase de calentamiento... (Negrita Personal) (Página 3, líneas 13 – 17).

En D1 también se explica que **"Cuando la mezcla de polimerización alcanza la temperatura de polimerización, el resto del peróxido puede dosificarse a la mezcla para controlar el ritmo de polimerización"** (Página 3, líneas 22 – 23) es decir que se dosifica cuando la presión está cayendo.

En D1 se divulga que los iniciadores tienen una vida media de menos de 1,0 hora, por ejemplo, 0,05 a 1 hora (Página 9, Reivindicación 1).

Es importante mencionar que al encontrarse afectada la novedad de la Reivindicación independiente 1, la cual encierra el objeto de patentabilidad; sus correspondientes reivindicaciones dependientes, estarían señalando características particulares de un proceso que no es novedoso, por consiguiente carecen de novedad.

En conclusión, el proceso de la solicitud no es Nuevo y por tanto no cumpliría con el requisito del artículo 16 de la Decisión 486.

6. Conclusión

Los requisitos de patentabilidad de la presente solicitud se encuentran afectados así:

Nº	Documento Nº	Reivindicaciones afectadas	Requisito que afecta
D1	WO0017245	1 – 5	Novedad

En cumplimiento del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le indica que debe dar respuesta dentro del término de **60 días** contados a partir de la fecha de notificación de la presente comunicación. **En caso de no dar respuesta al presente requerimiento, o si a pesar de la respuesta subsistieran los impedimentos para la concesión, se denegará la patente.**

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única Nº 10 de 2001.


ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de División de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista, de fecha 26-07-2001

CONCEPTO TÉCNICO No. 1658	EXAMINADOR TÉCNICO Código No. 202042
-------------------------------------	--