

Señores
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
E. S. D.

152
SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación : 04056935 00000003 Folios: 69
Fecha (AMB): 2004-11-05 13:39:43
Trámite : 011 PCT-PATENT 379 FASE NACI 444 RESPUESTA
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Ref.: Expediente No. 04-056.935
Solicitud de Patente PCT (Fase Nacional) titulada DOSIFICACIÓN
CONTINUA DE INICIADORES EXTREMADAMENTE RAPIDOS
DURANTE LAS REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN.
Titular: Akzo Nobel N.V.

Luz Helena Adarve Gómez, identificada como aparece al pie de mi firma, actuando apoderada de la sociedad Akzo Nobel N.V., por medio del presente, y dentro del término legal correspondiente, me permito aportar los documentos solicitados mediante Oficio No. 06438 de fecha 9 de Julio de 2004 cuya prórroga se presentó en término el pasado 8 de Septiembre de 2004.

Dando cumplimiento a lo solicitado, me permito aportar los siguientes documentos:

1. Copia auténtica y debidamente legalizada del documento en donde consta la cesión del derecho de la patente del Inventor al solicitante junto con la Traducción Oficial correspondiente.
2. Igualmente, pese a no haber sido solicitadas por la Oficina de Patentes, y a manera de información adjunto a la presente copia de los documentos de prioridad de la Patente de los Estados Unidos No. 60/342.434 de fecha 21 de Diciembre de 2001.

Adjunto el memorial de sustitución del Poder del Dr. Darío Cárdenas en mi favor.

Habiendo dado cumplimiento a los requerimientos incluidos en el Oficio No. 06438 de fecha 9 de Julio de 2004 atentamente solicito a ese Despacho proceda con la publicación de la solicitud de patente en referencia.

Atentamente,


Luz Helena Adarve Gómez
c.c. 41.575.435 de Bogotá
t.p. 14.884 C.S.J.

jag/correspo/akzo.patentes.continuous.doping.doc
f. P-262

NOTARIA 16 DEL CIRCULO DE
SANTAFE DE BOGOTA, D.C.
DILIGENCIA DE PRESENTACION PERSONAL
Y RECONOCIMIENTO
El Notario hace constar que el escrito que
antecede fué presentado personalmente por
Luz Helena Adarve
Gomez
Identificados con C.C. No. 41.575.435
14.884 expedidas en Bogotá
respectivamente y declara-
ron que su contenido es cierto y que son tuyas
las firmas puestas en el. En constancia firman.

03 NOV 2004
SANTAFE DE BOGOTA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
E. S. D.

REF.: Expediente No. 04-056.935
Solicitud de Patente PCT (Fase Nacional) titulada DOSIFICACION
CONTINUA DE INICIADORES EXTREMADAMENTE RAPIDOS DURANTE LAS
REACCIONES DE POLIMERIZACION.
Titular: Akzo Nobel N.V.

En mi calidad de apoderado de la sociedad solicitante dentro del proceso de la referencia, manifiesto a éste Despacho que sustituyo el PODER a mí conferido a las doctoras LUZ HELENA ADARVE GÓMEZ, y/o JUANITA ACOSTA GÓMEZ y/o ANA MARÍA RUIZ RUEDA, mayores de edad, vecinas de ésta ciudad, identificadas con las Cédulas de Ciudadanía No. 41.575.435 de Bogotá, 52.618.636 de Usaquén y 39.790.288 de Usaquén, abogadas tituladas con Tarjetas Profesionales No. 14.884, 79.686 y 84.909 del Csj, para que cualquiera de ellas conjunta o individualmente continúe con el proceso de la referencia.

Desde ya declaro válidas y buenas todas las actuaciones realizadas por las mencionadas apoderadas.

Las apoderadas aquí designadas están ampliamente facultadas para abonar todos los impuestos y efectuar cualquier otro pago determinado por la ley, para recibir documentos, valores, transigir, someter a árbitros, desistir, renunciar, sustituir el presente mandato y revocar dichas sustituciones.

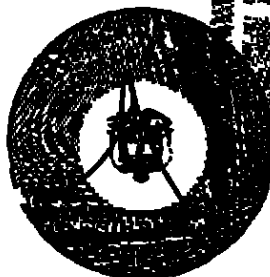
Atentamente,



DARIO CARDENAS NAVAS
C.C. 17.066.629 DE BOGOTÁ
T.P. 1.250CSJ

JAG/E:CORRESPO/ modelos. Sampow.doc

NOTARIA 16 DEL CIRCUL DE SANTAFE DE BOGOTA, D.C.
DILIGENCIA DE PRESENTACION PERSONAL Y RECONOCIMIENTO
El Notario hace constar que el escrito que antecede fué presentado personalmente por Dario Cardenas Navas
identificados con C.C. No. 17066.629 expedidas en Bogotá respectivamente y declararon que su contenido es cierto y que son suyas las firmas puestas en el En constancia firman.
SANTAFE DE BOGOTA, 25 OCT 2004



ASSIGNMENT

Between the undersigned, WESTMIJZE, Hans a Dutch citizen domiciled at Burg. Boreellaan 1, NL-7437 BB Bathmen, The Netherlands; VAN SWIETEN, Andreas, Petrus a Dutch citizen domiciled at Reinaldstraat 6, NL-6883 HM Velp, The Netherlands; MEULENBRUGGE, Lambertus a Dutch citizen domiciled at De Gemeint 11, NL-6931 HZ Westervoort, The Netherlands; VANDUFFEL, Koen, Antoon, Kornelis a Belgian citizen domiciled at Stevinhof 18, NL-7424 AH Deventer, The Netherlands, henceforth the Assignor, and SCHALKWIJK, Pieter, Cornelis and VAN DEURSEN, Petrus, Hubertus, acting in their capacity of Holders of Proxy of Akzo Nobel N.V., a company legally constituted and in existence in accordance to the laws of The Netherlands, and domiciled at Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, The Netherlands, henceforth the Assignee and,

A. Whereas the Assignee has applied for registration before the Colombian Patent Office, the National Phase of the following PCT patent application:

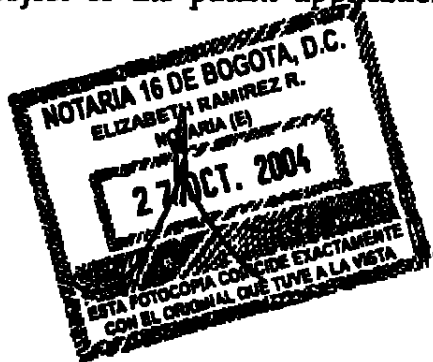
Title of the invention	File No.	Filing date
CONTINUOUS DOSING OF EXTREMELY FAST INITIATORS DURING POLYMERIZATION REACTIONS		

B. Whereas the Assignors are the inventors of the invention which is the object of the above-mentioned patent application.

C. Whereas the Assignee is interested in obtaining the assignment of the above-mentioned patent invention, and the Assignors are interested in assigning it to the Assignee.

The following agreement has been entered:

First: The Assignors assign to the Assignee every and all rights belonging to the Assignors regarding the invention that is the object of the patent application mentioned in letter A. of this document.



Second: The Assignee accepts the aforementioned assignment.

Third: This assignment shall inure to and be binding on the parties, and their subsidiaries, affiliates, successors, assignees, and licenses, if any.

Signed on the 7 day of July of 2004, by


WESTMIJZE, Hans

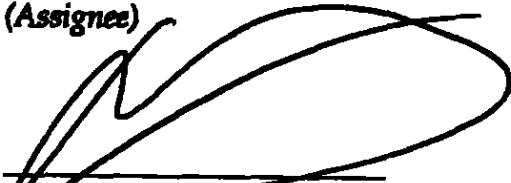

MEULENBRUGGE, Lambertus


VAN SWIETEN, Andreas Petrus


VANDUFFEL, Koen Antoon Kornelis

Akzo Nobel N.V.

(Assignee)

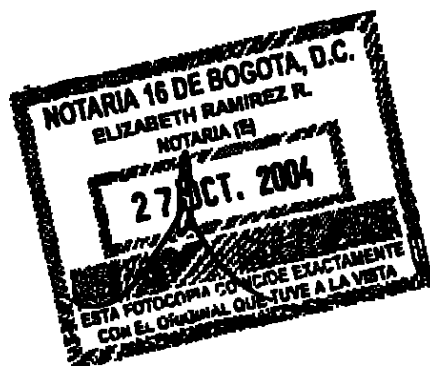


SCHALKWIJK, Pieter Cornelis
(Holder of Proxy)



VAN DEURSEN, Petrus Hubertus
(Holder of Proxy)

(This document must be duly legalized by Apostille)





The undersigned, *mr. M. Schellingerhout*
civil-law notary, residing at Arnhem,
the Netherlands, certifies the above
signature to be the genuine signature of
*A.R. van der Pijl, H. Westmijze, J. Meulenbruggen,
H.A. van der Pijl, P.C. Schellingerhout and P.H. van Deursen*
Thus signed at Arnhem, this *8th* day of
September 2004.



APOSTILLE

(Convention de la Haye de 5 octobre 1961)

1. Country : The Netherlands
2. This public document
has been signed by : Mr. M. Schellingerhout
3. acting in the capacity of : Civil law notary
4. bears the seal/stamp of : Mr. M. Schellingerhout

CERTIFIED

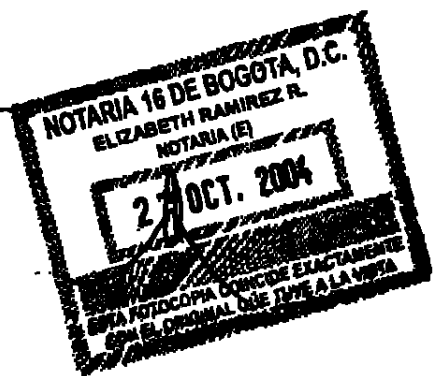
5. at Arnhem,
6. at the 8th of September 2004
7. by the registrar of the court
(ARRONDISSEMENTSRECHTBANK)

8. no. 04-778

9. Stamp



10. Signature: *M. Jansen*





KAMER VAN KOOPHANDEL
CENTRAAL GELDERLAND

157

File number: 09007809

Page 00001 Limited extract

English translation of an extract from the commercial register of the
Chamber of Commerce and Industries for Centraal Gelderland

Legal person:

Legal form	:Naamloze Vennootschap (Public Limited Liability Company)
Name	:AKZO Nobel N.V.
Statutory seat	:Arnhem
Incorporation deed	:08-05-1911
Deed of latest amendment of articles	:02-07-2001
Authorized capital	:EUR 1.600.019.200,00
Issued capital	:EUR 572.313.720,00
Paid up capital	:EUR 572.313.720,00
There are different classes of shares	:Consult the commercial register file
Other information	:See Dutch extract

Undertaking:

Tradename(s)	:AKZO Nobel N.V.
Address	:Velperweg 76, 6824BM Arnhem
Mailing address	:Postbus 9300, 6800SB Arnhem
Telephone number	:026-3664433
Date of establishment	:08-05-1911
Description of business conducted	:See Dutch extract
Empl yeas	:0

This extract contains a selection of registered incumbents

Director(s):

Name	:van der Meer, Rudolf Marinus Jacob
Date and place of birth	:27-01-1945, 's-Gravenhage
Address	:Burgemeester v d Feltzln 13, 8162MA Epe
Date of entry into office	:01-05-1993
Title	:Lid raad van bestuur
Powers	:Authorised jointly (with other directors, see articles)
Date of (present) representative authority	:01-05-1993

Name	:Strömqvist, Dag Eric
------	-----------------------

05-07-2004

Page 00002 follows.





KAMER VAN KOOPHANDEL
CENTRAAL GELDERLAND

158

File number: 09007809

Page 00002 Limited extract

Date and place of birth :22-01-1942, Skeppsholm, Sweden
Address :Wisseloordlaan 10, 1217CS Hilversum
Date of entry into office :01-07-2000
Title :Lid raad van bestuur
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

Date of (present) representative authority :01-07-2000

Name :Wilderbeek, Antonius Theodorus Maria
Date and place of birth :21-01-1950, Utrecht
Address :Coggins Lane 11, 07052 West Orange New Jersey, United States of America
Date of entry into office :01-07-2002
Title :Lid raad van bestuur
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

Date of (present) representative authority :01-07-2002

Name :Wijers, Gerardus Johannes
Date and place of birth :11-01-1951, Oostburg
Address :Wilhelminapark 7, 3581NB Utrecht
Date of entry into office :01-10-2002
Title :Voorzitter Raad van Bestuur
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

Date of (present) representative authority :01-10-2002

Name :Frohn, Robert Jozef
Date and place of birth :12-03-1960, Nijmegen
Address :Beekhuizenseweg 65, 6881AE Velp Gld
Date of entry into office :01-05-2004
Title :Lid raad van bestuur
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

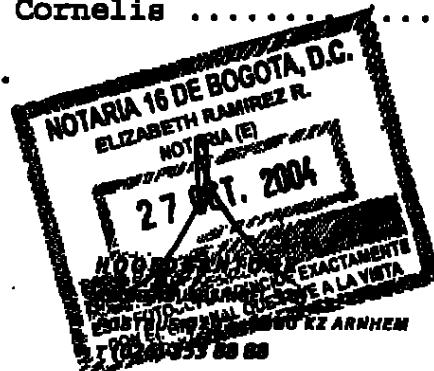
Date of (present) representative authority :01-05-2004

Authorized signatory(signatories):

Name :Schalkwijk, Pieter Cornelis

05-07-2004

Page 00003 follows.





KAMER VAN KOOPHANDEL
CENTRAAL GELDERLAND

159

File number: 09007809

Page 00003 Limited extract

Date and place of birth	:03-08-1950, Utrecht
Address	:Zoutmanlaan 5, 6881GM Velp Gld
Function and entry into office	:Holder of power of attorney for signature, ... 01-07-1986
Title	:Octrooigevolmachtigde tevens Procuratieh uder b
Powers	:Restricted power of attorney
Commencement (present) power f attorney	:01-07-1999
Name	:van Deursen, Petrus Hubertus
Date and place of birth	:01-11-1949, Balikpapan, Indonesia
Address	:Kraijesteijnlaan 19, 6891EA Rozendaal
Date of entry into office	:01-07-1999
Title	:Octrooigevolmachtigde
Powers	:Restricted power of attorney
Commencement (present) power of attorney	:01-07-1999

Issued by the chamber of commerce

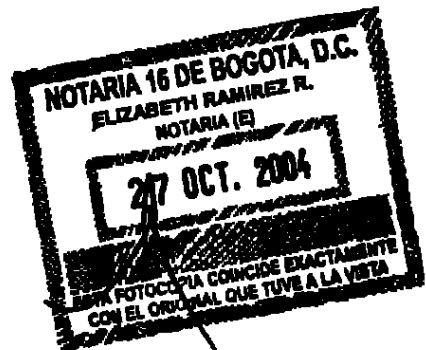
Arnhem, 05-07-2004

For extract


Mw. J.H.M. Glaap



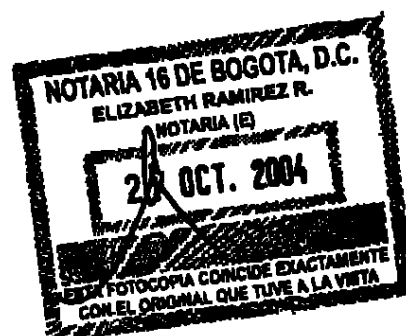
KAMER VAN KOOPHANDEL
CENTRAAL GELDERLAND



HOOFDKANTOOR
KRONENBURGSINGEL 525
POSTBUS 9292, 6800 KZ ARNHEM
T (026) 353 88 88

The English translation of the "Description of Business conducted" is:

The establishment and exploitation of industrial companies, the trade in industrial products, the participation in other companies and all activities related thereto.





KAMER VAN KOOPHANDEL
CENTRAAL GELDERLAND

161

Dossiernummer: 09007809

Blad 00001 Beperkt uittreksel

Uittreksel uit het handelsregister van de Kamer van Koophandel en Fabrieken voor Centraal Gelderland

Rechtspersoon:

Rechtsvorm	: Naamloze vennootschap
Naam	: AKZO Nobel N.V.
Statutaire zetel	: Arnhem
Akte van oprichting	: 08-05-1911
Akte laatste statuten- wijziging	: 02-07-2001
Maatschappelijk kapitaal	: EUR 1.600.019.200,00
Geplaatst kapitaal	: EUR 572.313.720,00
Gestort kapitaal	: EUR 572.313.720,00
Er zijn verschillende soor- ten aandelen	: Raadpleeg het handelsregisterdossier

Onderneming:

Handelsna(a)m(en)	: AKZO Nobel N.V.
Adres	: Velperweg 76, 6824BM Arnhem
Correspondentieadres	: Postbus 9300, 6800SB Arnhem
Telefoonnummer	: 026-3664433
Datum vestiging	: 08-05-1911
Bedrijfsomschrijving	: De oprichting en exploitatie van industriële .. bedrijven, de handel in industriële produkten, het deelnemen in andere vennootschappen en alle werkzaamheden die met een en ander in verband . staan.
Werkzame personen	: 0

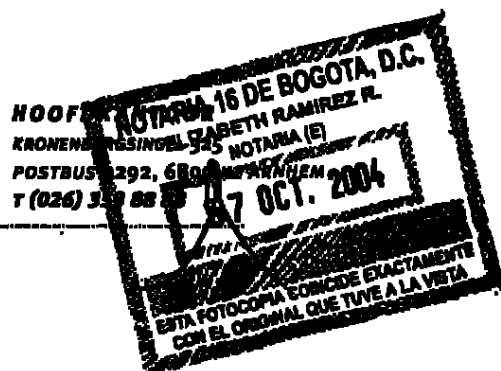
Dit uittreksel bevat een selectie van ingeschreven functionarissen

Bestuurder(s):

Naam	: van der Meer, Rudolf Marinus Jacob
Geboortedatum en -plaats	: 27-01-1945, 's-Gravenhage
Adres	: Burgemeester v d Feltzln 13, 8162MA Epe
Infunctietreding	: 01-05-1993
Titel	: Lid raad van bestuur
Bevoegdheid	: Gezamenlijk bevoegd (met andere bestuurders, .. zie statuten)
Aanvang (huidige) vertegen- woordigingsbevoegdheid	: 01-05-1993

05-07-2004

Blad 00002 volgt.





KAMER VAN KOOPHANDEL
CENTRAAL GELDERLAND

162

Dossiernummer: 09007809

Blad 00002 Beperkt uittreksel

Naam	: Strömqvist, Dag Eric
Geboortedatum en -plaats	: 22-01-1942, Skeppsholm, Zweden
Adres	: Wisseloordlaan 10, 1217CS Hilversum
Infunctietreding	: 01-07-2000
Titel	: Lid raad van bestuur
Bevoegdheid	: Gezamenlijk bevoegd (met andere bestuurders, .. zie statuten)

Aanvang (huidige) vertegenwoordigingsbevoegdheid	: 01-07-2000
--	--------------------

Naam	: Wilderbeek, Antonius Theodorus Maria
Geboortedatum en -plaats	: 21-01-1950, Utrecht
Adres	: Coggins Lane 11, 07052 West Orange New Jersey, Ver. Staten van Amerika
Infunctietreding	: 01-07-2002
Titel	: Lid raad van bestuur
Bevoegdheid	: Gezamenlijk bevoegd (met andere bestuurders, .. zie statuten)

Aanvang (huidige) vertegenwoordigingsbevoegdheid	: 01-07-2002
--	--------------------

Naam	: Wijers, Gerardus Johannes
Geboortedatum en -plaats	: 11-01-1951, Oostburg
Adres	: Wilhelminapark 7, 3581NB Utrecht
Infunctietreding	: 01-10-2002
Titel	: Voorzitter Raad van Bestuur
Bevoegdheid	: Gezamenlijk bevoegd (met andere bestuurders, .. zie statuten)

Aanvang (huidige) vertegenwoordigingsbevoegdheid	: 01-10-2002
--	--------------------

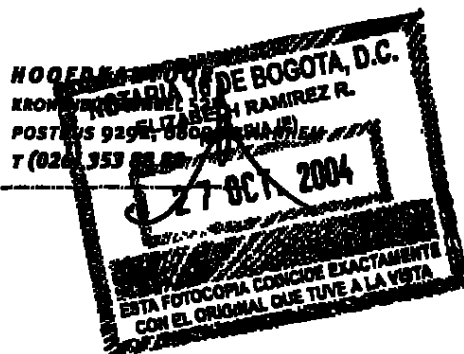
Naam	: Frohn, Robert Jozef
Geboortedatum en -plaats	: 12-03-1960, Nijmegen
Adres	: Beekhuizenseweg 65, 6881AE Velp Gld
Infunctietreding	: 01-05-2004
Titel	: Lid raad van bestuur
Bevoegdheid	: Gezamenlijk bevoegd (met andere bestuurders, .. zie statuten)

Aanvang (huidige) vertegenwoordigingsbevoegdheid	: 01-05-2004
--	--------------------

Gevolmachtigde(n):

05-07-2004

Blad 00003 volgt.





KAMER VAN KOOPHANDEL
CENTRAAL GELDERLAND

Dossiernummer: 09007809

Blad 00003 Beperkt uittreksel

Naam	:Schalkwijk, Pieter Cornelis
Geboortedatum en -plaats	:03-08-1950, Utrecht
Adres	:Zoutmanlaan 5, 6881GM Velp Gld
Functie en infunctietreding	:Procuratiehouder, 01-07-1986
Titel	:Octrooigevolmachtigde tevens Procuratiehouder b
Bevoegdheid	:Beperkte volmacht
Aanvang (huidige) volmacht	:01-07-1999

Naam	:van Deursen, Petrus Hubertus
Geboortedatum en -plaats	:01-11-1949, Balikpapan, Indonesië
Adres	:Kraijesteijnlaan 19, 6891EA Rozendaal
Infunctietreding	:01-07-1999
Titel	:Octrooigevolmachtigde
Bevoegdheid	:Beperkte volmacht
Aanvang (huidige) volmacht	:01-07-1999

Alleen geldig indien door de kamer voorzien van een ondertekening.

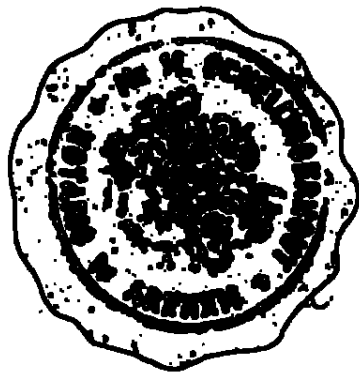
Arnhem, 05-07-2004

Voor uittreksel

J. Glaap

Mw. J.H.M. Glaap





The undersigned, *Mr. M. Schellingerhout*
civil-law notary, residing at Arnhem,
the Netherlands, certifies the above
signature to be the genuine signature of
Mrs. H.M. Glaap
Thus signed at Arnhem, this 27th day of
July 2004.



APOSTILLE
(Convention de la Haye de 5 octobre 1961)



1. Country : The Netherlands
2. This public document
has been signed by : *M. Schellingerhout*
3. acting in the capacity of : Civil law notary
4. bears the seal/stamp of : *Mr. M. Schellingerhout*
* Notaris te Arnhem *

CERTIFIED

5. at Arnhem,
6. at the 27 July 2004

7. by the registrar of the court
(ARRONDISSEMENTSRECHTBANK)

8. no. 04/654

9. Signature: *J.M.C. van den Bora-Halverhout*



10. Signature: *J.M.C. van den Bora-Halverhout*



165

①

PA 515902

THE UNITED STATES OF AMERICA

TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE

United States Patent and Trademark Office

December 27, 2002

THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED HERETO IS A TRUE COPY FROM THE RECORDS OF THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE OF THOSE PAPERS OF THE BELOW IDENTIFIED PATENT APPLICATION THAT MET THE REQUIREMENTS TO BE GRANTED A FILING DATE UNDER 35 USC 111.

APPLICATION NUMBER: 60/342,434

FILING DATE: December 21, 2001

By Authority of the
COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS



M. Tarver
M. TARVER
Certifying Officer
NOTARIA 16 DE BOGOTÁ
ELIZABETH RAMIREZ R.
NOTARIA (E)
27 OCT 2004
ESTA FOTOCOPIA CONCORDA CON UN DOCUMENTO
CON EL SEÑALAMIENTO DE LA NOTARÍA

166

Approved for use through 10/31/2002. OMB 0861-0032
U.S. Patent and Trademark Office, U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE
Under the Paperwork Reduction Act of 1995, no person is required to respond to a collection of information unless it displays a valid OMB control number.

PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT COVER SHEET

This is a request for filing a PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT under 37 CFR 1.53(c).

Express Mail Label No.

EM 122093355US

INVENTOR(S)

Given Name (first and middle (if any))	Family Name or Surname	Residence (City and either State or Foreign Country)
Hans	Westmijze	Bathmen, Netherlands
Andreas Petrus	Van Swieten	Velp, Netherlands
Lambertus	Meulenbrugge	Westervoort, Netherlands

☒ Additional inventors are being named on the 1 separately numbered sheets attached hereto

TITLE OF THE INVENTION (500 characters max)

CONTINUOUS DOSING OF ~~EXTENSIBLY~~ FAST INITIATORS DURING POLYMERIZATION REACTIONS

Direct all correspondence to:

CORRESPONDENCE ADDRESS

☐ Customer Number

OR

☒ Firm or
Individual Name

Ralph Mancini

Address

AKZO NOBEL INC.

Address

7 Livingstone Avenue

City

Dobbs Ferry

State

New York

ZIP

10522

Country

U.S.

Telephone

914-674-5485

Fax

914-693-4236

ENCLOSED APPLICATION PARTS (check all that apply)

☒ Specification Number of Pages

12

☐ CD(s), Number

☐ Drawing(s) Number of Sheets

☐ Application Data Sheet. See 37 CFR 1.78

☐ Other (specify)

METHOD OF PAYMENT OF FILING FEES FOR THIS PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT

☐ Applicant claims small entity status. See 37 CFR 1.27.

☐ A check or money order is enclosed to cover the filing fees

☒ The Commissioner is hereby authorized to charge filing fees or credit any overpayment to Deposit Account Number:

01-1350

☐ Payment by credit card. Form PTO-2036 is attached.

FILING FEE
AMOUNT (\$)

\$160.00

The invention was made by an agency of the United States Government or under a contract with an agency of the United States Government.

☒ No.

☐ Yes, the name of the U.S. Government agency and the Government contract number are:

Respectfully submitted,

SIGNATURE

TYPED or PRINTED NAME Ralph J. Mancini

TELEPHONE 914-674-5485

Date 12/21/2001

REGISTRATION NO.

(If appropriate)

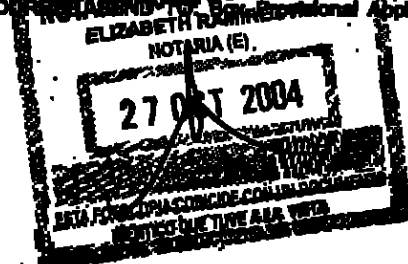
Docket Number:

34,054

ACD 2916 PRUS

USE ONLY FOR FILING A PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT

This collection of information is required by 37 CFR 1.51. The information is used by the public to file (and by the PTO to process) a provisional application. Confidentiality is governed by 35 U.S.C. 122 and 37 CFR 1.14. This collection is estimated to take 8 hours to complete, including gathering, preparing, and submitting the complete provisional application to the PTO. There will vary depending upon the individual case. Any comments on the amount of time you require to complete this form and/or the burden of reducing this burden, should be sent to the Chief Information Officer, U.S. Patent and Trademark Office, 1225 Jefferson Davis Highway, Washington, D.C. 20231. DO NOT SEND FEES OR COMPLETED FORMS TO THIS ADDRESS. For Provisional Application, Assistant Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231.



PROVISIONAL APPLICATION COVER SHEET
Additional Page

FTC/3346 (02-01)

Approved for use through 10/31/2002. OMB 0561-0052

U.S. Patent and Trademark Office, U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE

Under the Paperwork Reduction Act of 1995, no persons are required to respond to a collection of information unless it displays a valid OMB control number.

Docket Number

ACD 2016 PRUS

INVENTOR(S)/APPLICANT(S)

Given Name (first and middle [if any])

Koen Antoon Kormela

Family of Surmama

Vanduff

Residence

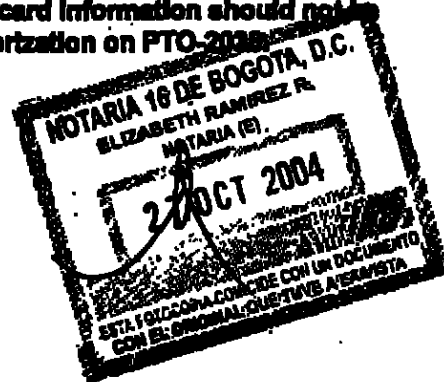
(City and either State or Foreign Country)

Deventer, Netherlands

THE 100

Number 2 **of** 2

WARNING: Information on this form may become public. Credit card information should not be included on this form. Provide credit card information and authorization on PTO-2035.



ACD 2916 PRUS

Inventors:

WESTMIJZE, Hans - Bathmen - NL

SWIETEN VAN, Andreas Petrus - Velp - NL

MEULENBRUGGE, Lambertus - Westervoort - NL

5 VANDUFFEL, Koen Antoon Kornelis - Deventer - NL

CONTINUOUS DOSING OF EXTREMELY FAST INITIATORS DURING
POLYMERIZATION REACTIONS

10

The present invention relates to a process to polymerize one or more monomers by means of one or more organic initiators being dosed to the polymerization mixture at the reaction temperature.

15

Such a process is known from WO 00/17245, wherein initiators were dosed to a polymerization reactor at temperatures where the initiators have a half-life of from 0.05 to 1.0 hour. It is noted that the lower limit of this range (presenting the most reactive initiators) reflects the current opinion of the skilled person in the field that one cannot use a too reactive initiator for safety and efficiency reasons. More

20

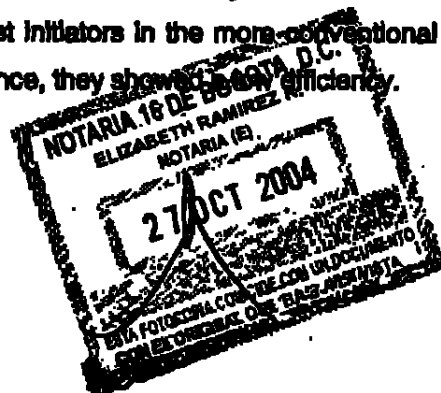
specifically, hitherto it has always been expected that initiators with a half-life of 0.05 hour or less at conventional polymerization temperatures (especially for initiators used at temperatures from 40 to 70°C) could not be handled and transported safely because of inherent instability of the products. Furthermore, these so-called "extremely fast initiators" were not expected to efficiently

25

polymerize monomers, since they were expected to give all types of side-reactions, such as hydrolysis, carboxy-inversion (for instance, wherein a peroxyester is converted to the corresponding carbonate, or a diacylperoxide to the corresponding anhydride), and other types of (in-cage) rearrangement reactions, leading to an unacceptably low initiation efficiency. Indeed, when

30

evaluating the performance of extremely fast initiators in the more conventional processes wherein all peroxide is dosed at once, they showed a low efficiency.



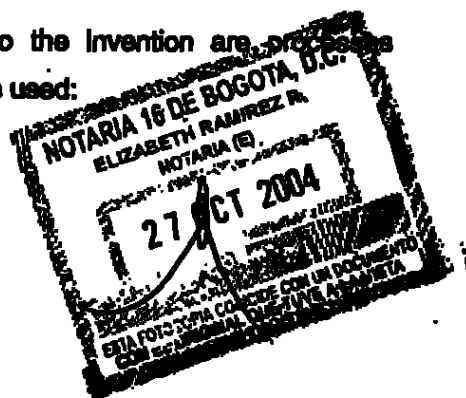
50342434.122101

The current invention relates to a new process wherein extremely fast initiators are dosed to a reactor at polymerization conditions. This process gave an unexpected high initiator efficiency and allowed an even better control of the heat of polymerization being developed, allowing optimum reactor space-time yield, and even lower residual initiator levels in the resin after polymerization, when compared to the process and products of WO 00/17245. Accordingly, a resin with even improved heat stability properties and low fish-eye levels was obtained, while the polymerization time could be shortened.

- 10 The new process is characterized in that essentially all of the organic initiator used in the polymerization process has a half-life from 0.0001 hour to 0.0500 hour at the polymerization temperature, more preferably from 0.001 to 0.050 hour, most preferably from 0.002 to 0.050 hour.
- 15 The process according to the invention is pre-eminently suited to polymerize monomer mixtures comprising vinyl chloride monomer (VCM). Preferably, the process according to the invention involves the polymerization of monomer mixtures comprising at least 50% by weight (% w/w) of VCM, based on the weight of all monomer. Comonomers that can be used are of the conventional type and include vinylidene chloride, vinyl acetate, ethylene, propylene, acrylonitrile, styrene, and (meth)acrylates. More preferably, at least 80% w/w of the monomer(s) being polymerized is made up of VCM, while in the most preferred process the monomer consists essentially of VCM. As is known in the art, the polymerization temperature of such processes to a large extent determines the molecular weight of the resulting resin.

In the process according to the invention, one or more initiators may be used, as long as essentially all initiators that are used fulfill the half-life requirement.

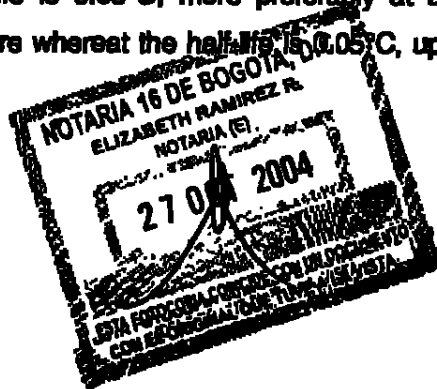
- 30 Preferred examples of processes according to the invention are processes wherein one or more of the following initiators are used:



50342434.122101

- Hexanoyl pivaloyl peroxide, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 38°C,
- 1,1,3,3-tetramethylbutylperoxy methoxy acetate, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 59°C,
- 5 - 2,2-bis(2,2-dimethylpropanoylperoxy)-4-methyl pentane, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 61°C,
- diisobutanoylperoxide, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 64°C,
- bis(tert-butylperoxy) oxalate, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 67°C,
- 10 - 2-(2,2-dimethylpropanoylperoxy)-2-(2-ethylhexanoylperoxy)-4-methyl pentane, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 69°C,
- α -cumyl peroxyneodecanoate (Trigonox® 99), with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 81°C,
- 15 - 2,4,4-trimethylpentyl-2-peroxyneodecanoate, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 83°C,
- peroxydicarbonates such as Trigonox® SBP, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 87°C,
- 20 - peroxydicarbonates such as Perkadox® 16, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 88°C,
- tert-amyl peroxyneodecanoate, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 88°C,
- peroxydicarbonates such as Trigonox® EHP, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 89°C, and
- 25 - tert-butyl peroxyneodecanoate, with a half-life of less than 0.05 hr at temperatures greater than 91°C,

while they are used in a polymerization reaction mixture at or above the mentioned temperature whereat the half-life is 0.05°C, more preferably at a temperature from the mentioned temperature whereat the half-life is 0.05°C, up to 140°C.

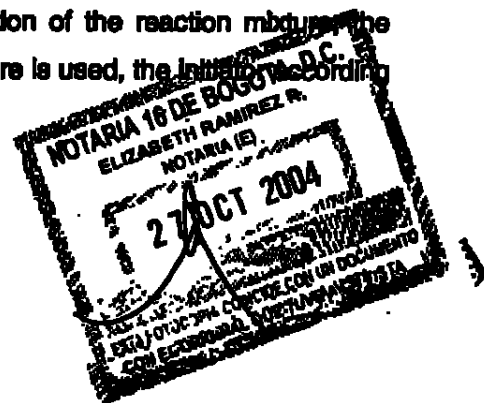


Other initiators may also be used. They can be classified on the basis of their half-lives as determined by conventional thermal decomposition studies in monochlorobenzene, as well-known in the art (see for instance the brochure
 5 "Initiators for high polymers" with code 10737 obtainable from Akzo Nobel), and in accordance with the principles as set out above.

In this process it is not very efficient to use the extremely fast initiators during the polymerization stage wherein the content of the reactor is being heated-up to the
 10 desired polymerization temperature, the so-called cold-start process. If so desired however, one or more of the extremely fast or more conventional initiators can be used at this stage.

It is not foreseen that one will use conventional initiators in any step of the present process. However, if so desired, such conventional peroxides with a half-life of from 0.05 to 2 hours at the polymerization temperature, can be used in
 15 conjunction with the extremely fast initiators according to the invention. If a conventional initiator is used, it is advantageous to select it such that at the end of the polymerization the residual level is at an acceptably low level. Typically, this
 20 will mean that if a conventional initiator is used, that this initiator will preferably be introduced in the reaction mixture prior to, or just after the heat-up step, when the conversion, or degree of polymerization, is below 80, preferably below 50, more preferably below 30, even more preferably below 10, and most preferably below
 25 2 % of all monomer that is used in the process.

If the reaction mixture is formulated at or near the polymerization temperature, the so-called warm-start process, it is not required to add a certain amount of initiator at the start while the remainder is dosed over time. However, also in this
 30 warm-start process it can be beneficial to add up to 10 %w/w, preferably up to 4 %w/w, more preferably up to 2%w/w, most preferably up to 1%w/w, of all extremely fast initiator immediately after formation of the reaction mixture, the remainder being dosed over time. If this procedure is used, the initiator according



172

to the invention preferably is added as the last ingredient. This procedure is particularly preferred if a certain amount of polymerization inhibitor (a radical trapping species) is present in the reaction mixture. If such a radical scavenger is present, for instance because it is introduced with the monomer wherein it is typically used as a stabilizer, the initially dosed initiator will react with said scavenger, thus preventing a delayed start of the polymerization reaction.

The amount of initiator to be used in a process according to the invention is within the range conventionally used in polymerization processes. Typically, from 0.01 to 2 %w/w of initiator, preferably 0.01-1 %w/w, more preferably 0.01-0.5 %w/w, based on the weight of the monomer(s) to be polymerized, is used.

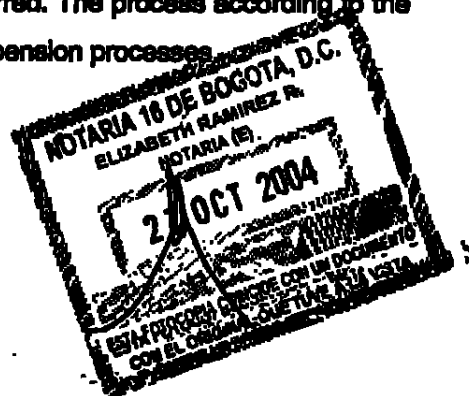
The initiator is dosed to the reactor in the pure form or, preferably, in the form of a dilute solution or dispersion (such as a suspension or emulsion). One or more suitable solvents can be used to dilute the initiator. Preferably, such solvents are easily removed during the steps working up the polymer after the polymerization process, such as alcohols, or they are of such a nature that it is acceptable to leave them as a residue in the final polymer, such as for solvents that are desired plasticizers for the final resin. Furthermore, it can be advantageous, but not necessarily required, that such solvents do not adversely affect the thermal stability of the initiator dissolved therein, as can be verified by analyzing the half-life temperature of the initiator in said solvent. An example of such a solvent is laododecane. If an initiator dispersion is dosed, then the dispersion can be of either the initiator itself or of a solution of the initiator, preferably in said suitable solvents. Preferably, the dispersion is an aqueous dispersion. Preferably, the initiator is dosed in a concentration of 0.1 to 50 %w/w, more preferably 0.5 to 25 %w/w, and most preferably 2 to 15 %w/w. The more dilute initiator solutions or dispersions ensure rapid mixing of the initiator and the polymerization mixture, which leads to a more efficient use of the initiator, which is crucial for the extremely fast initiators that are used.



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.

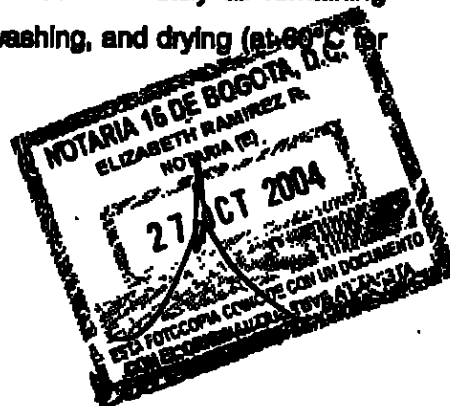


After the polymerization, the resulting (co)polymer (or resin) will be worked up as is usual in the art. Polymers obtained by a suspension polymerization according to the invention, for example, will be submitted to the usual drying and screening steps. The resulting resin preferably is characterized 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

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).



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

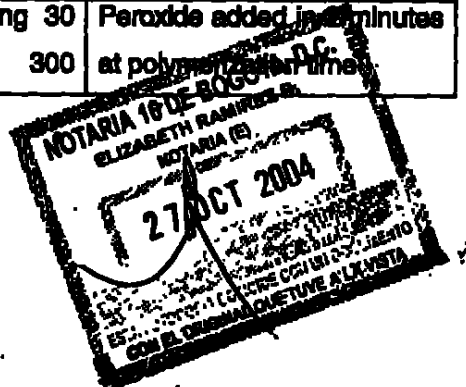
Comparative Example A

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



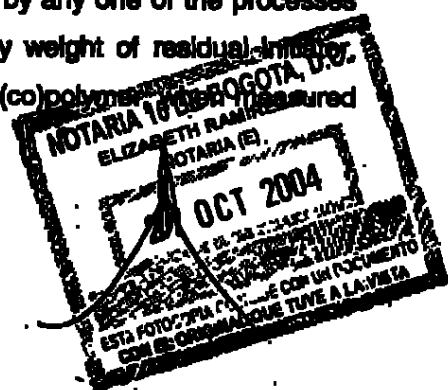
	ppm /hr during 2.5 hrs	
Peroxide quantity used	1250 ppm	1250 ppm
Constant pressure time	2.5 hrs	No pressure drop
Polymerization time	3 hrs	5 hr
PVC yield	85%	25%

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

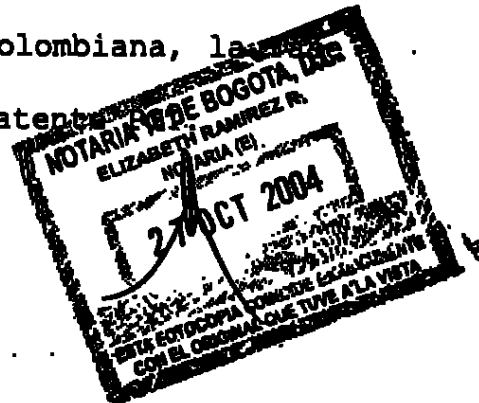
La presente es una traducción Oficial del idioma Inglés al Español de un documento de
traspaso con Apostilla realizada en Bogotá el día 20 de Octubre de 2004

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 **Cedente**, 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 ALARCON GUTIERREZ
TRANSCRIBIDA E INSCRITA
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 MINJUSSTICIA

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. WESTMIJZE, 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 MINISTRO

MINISTERIO DE
RELACIONES EXTERIORES

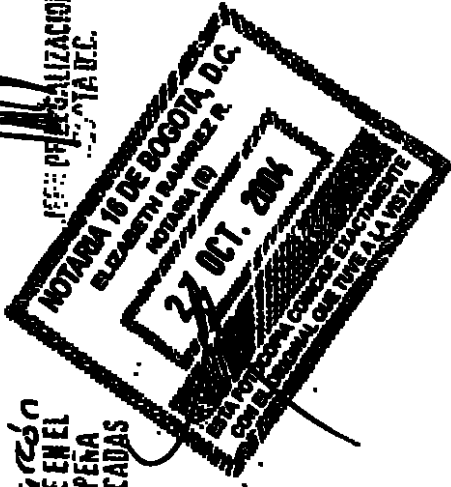
275841

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

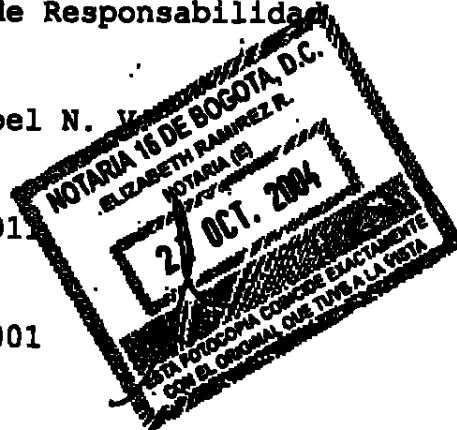
Número de registro: 09007809

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

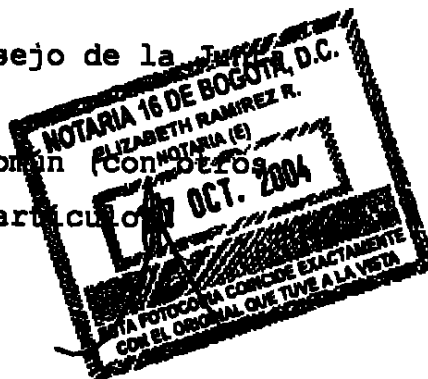
Forma Legal	:Naamloze Vennootschap (Compañía Pública de Responsabilidad Limitada)
Nombre	:AKZO Nobel N. V.
Sede Estatutaria	:Arnhem
Escritura de Constitución	:08-05-1911
Escritura de última corrección de artículos	:02-07-2001
Capital Autorizado	:1.600.019.200,00 €
Capital Emitido	:572.313.720,00 €
Capital 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 INTERPRETE 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)

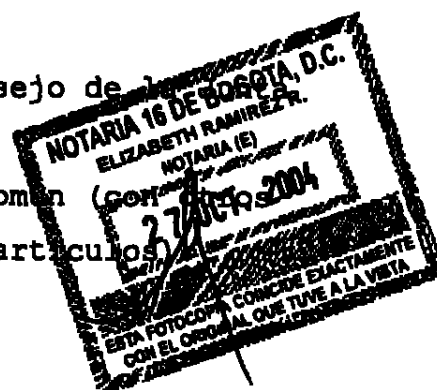
Fecha de (actual) autoridad representativa :01-07-2002

Nombre :Wijers, Gerardus Johhannes



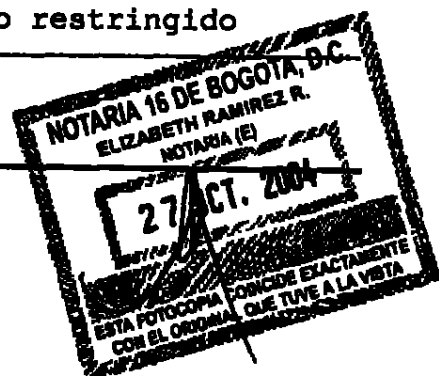
BEATRIZ EUGENIA CLARSON OSTIERNEZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/98 MINISTERIO

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



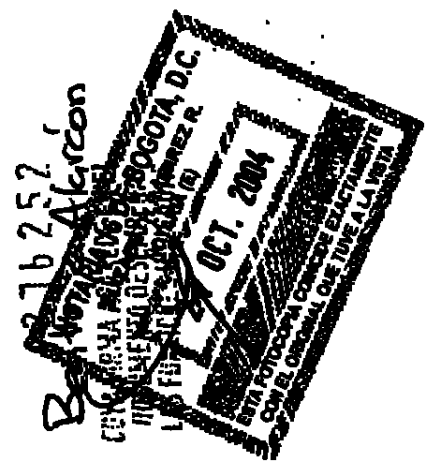
Subs.
GEMEZ EUGENIA ALARCÓN GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINJUSTICIA

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

23. OCT 25 A 11:41

Lucs
SECRETARÍA DE LEGALIZACIONES
FOLIO 100

MINISTERIO DE
RELACIONES EXTERIORES





LOS ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA

A TODO AQUEL A QUIEN CONCIERNA LO PRESENTE

DEPARTAMENTO DE COMERCIO DE LOS ESTADOS UNIDOS

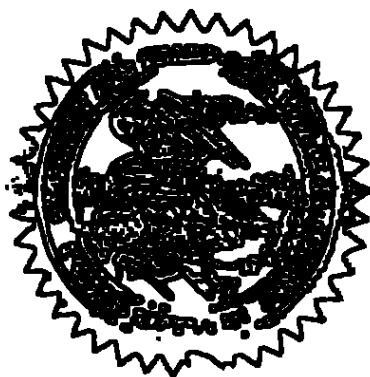
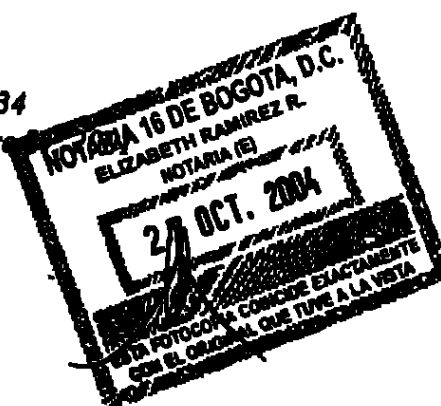
Oficina de Patentes y Marcas de los Estados Unidos

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

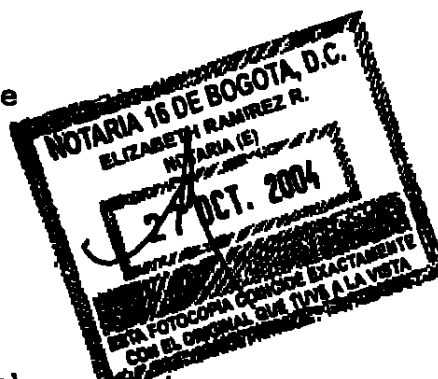
AKZO NOBEL INC.

Dirección

7 Livingstone Avenue

Ciudad

Dobbs Ferry



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

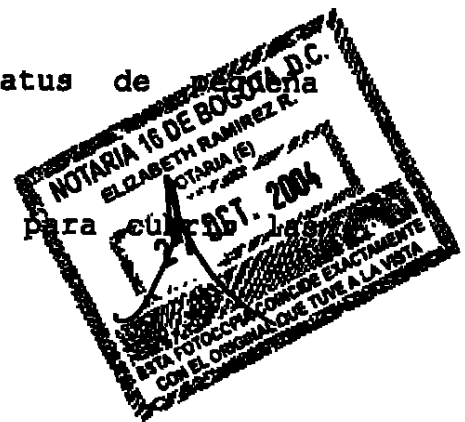
PARTES DE LA SOLICITUD INCLUIDAS
(Marque todo lo que aplica)

- ☒ 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:

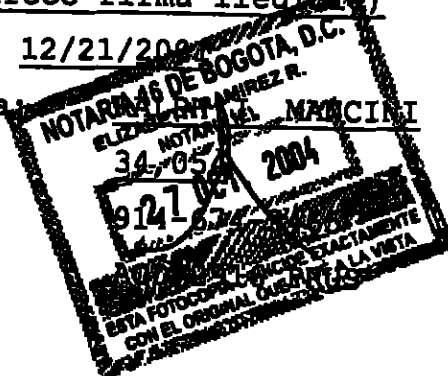
12/21/2004

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 ALARCON 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

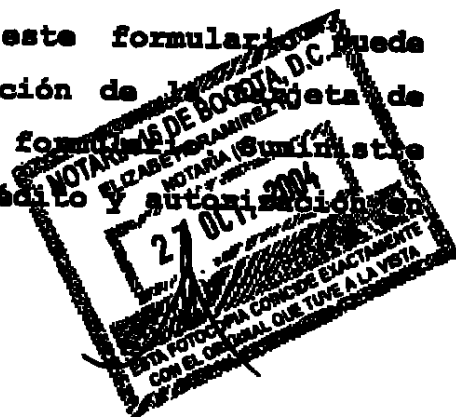
INICIAL SEGUNDO NOMBRE Vanduffel

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 GUERRER
TRADUCTORA E IN. ESCRITA OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINISTRO

200

SWIETEN VAN, Andreas Petrus - Velp - NL

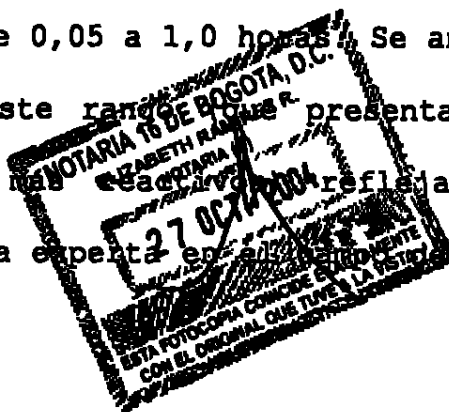
MEULENBRUGGE, Lambertus - Westervoort - NL

VANDUFFFEL, Koen Antoon Kornelis - Deventer - NL

RÁPIDOS DURANTE LAS REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN

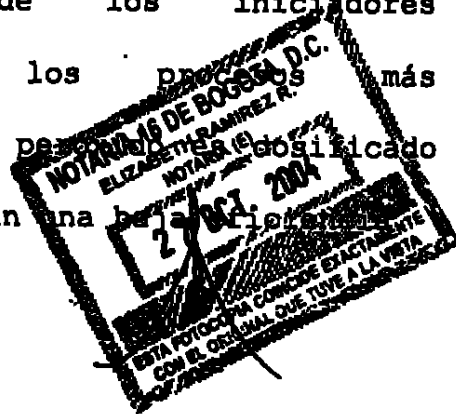
La presente invención se relaciona con un proceso para polimerizar uno o más monómeros por medio de uno o más iniciadores orgánicos que son dosificados a la mezcla de polimerización en la temperatura de reacción.

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 ALARCON GUTIERREZ
TRADUCTORA E INITERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/88 MINISTERIO

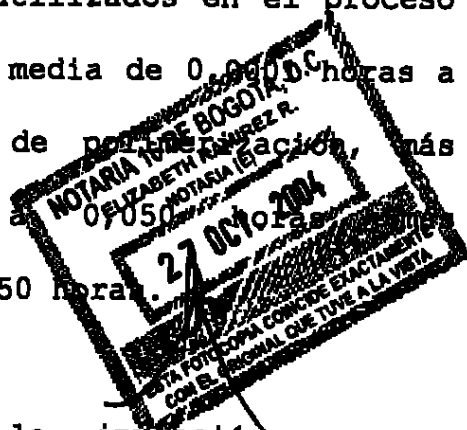
uno no puede utilizar un iniciador demasiado reactivo por razones de seguridad y eficiencia. Más específicamente, hasta ahora siempre se ha esperado que los iniciadores con una vida media de 0,05 horas o menos a temperaturas convencionales de polimerización (especialmente para los iniciadores utilizados 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 más convencionales, en donde todo el peso del material es de una vez, mostró que ellos tenían una



BEATRIZ EUGENIA ALARCON GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINISTERIO

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.



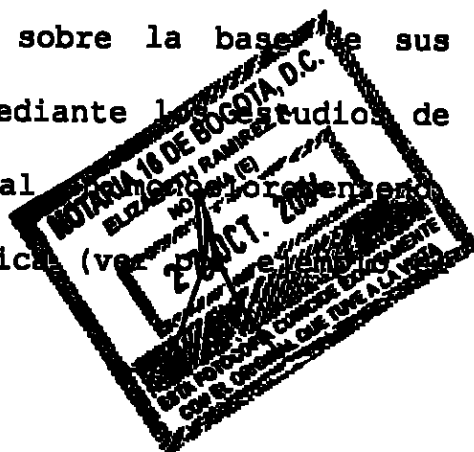
Los ejemplos preferidos de los procesos de acuerdo con la invención son procesos donde uno o más de los siguientes iniciadores son utilizados:

- NOTARIA TOLIBOGOTÁ S.C.
ELIZABETH GONZALEZ R.
NOTARIA EJ
27 08 2004
ESTA FOTOCOPIA CONFORME EL ACTA
CON EL ORIGINAL. ME 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.

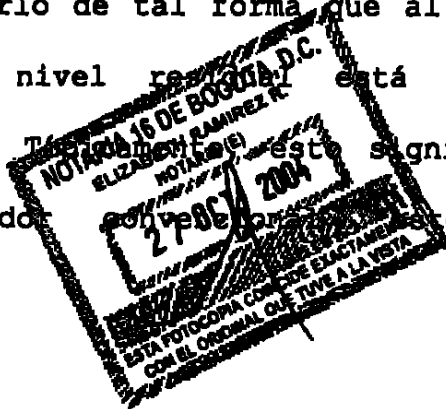
Otros iniciadores también se pueden utilizar. Ellos también pueden ser clasificados sobre la base de sus vidas medias como se determinó mediante los estudios de descomposición técnica convencional como es bien conocido en la técnica (ver



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

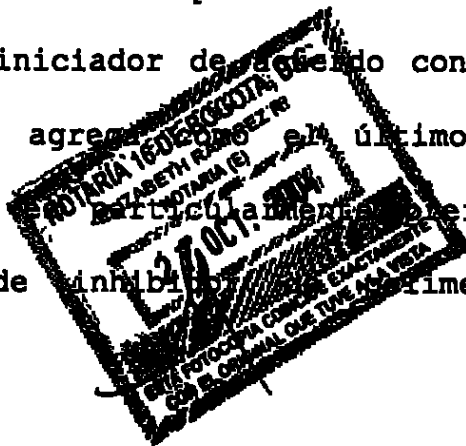
En este proceso no es muy eficiente utilizar los iniciadores extremadamente rápidos durante la etapa de polimerización en donde el contenido del reactor está siendo calentado hasta la temperatura de polimerización deseada, el llamado proceso de arranque en frío. Si se desea sin embargo, uno o más de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

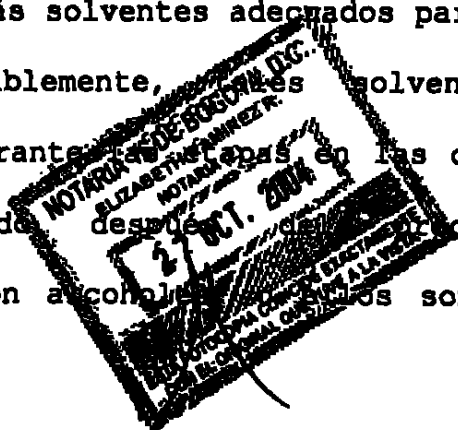
Si la mezcla de reacción se formula en o cerca de la temperatura de polimerización, los llamados procesos arranque en caliente, no se requiere agregar una cierta cantidad de iniciador en el arranque cuando el resto se dosifica durante el tiempo. Sin embargo, también es este proceso de arranque en caliente 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



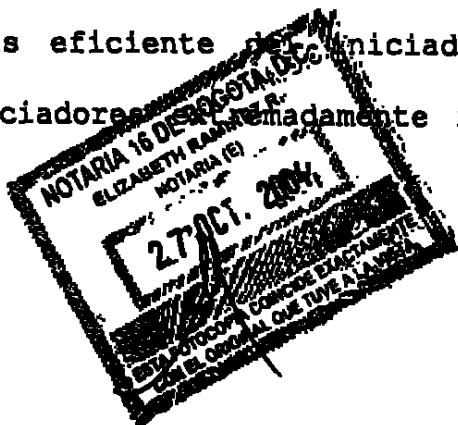
radical que atrapa especies) está presente en la mezcla de reacción. Si tal absorbedor de radical está presente, por ejemplo por que este es introducido con el monómero en donde es típicamente utilizado como un estabilizador, el iniciador inicialmente dosificado reaccionará con dicho absorbedor, evitando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

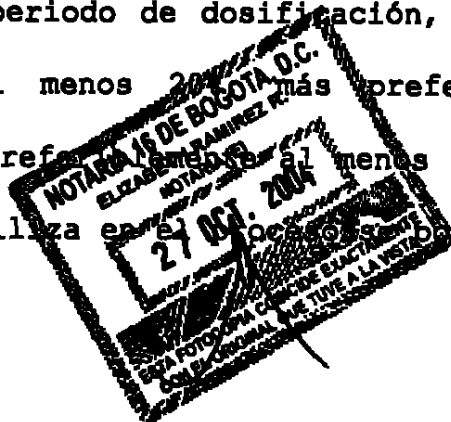
El iniciador es dosificado al reactor en la forma pura o, preferiblemente, en la forma de una solución diluida o dispersión (tal como una suspensión o emulsión). Se pueden utilizar uno o más solventes adecuados para diluir el iniciador. Preferiblemente, los solventes son fácilmente removidos durante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



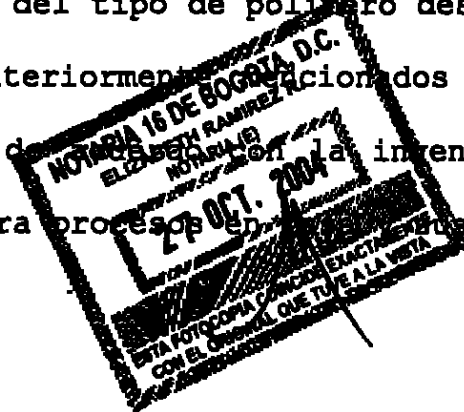
La dosificación de los iniciadores extremadamente rápidos a la mezcla de reacción puede ser intermitente o continua durante la polimerización durante un periodo de tiempo en donde preferiblemente al menos el 20%, preferiblemente al menos el 40%, más preferiblemente al menos el 60% de todo el monómero 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 EUGENIA ALARCON GUTIERREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/93 MINISTERIO

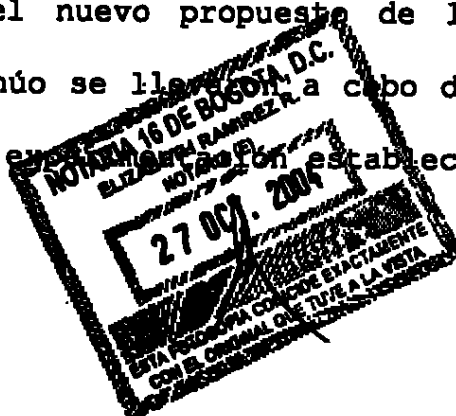
Preferiblemente, la dosificación se puede efectuar en cualquier punto de entrada adecuado al reactor. Si se agrega agua en el curso del proceso de polimerización, por ejemplo para compensar el encogimiento del contenido del reactor debido a la reacción de polimerización, puede ser ventajoso utilizar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



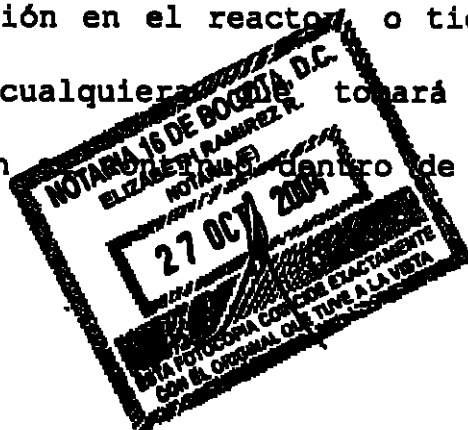
Después de la polimerización, el (co)polímero (o resina) será trabajado como es usual en la técnica. Los polímeros obtenidos mediante una polimerización de suspensión de acuerdo con la invención, por ejemplo, serán sometidos a las etapas de secado y selección usuales. La resina resultante preferiblemente se caracteriza por que ésta contiene menos de 50 ppm del iniciador residual, más preferiblemente menos de 40 ppm, y más preferiblemente menos de 25 ppm del iniciador, inmediatamente después de secar durante 1 hora a 60° C y selección. Se encontró que la resina exhibía excelente estabilidad al calor como se midió con un horno de ensayo Metrastat® PSD260 de acuerdo con el método ISO 182-2 (1990E). La estabilidad al calor mejorada probó que la resina decoloraba fuertemente cuando se sometía a etapas de procesamiento por fusión, por ejemplo para formar artículos conformados.

Para comparar el procedimiento existente de arranque en caliente con el nuevo propuesto de la dosificación de peróxido continuo se llevaron a cabo dos experimentos de acuerdo con la metodología establecida adelante.



EXPERIMENTACIÓN

En un experimento de polimerización de suspensión estándar, un reactor Büchi de acero inoxidable de un litro con temperatura controlada provisto con un desviador, un agitadores de hoja plana en tres niveles, un transductor de presión, una línea de alimentación de cloruro de vinilo (VCM), y una línea de purga de nitrógeno fue cargada con: 425 g de agua desmineralizada, 5 g de solución al 5% de Alcotex® B72 (polivinilacetato/alcohol) en agua desmineralizada, y presurizada a 15 barg utilizando nitrógeno. Sino se observaban chorreaduras, el reactor se evacua y presuriza con nitrógeno hasta 5 barg para fluir hacia fuera virtualmente todo el aire. Sino se dosifica todo el iniciador, entonces se agrega la cantidad deseada de iniciador. Luego, el reactor se evacuó y se cargó con 250 g de VCM ex Akzo Nobel Salt & Base, seguido por calentamiento del reactor a la temperatura de polimerización de 68° C en 30-60 minutos. Después de una caída de presión en el reactor, o tiempo de reacción de 4,5 horas, cualquiera que tome menos tiempo, la polimerización se detiene dentro de otra media hora, y



BEATRIZ ESPERANZA ALARCÓN GUTIÉRREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE
RESOLUCIÓN 2512 DE SEPT. 15/93 MINJUSTICIA

El o los iniciadores utilizados, la cantidad dosificada, y el procedimiento de dosificación, y los resultados de polimerización son presentados en la tabla 1.

El calor formado durante el proceso de polimerización se midió y se enfrió adaptado al calor formado. Entre más calor es generado en cierto tiempo, más difícil será controlar la temperatura de la mezcla de reacción. Un pico de calor bajo junto con un rendimiento de polímero alto es el preferido, en razón a que entonces se puede lograr un rendimiento de espacio-tiempo óptimo del reactor.

Después de alcanzar la temperatura de polimerización, 500 ppm de peróxido de pentanoilo puro (calculado sobre VCM), utilizado como catalizador, se agregó a una concentración de



REAGIL EDGEMIA ALARON GUTIERREZ
TRIDUCTORA E N F...
REINIA 194512 T...

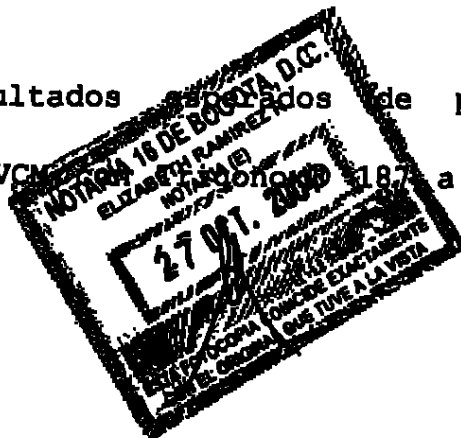
1% en isododecano, se dosificó a la mezcla de reacción durante un periodo de 30 minutos. Posteriormente, la velocidad de dosificación se redujo a 300 ppm de peróxido de diisobutanoilo por hora (utilizando la misma solución) durante un periodo de 2,5 horas. Se observó una caída de presión. Los resultados son mencionados en la tabla 1.

Ejemplo comparativo A

Después de alcanzar la temperatura de polimerización, 1250 ppm de peróxido de diisobutanoilo puro (calculado sobre VCM), suministrado como Trigonox® 187 en una solución a 30% en isododecano, se agregó durante 2 minutos.

Después de 5 horas de tiempo de reacción se detuvo la polimerización y se trabajó como se describió en el procedimiento experimental. El rendimiento es mencionado en la tabla 1 (basado en simulación por computador).

Tabla 1: Resultados de polimerización de suspensión de VCM en Trigonox® 187 a 68° C de acuerdo



con los procedimientos para dosificación continua y para arranque en caliente.

	Ejemplo 1	Comparación
	Dosificación continua	Arranque en caliente
	500 ppm agregados durante 30 minutos y posteriormente 300 ppm/h durante 2,5 h	Peróxido agregado en 2 minutos al momento de polimerización
Cantidad utilizada de peróxido	1.250 ppm	1.250 ppm
Tiempo de presurización constante	2,5 h	Sin caída de presión
Tiempo de polimerización	3 h	5h
Rendimiento de PVC	85%	25%

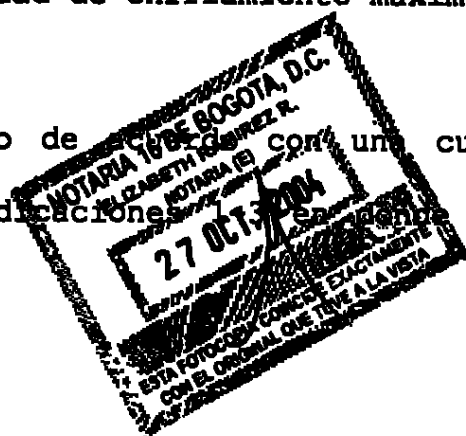


GEATRAZ EDGEMIA ALARCON GUTIERREZ
 TRABAJADORA E INTERPRETE OFICIAL
 RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/03 MINJUSTICIA

217

REIVINDICACIONES

1. Proceso para polimerizar monómero de vinilo cloruro y monómeros adicionales opcionales utilizando uno o más iniciadores orgánicos, con al menos parte del iniciadores siendo dosificados a la mezcla de polimerización a la temperatura de reacción, caracterizado en que esencialmente todos el iniciador orgánico utilizados en el proceso de polimerización tienen una vida media 0,0001 horas hasta 0,05 horas a la temperatura de polimerización.
2. proceso de acuerdo con la reivindicación 1 en donde el iniciador dosificado en la temperatura de reacción se dosifica continuamente.
3. proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 en donde la dosificación del iniciador se controla de tal forma que se utiliza la capacidad de enfriamiento máxima del reactor.
4. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el iniciador, o



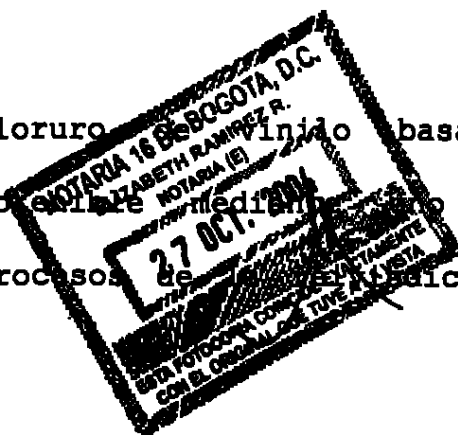
REXIMIZ EGGENDA ALARCON BUTTIERNEZ
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 2512 DE SEPT. 15/99 MINJUSTICIA

60

parte el iniciador, se dosifica, intermitentemente y/o continuamente, durante un periodo en donde al menos el 20% de todo el monómero que se utiliza en la polimerización, es polimerizado.

5. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-3 en donde el iniciador, o parte el iniciador, se dosifica, intermitentemente y/o continuamente, después que al menos 5%, preferiblemente al menos 10%, más preferiblemente al menos 20%, más preferiblemente al menos 30%, de el (los) monómero(s) 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 en el proceso, se polimeriza

6. Cloruro de vinilo basado en (co)polímero obtenido por cualquiera de los procesos de reivindicación 1-4, que tiene



menos de 50 partes en peso de iniciador residual basado en un millón de partes en peso del (co)polímero, cuando se mide inmediatamente después de la polimerización y secado del (co)polímero durante 1 hora a 60° C.

7. Uso de un (co)polímero vinilo cloruro de acuerdo a la reivindicación 5 en un proceso de conformación que involucra el calentamiento del (co)polímero hasta arriba de su temperatura de fusión.



RESUMEN

La invención pertenece a un proceso en donde los iniciadores son dosificados a una mezcla de polimerización, con esencialmente todo el iniciador orgánico que se utiliza en el proceso de polimerización que tiene una vida media de 0,0001 hora a 0,05 hora en la temperatura de polimerización. La dosificación de tal iniciador permite un control mejorado del índice de polimerización, y el proceso rendirá un polímetro con muy bajos niveles residuales de iniciador.



B. A. S.
CENTRO EUGENIA ALARCÓN GUTIÉRREZ
TRADUCTORA E INTERPRETE O. C. I.
RESOLUCIÓN 2512 DE SEPT. 15/93 MINISTERIO

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Folio ~~231~~ 221

2020
Bogotá D C

Doctor(a)
EMILIO FERRERO.
Apoderado(a)

REFERENCIA:

Radicación N°	04-56935
Solicitud internacional	PCT/EP02/14518
Fecha límite de inicio en fase nacional	21/07/2004
Trámite	011
Evento	379
Actuación	416
Oficio N°	1040
Folios	001

Teniendo en cuenta que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el expediente indicado en el asunto, reúne los requisitos de forma establecidos en los artículos 26 y 27 de la Decisión 486, de la Comisión de la Comunidad Andina, el Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), el Reglamento y la Circular Única de la Superintendencia de Industria y comercio, se envía el extracto de la solicitud a la oficina de comunicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial, conforme lo dispone el artículo 40 de la referida Decisión 486.

Cúmplase
Dado en Bogotá D C,

11 OCT. 2005

ALIX CARMENZA GESPEDES DE VERGEL
Jefe División de Nuevas Creaciones.

202028

Al contestar favor indique el número de radicación consignado en el sticker

Sede Centro: Carrera 13 No. 27-00 Piso 2, 5, 7 y 10
Commutador: 3 820840 Fax: 3 505220
Sede CAN: Tr. 40A No. 38-30 3153265 al 69
Fax: 3 505220. Línea 0800-910 165
Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co
Bogotá D.C. - Colombia