

11 JUN 1965

311095



P - 28.943

1696 S

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

PATENTE D E INVENCION

formulada el 27 de marzo de 1.965, con el nº 311.095

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en van der Maessenstraat 2, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA IMPREGNAR PARTICULAS DE POLIMEROS DE ESTIRENO CON UN AGENTE DE HINCHAMIENTO"

El invento se refiere a un procedimiento para impregnar partículas de polímero de estireno con un agente espumante o de hinchamiento.

Aquí, la expresión "polímero de estireno", significa:

5

Poliestireno y copolímeros de estireno con otros compuestos, por ejemplo, copolímeros con butadieno, divinilbenceno, α -metilestireno, acrilonitrilo y esteres acrílicos y dicha expresión incluye poliestireno o cualquier copolímero de estireno con los cuales se han mezclado canti

10

3 1 1 0 9 5



dades más pequeñas de una o más de otras substancias, por ejemplo, otros polímeros, por ejemplo, cargas de polietileno o pigmentos. El término "partículas" significa cualquier trozo pequeño, por ejemplo, gránulos, perlas y glóbulos.

5 La impregnación de un polímero con un agente espumante, se lleva a cabo para hacer al polímero apropiado para su transformación en una espuma o esponja por calentamiento. Pueden distinguirse dos tipos de procedimiento, a saber, procedimientos en los cuales esta presente el agua y
10 procedimientos en los cuales no está presente el agua.

Un ejemplo del primer tipo de procedimientos, se describe en la Memoria descriptiva de la Patente alemana 936955. La impregnación se lleva a cabo en un medio acuoso, para impedir la conglomeración de las partículas del polímero con el agente espumante durante la impregnación, y es
15 preferible añadir al agua un emulsionante.

En el procedimiento, según la Memoria descriptiva de la Patente de los Estados Unidos 2.983.692, la impregnación se lleva a cabo igualmente en un medio acuoso, pero
20 aquí la presencia de un agente de dispersión inorgánico, de baja solubilidad en agua, es esencial para estabilizar la suspensión de las partículas del polímero en el agua.

El presente invento, se refiere a un procedimiento que puede llevarse a cabo en ausencia de agua.

25 Un procedimiento de impregnación en ausencia de agua, se describe en la Memoria descriptiva de la Patente francesa 1.105.745. Sin embargo, en este procedimiento la relación entre la cantidad de agente espumante y la cantidad de polímero, no debe ser superior a 15 partes de agente es-
30 pumante por 100 partes de polímero. Para asegurar que el

311095



5 polímero tomará una cantidad suficiente de agente espumante para esta relación, la impregnación debe continuarse durante un largo tiempo (por ejemplo, 24 horas). No es posible aumentar la relación agente espumante: polímero, para rea-

lizar la impregnación deseada en un tiempo más corto, porque a relaciones superiores 15 partes de agente espumante por 100 partes de polímero, aproximadamente, las partículas de polímero se conglomerarían durante la impregnación.

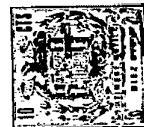
10 El invento, crea un procedimiento por el cual puede alcanzarse la impregnación deseada en un tiempo mucho más corto sin que tenga lugar la conglomeración. En este procedimiento se usa un agente espumante en forma líquida, la relación de volumen entre el agente espumante y el polímero de estireno, es superior a 1:1, y la impregnación se lleva

15 a cabo por encima de 30°C. revolviendo o agitando intensamente en presencia de una sustancia sólida finamente dividida. La relación entre los volúmenes del agente espumante y el polímero de estireno, es preferiblemente superior a 3:1.

20 Puede usarse cualquier agente espumante en forma líquida. Agentes espumantes particularmente apropiados, son los hidrocarburos alifáticos y cicloalifáticos halogenados y no halogenados, con un punto de ebullición normal entre 25°C. y la temperatura superior del intervalo de reblandecimiento del polímero de estireno. Ejemplos son, entre otros,

25 el pentano, exano, heptano, ciclohexano, la fracción de pentano o exano del aceite natural y el ciclopentadieno. Durante la fase de impregnación, el agente espumante está en forma líquida. Si el punto de ebullición del agente espumante,

30 a la presión atmosférica, es inferior a la temperatura a la



cual la impregnación tiene lugar, la impregnación se lleva a cabo a presión. Sin embargo, si dicha temperatura es igual o inferior al punto de ebullición del agente espumante a la presión atmosférica, la impregnación puede llevarse a cabo a la presión atmosférica.

5

Se prefiere usar pentano, exano o la fracción de pentano o exano del aceite mineral, como agente espumante y realizar la impregnación a una temperatura entre 65 y 95°C. Es sorprendente que a causa de la presencia de un sólido finamente dividido, no se produce la conglomeración durante la impregnación, a pesar de que la relación entre el agente espumante y el polímero de estireno excede considerablemente de la que puede mezclarse previamente en el procedimiento, según la Memoria descriptiva de la Patente francesa 1.105.745.

10

15

Puede utilizarse cualquier sólido, en estado finamente dividido, pero se da preferencia a una substancia inorgánica, por ejemplo, fosfato cálcico, hidroxapatito, carbonato cálcico, carbonato magnésico, vermiculita, tierra de infusorios, o una combinación de dos o más de estas substancias en estado pulverulento.

20

Hablando en general, pueden utilizarse para este fin, los agentes pulverulentos empleados en la industria de fertilizantes. En general, es más apropiado usar el sólido finamente dividido, en una cantidad de 0,2-15 gr. por 100 gr. de polímero. Estos límites, no son críticos y pueden obtenerse también buenos resultados con otras proporciones. Sin embargo, es preferible no emplear más sólido finamente dividido que el necesario, por razones económicas, mientras que el uso de menos de 0,2 gr. por 100 gr. de polímero, re-

25

30

311095



querirá en general remover o agitar, en forma particularmente intensa.

5 A continuación de la impregnación, los gránulos pueden transformarse directamente en espuma. Sin embargo, es necesario a menudo, almacenar durante algún tiempo las partículas de polímero impregnadas, antes de la espumación. Con las partículas de polímero impregnadas, según el invento, esto puede hacerse fácilmente, porque el contenido del agente espumante, decrece sólo ligeramente durante el almacenamiento. Cuando los gránulos impregnados se espuman (lo cual puede hacerse en la forma conocida), el resultado es una espuma de poliestireno cuya estructura se determina, entre
10 otras, por la distribución de la forma y tamaño de las partículas originales.

15 Se obtiene una espuma de una estructura homogénea apropiada a partir de perlas de poliestireno. El uso de perlas tiene la ventaja adicional de que durante el almacenamiento de las perlas impregnadas, la cantidad de agente espumante perdido por difusión, es más pequeña que la cantidad que escapa de un producto con forma diferente del mismo volumen medio y con el mismo contenido de agente espumante.
20

25 Si se desea, pueden añadirse también otros productos tales como extintores o estabilizadores de llama, por incorporación en el polímero de estireno durante el proceso de impregnación. Un producto muy apropiado para usarlo como un extintor de llama en un procedimiento, según el invento, es el 1,1,2,2,-tetrabromoetano.

Los siguientes ejemplos ilustran el invento.



311095

Ejemplo 1

5 En un autoclave provisto con un agitador, se mezclan conjuntamente 100 gr. de perlas de poliestireno de 0,5-2 mm. de diametro, 315 gr. de pentano, 5 gr. de carbonato cálcico pulverulento y 2 gr. de fosfato cálcico terciario pulverulento.

10 El autoclave se cerro y el agitador se ajusto a 1.200 r.p.m. la mezcla se calentó hasta 90°C. La agitación se continuó durante 3 horas a esta temperatura, después de lo cual, se dejó reposar el autoclave para enfriar y se abrió. A continuación, los contenidos del autoclave se separaron en una centrifuga y las perlas de polistireno se lavaron con pentano, para separar los restos del carbonato cálcico y fosfato cálcico. El contenido de pentano de las perlas (determinado después de la evaporación del pentano superficial), fue del 10% en peso. Las perlas impregnadas se espumaron con vapor en un molde perforado. Esto produjo un poliestireno esponjoso de estructura celular regular y una densidad aparente inferior a 0,025 gr. por cm³.

20

El autoclave puede, sin objeción, abrirse también antes, por ejemplo, después de 15 minutos.

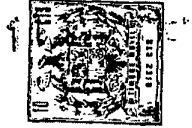
Ejemplo 2

25

En el autoclave mencionado en el Ejemplo 1, se mezclaron conjuntamente 100 gr. de perlas de poliestireno de 0,3-1,5 mm. de diametro, 125 gr. de pentano,

30

311095



5 gr. de marga molida y
5 gr. de 1,1,2,2,-tetrabromoetano.

El agitador se ajusto a 1.000 r.p.m. La agitacion se continuo durante 4 horas a 70^o C. Despues de la separacion
5 de las perlas, en la forma descrita en el Ejemplo 1, el con-
nido de pentano fue de 9,5% en peso. La espumacion dio un
poliestireno celular ininflamable, de estructura homogenea
y suficiente resistencia mecanica. La densidad aparente fue
de 0,02 gr. por cm³.

10

Ejemplo 3

Se mezclaron conjuntamente en el autoclave mencionado
en el Ejemplo 1

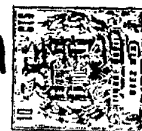
15 100 gr. de perlas de poliestireno (diametro 1-2,5 mm.),
200 gr. de fraccion de pentano (intervalo de ebullicion
25-40^o C) y
10 gr. de fosfato calcico terciario pulverulento.

La masa se agito intensamente durante dos horas a
20 75^o C. y a una velocidad de agitacion de 750 r.p.m.

El contenido de pentano separado de las perlas, se en-
contro era del 8% en peso. Despues de haber sido transfor-
madas las perlas en espuma, el polimerizado esponjoso obte-
nido satisface las demandas normalmente requeridas para
25 el.

Ejemplo 4

Se repitieron los experimentos discutidos en los ejem-
plos anteriores, con la diferencia de que se usaron granulos
30 de poliestireno de 2-4 mm. de diametro, en vez de perlas de



poliestireno.

El poliestireno espumado obtenido, fué ligeramente menos homogéneo en su estructura, pero muy adecuado para varias aplicaciones. El contenido de pentano de los gránulos impregnados, sin embargo, decreció algo más rápidamente durante el almacenamiento que en las perlas del mismo volumen medio.

Ejemplo 5

Se mezclaron conjuntamente en un recipiente de reacción provisto con refrigerante de reflujo y un agitador 100 gr. de perlas de poliestireno (diámetro entre 0,3 y 1,5 mm.), 0,5 gr. de yeso molido y 300 gr. de exano (punto de ebullición a la presión atmosférica de 69°C.).

El contenido del recipiente de reacción, se agitó intensamente durante 3,5 horas a 69°C. Después de enfriar, los granulos se separaron del exano. Se encontró innecesario el lavado de los gránulos, a causa de la pequeña cantidad de yeso utilizado. El contenido de exano del polímero de estireno, fué de 8,6% en peso, y a pesar de la pequeña cantidad de yeso usado, la conglomeración del producto, se probó no había ocurrido. Sin embargo, la repetición del ensayo sin la aplicación del yeso, dió una masa conglomerada.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, con fecha 28 de Marzo de 1.964, bajo el Número 6403380, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

3 1 1 0 9 5



N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

- 10 1.- Un procedimiento para impregnar partículas de po
limeros de estireno con un agente de hinchamiento, en el
que las partículas son intensamente agitadas junto con un
sólido finamente dividido y un agente de hinchamiento en
forma líquida a una temperatura por encima de 30°C, pero
15 por debajo de la temperatura de reblandecimiento del poli-
mero de estireno, siendo la relación en volumen de agente
de hinchamiento a polímero de estireno mayor de 1:1:
- 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en
el que la relación en volumen de agente de hinchamiento a
20 polímero de estireno es mayor de 3:1.
- 3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 ó
2, en el que se utiliza pentano, hexano o la fracción de
hexano o pentano de un aceite mineral como agente de hincha
miento, y la impregnación se lleva a cabo a una temperatura
25 entre 65 y 95°C.
- 4.- Un procedimiento según una cualquiera de las rei
vindicaciones 1 a 3, en el que el sólido finamente dividido
comprende fosfato cálcico, hidroxapatito, carbonato cálcico
o carbonato de magnesio a una mezcla de dos o más de es-
30 tos compuestos y se utiliza en una cantidad de 0,2-15 gra-

311095



mos de sólido por 100 gramos de polímero de estireno.

5.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que las partículas de polímero de estireno tienen forma globular.

5

6.- Un procedimiento para impregnar partículas de polimeros de estireno con un agente de hinchamiento.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de diez hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

11 JUN 1965

P. A.

[Handwritten signature]
Alonso de Echebur
1965

IAS/. M. C. v