

326463

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 23 626

326463



Memoria Descriptiva

sobre

"Perfeccionamientos en la fabricación de partículas
sintéticas"

- - - - -

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en
Ludwigshafen/Rhein, República Federal Alemana.

- - - - -

La presente invención se refiere a com-
puestos de moldeo expansibles de partículas finas,
y en particular a compuestos de moldeo expansibles
cuyas partículas finas están recubiertas de pequeñas
5. cantidades de un compuesto de amonio cuaternario.

326463



-2-

- Los compuestos de moldeo expansibles de partículas finas a base de polímeros de estireno se obtienen ventajosamente por polimerización de los monómeros en suspensión acuosa, en presencia de agentes de expansión gaseosos o líquidos. De esta manera, las masas expansibles se obtienen en forma de perlas cuyo diámetro está comprendido entre unos 0,2 y 5 mm. Las perlas a partir de las cuales se fabrican cuerpos de estructura celular deben presentar diámetros comprendidos dentro de límites bien definidos, según el campo de aplicación para el que se destinen los cuerpos de plástico expandido, empleándose por ejemplo perlas de pequeño diámetro cuando se trata de fabricar cuerpos moldeados de paredes delgadas, mientras que para la obtención de bloques de plástico celular destinados para usos aislantes, se necesitan perlas de mayor diámetro.
- 5.
- 10.
- 15.

- Para obtener perlas de un determinado tamaño deseado, la masa de perlas se somete a una operación de tamizaje. Por regla general, las partículas del polímero se liberan de agua y, una vez secas, se colocan sobre tamices en movimiento. Este método tiene, sin embargo, el inconveniente de que las perlas adquieren fuertes cargas electrostáticas debidas al movimiento y a que las partículas se frotan constantemente sobre la tela del tamiz; estas cargas electrostáticas dificultan en muchos casos considerablemente la tamización. Las perlas pequeñas quedan por ejemplo pegadas, en forma de racimos, a las más grandes, lo cual imposibilita su contacto con la tela del tamiz. Existe además el peligro de que las partículas aglomeradas den lugar a
- 20.
- 25.
- 30.



obstrucciones en las instalaciones de tamizaje, debido a las cuales resulta disminuído el efecto separador de los tamices.

5. Para obtener las fracciones de perlas de tamaño uniforme necesarias para los procesos de elaboración ulterior, era forzoso hasta ahora hacer pasar sólo reducidas cantidades de perlas por el tamiz o repetir la operación del tamizado varias veces. Además, se imponía la necesidad de limpiar los tamices después de cada pasada.
- 10.

- Los compuestos de moldeo expansibles se preexpanden primero de manera conocida por calentamiento en agua o vapor de agua, después de lo cual se someten a la expansión posterior en moldes, de la que resultan los cuerpos moldeados unidos. Los compuestos de moldeo preexpandidos se secan y se dejan durante algún tiempo en reposo para llevarse luego, en la mayoría de los casos por vía neumática, a las instalaciones de expansión posterior, operación durante la cual las partículas adquieren igualmente cargas electrostáticas y se forman aglomerados que dan lugar a las obstrucciones ya mencionadas de las tuberías y conductos de transporte, con las consiguientes perturbaciones del funcionamiento de los aparatos.
- 15.
- 20.

25. Encontróse, sin embargo, que los compuestos de moldeo expansibles de partículas finas que contienen un polímero de estireno y un agente de expansión no presentan los inconvenientes enumerados, si la superficie de las partículas del compuesto de moldeo está recubierta de un 0,0001 hasta un 3 % en peso, respecto al
- 30.

326453



-4-

compuesto de moldeo, de un compuesto de amonio cuaternario.

- Por polímeros de estireno contenidos en los compuestos de moldeo expansibles de partículas finas
5. se entienden el poliestireno y los copolímeros del estireno que contienen por lo menos un 50 % en peso de estireno incorporado por polimerización. Entran en consideración como comonómeros para el estireno por ejemplo: estirenos substituídos, tales como alfa-metilestireno o estirenos metilados en el núcleo, estireno halogenado, por ejemplo 2,4-dicloroestireno, ésteres de ácidos carboxílicos no saturados en las posiciones alfa y beta de alcoholes con 1 hasta 8 átomos de carbono, tales como los ésteres de los ácidos acrílico o metacrílico, por ejemplo metacrilato metílico, nitrilos de ácidos carboxílicos no saturados en las posiciones alfa y beta, por ejemplo nitrilos acrílico y metacrílico, compuestos N-vinílicos, como N-vinilcarbazol, lactonas N-vinílicas, como N-vinilcaprolactama. Son
 10. igualmente apropiados los copolímeros que contienen pequeñas cantidades de compuestos con varios doble enlaces polimerizables, incorporados por polimerización, entre los que figuran por ejemplo los divinilbencenos, el butadieno o el 1,4-butandiol-diacrilato.
 15. Como agentes de expansión, los compuestos de moldeo contienen compuestos líquidos o gaseosos que no disuelven el polímero y cuyo punto de ebullición es inferior al punto de reblandecimiento del polímero, por ejemplo hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos,
 20. tales como propano, butano, pentano, hexano, heptano,
 - 25.
 - 30.

326463



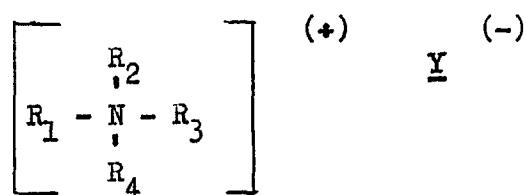
-5-

- ciclohexano, o hidrocarburos halogenados, tales como cloruro de metileno, diclorodifluorometano o 1,2,2-tri-fluor-1,1,2-tricloroetano, siendo igualmente posible que los compuestos de moldeo contengan mezclas de estos agentes de expansión. La cantidad empleada de agentes de expansión está ventajosamente comprendida entre el 3 y el 10 % en peso, respecto al polímero de estireno.
- 5.

- Los compuestos de moldeo pueden contener además otras substancias, por ejemplo agentes ignífugos lubricantes o plastificantes.
- 10.

- Los compuestos de moldeo pueden presentarse por ejemplo en forma de perlas, de granulados cilíndricos o de pedazos tales como se obtienen al moler polímeros en bloques. El diámetro de las partículas está comprendido entre 0,1 y 6 mm, preferentemente entre unos 0,4 y 3 mm.
- 15.

Por compuestos de amonio cuaternario se entienden, en el sentido de la presente invención, los compuestos de la fórmula general



20. en la que
- R_1 significa un radical de un hidrocarburo alifático con 2 hasta 22 átomos de carbono, preferentemente con 10 hasta 18 átomos de carbono, un radical acil-

326463



-6-

- amidoalquilo o un radical aciloxialquilo, en los que el grupo acilo contiene 2 hasta 20, preferentemente 10 hasta 18 átomos de carbono, y el grupo alquilo, 1 hasta 6, preferentemente 2 hasta 3 átomos de carbono;
5. R_2 , R_3 y R_4 pueden ser radicales alquilo o alquilol, iguales especialmente, o diferentes, con 1 hasta 4 átomos de carbono, siendo también posible que $R_2 + R_3$ formen un anillo;
10. Y representa un anión orgánico o inorgánico, pudiendo tratarse por ejemplo de iones de halógeno, sulfato, metilsulfato o p-toluolsulfonato.

- Entre los compuestos de amonio cuaternario son particularmente apropiados por ejemplo el sulfato o p-toluolsulfonato lauroilamino-propiltrimetilamónico,
15. el sulfato o p-toluolsulfonato octadecil-trimetilamónico, el sulfato estearoiloxietiltrimetilamónico.

- Conviene emplear los compuestos de amonio cuaternario en cantidades comprendidas entre el 0,002 y el 0,2 % en peso, respecto a los compuestos de moldeo. Los mejores resultados se obtienen generalmente con aquellos compuestos de amonio cuaternario que contienen un anión de ácido p-toluolsulfónico.
- 20.

- El método más ventajoso para recubrir la superficie de las partículas del compuesto de moldeo consiste en aplicar los compuestos de amonio cuaternario en forma de disolución ó dispersión, empleándose como disolvente por ejemplo agua o alcoholes alifáticos inferiores. Conviene realizar el recubrimiento de las partículas durante el proceso de elaboración ulterior,
- 25.
- 30.

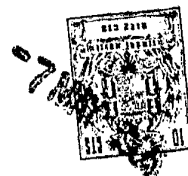
326463



-7-

- es decir después de terminado el proceso de obtención de los compuestos de moldeo, por ejemplo durante la operación del secado, aplicando una disolución de los compuestos de amonio, por pulverización, sobre las partículas del compuesto de moldeo. Otro método adecuado consiste en aplicar las disoluciones mediante toberas sobre las partículas del compuesto de moldeo, operación que se efectúa antes del tamizado, y en eliminar a continuación el disolvente por evaporación.
- 5.
10. Una ventaja especial del procedimiento conforme a la presente invención reside en que los compuestos de moldeo se obtienen sin dificultades y en una sola operación, en fracciones de tamizaje con partículas de tamaño extraordinariamente uniforme indispensables para la obtención de plásticos celulares con buenas características superficiales. Se ha comprobado además, que, en comparación con los compuestos de moldeo hasta ahora conocidos, las masas preexpandidas de la presente invención muestran una tendencia mucho menos marcada a conglomerarse durante el proceso de expansión ulterior y el transporte a través de las tuberías.
- 15.
20. Las partes indicadas en los siguientes ejemplos son partes en peso.
25. Ejemplo 1 -
30. 2000 partes de un polímero de estireno obtenido por polimerización en suspensión y que contiene un 6 % de pentano (valor K = 61) se mezclan, en una mezcladora, con 2 partes de una disolución al 3 % de p-toluolsulfonato lauroilaminopropil-trimetil-

326463



-8-

amónico en agua. Esta mezcla se seca hasta que contiene < 0,2% de humedad, para someterse luego a una operación de tamizaje realizada en dos tamices vibrantes con tela de mallas cuadráticas. Se emplean tamices con

5. 2,5 mm y 0,8 mm de luz de malla, respectivamente. En la siguiente tabla se indica la distribución de las perlas en el producto de partida, antes de la tamización.

T a b l a

		<u>Porcentaje</u>
10.	Ø superior a 2,5 mm	1,6 %
	Ø 0,8 - 2,5 mm	80,0 %
	Ø inferior a 0,8 mm	18,4 %

15. El 99,5 % de la fracción de tamizaje sacada de entre los dos tamices presenta el tamaño de partícula deseado. Este porcentaje asciende sólo al 91,2 % en el caso de tamizar, comparativamente, un polímero de perlas sin tratar, en las mismas condiciones.

20. No es necesario limpiar los tamices ni después de un funcionamiento prolongado siquiera. No se observa aglutinación alguna de los compuestos de moldeo durante la expansión de las partículas en vapor. En estado seco, pueden transportarse sin dificultades por vía neumática, y esto también después de la operación de preexpansión.

25. Ejemplo 2 -

2000 partes del mismo tipo de polímero de



- estireno descrito en el ejemplo 1, se mezclan con 5 partes de una disolución al 3 % de p-toluolsulfonato octadecil-trimetilamónico en agua, se secan y se hacen pasar a continuación, por tamices vibrantes con tela de mallas cuadráticas. Los tamices tienen 0,8 mm y 1,5 mm de luz de malla, respectivamente.

T a b l a

	<u>Porcentaje</u>
10. \emptyset superior a 1,5 mm	15 %
\emptyset 0,8 - 1,5 mm	60,7 %
\emptyset inferior a 0,8 mm	24,3 %

- El 99,2 % de la fracción de tamizaje presenta partículas del tamaño ideal. En cambio, en el caso de tamizar comparativamente partículas que no han recibido el tratamiento descrito, este porcentaje se reduce al 88,7 %.

Ejemplo 3 -

- 2000 partes de un polímero de estireno se mezclan con cada vez 5 partes de una disolución al 3% de un compuesto de amonio cuaternario en agua. Las partículas recubiertas se secan y se hacen pasar a continuación por tamices con tela de mallas cuadráticas, con 0,8 y 1,5 mm de luz de malla, respectivamente. En la siguiente tabla se indican los tantos por ciento de la fracción de tamizaje sacada de entre los dos tamices y cuyas partículas presentan el tamaño deseado.

326463



-10-

En cambio, en el caso de tamizar una muestra sin tratar, en las mismas condiciones, el porcentaje se reduce al 89,0%.

T a b l a

Nº	Compuesto de amonio cuaternario	Polímero de estireno	% de la fracción con partículas del tamaño ideal
1.	Sulfato estearoiloxietil-trimetilamónico	Poliestireno	99,0
2.	Cloruro dodecilmetilpiperidilamónico	Copolímero del 75 % estireno 25 % nitrilo acrílico	99,1
3.	Sulfato estearoiloxietil-trimetilamónico	Copolímero del 95 % estireno 5 % metacrilato metílico	98,5
4.	Ausente	Poliestireno	89,0

326463



-11-

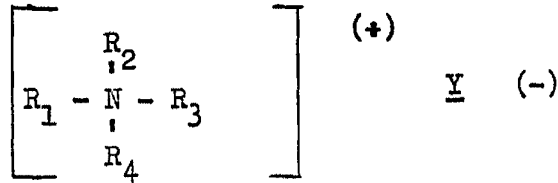
N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones
5. anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Alemania nº B 81 806 de 7 de mayo de 1.965 acogiéndose
10. se, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PERFECCIONAMIENTOS EN LA FABRICACION DE PARTÍCULAS SINTÉTICAS"; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1ª - Perfeccionamientos en la fabricación de partículas sintéticas, destinadas a la obtención de compuestos de moldeo expansibles, compuestos por un polímero de estireno y un agente de expansión, caracterizados porque se recubren las superficies de las partículas del compuesto de moldeo de un 0,0001 hasta un
20. 3% en peso, respecto al compuesto de moldeo, de un compuesto de amonio cuaternario.
25. 2ª - Perfeccionamientos según la reivindicación 1ª, caracterizados porque las superficies de las partículas del compuesto de moldeo se recubren de un 0,002 hasta un 0,2% en peso, respecto al compuesto de moldeo, de un compuesto de amonio cuaternario de la fórmula general

326463-7



-12-



5. en la que R_1 significa un radical de un hidrocarburo alifático con 2 hasta 22 átomos de carbono, preferentemente 10 hasta 18 átomos de carbono, un radical acilamidoalquilo o un radical aciloxialquilo, en los que el grupo acilo contiene 2 hasta 20, preferentemente 10 hasta 18 átomos de carbono, y el grupo alquilo, 1 hasta 6, preferentemente 2 hasta 3 átomos de carbono; R_2 , R_3 y R_4 pueden ser radicales alquilo o alquilol, iguales especialmente, o diferentes, con
10. 1 hasta 4 átomos de carbono, siendo también posible que $R_2 + R_3$ formen un anillo y \underline{Y} puede significar un anión orgánico o inorgánico.

15. 3ª - Perfeccionamientos, caracterizados porque el compuesto de amonio cuaternario con el que se recubren las partículas se elige entre p-toluol-sulfonato lauroilaminopropiltrimetilamónico.

20. 4ª - Perfeccionamientos en la fabricación de partículas sintéticas, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una cara.

- 7 MAY. 1966

Madrid,
BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT,

J. GOMEZ DE SO Y MODEI
p. p. Firmador: R. Hernández Ruiz