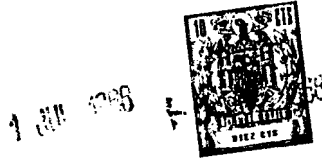


353646

Case 64:77 C

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de KOPPERS COMPANY, INC.

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 440 College Park Drive, Monroeville, Pensilvania, Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR PARTICULAS DE POLIMERO DE ESTIRENO EXPANDIBLE" (Clase Internacional C08f)



5 Extracto de la descripción.- El hecho de llevar a cabo la impregnación de agentes de expansión tales como n-pentano dentro de partículas de polímero de estireno, que están suspendidas en agua, en la presencia de monoésteres y monoésteres de polioxietileno tales como monolaurato de polioxietilensorbitano reduce el tiempo de enfriamiento en el molde requerido cuando las partículas son moldeadas para formar una unidad estructural espumada.

10 Referencia a una solicitud relacionada. Esta solicitud es una divisional de la solicitud de la firma solicitante Serial Nº 378.177, presentada el 26 de junio de 1.964.

15 Fundamento del invento.- Es bien conocida la preparación de artículos plásticos configurados celulares de baja densidad a partir de partículas, gránulos o glóbulos expandibles de materiales termoplásticos tales como polímeros de estireno. Dichas partículas contienen generalmente un agente de expansión que hierve por debajo del punto de ablandamiento del material termoplástico que hará que las partículas se expandan cuando sean sometidas a calor. Estas partículas son colocadas en una cavidad de molde que define la forma del artículo acabado deseado. Las partículas son calentadas por encima de su punto de ablandamiento, por ejemplo por vapor de agua o por otros medios de caldeo apropiados inyectados bajo presión dentro de la cavidad del molde, después de lo cual las partículas se expanden para llenar la cavidad del molde, y se unen entre ellas.

25 Las partículas pueden ser colocadas directamente dentro del molde o pueden ser expandidas previamente antes de ser colocadas en el molde, tal como se describe, por



ejemplo, en la patente USA Nº 3.023.175.

5 Las partículas de polímero expandible termoplás-
tico han trabajado bien en los anteriores procedimientos
de moldeo para formar una amplia variedad de artículos.
Sin embargo, después que las partículas han sido calenta-
das en el molde para formar el artículo deseado, el artí-
culo debe ser enfriado durante un periodo de tiempo rela-
tivamente largo, dependiendo del espesor del artículo, an-
tes de que pueda ser retirado del molde en un estado auto-
soportante para retener su forma fuera del molde. Los plás-
10 ticos espumados tienen buenas propiedades de aislamiento,
de manera que el tiempo de enfriamiento del artículo consu-
me una gran parte del ciclo de moldeo y restringe grande-
mente el número de artículos que pueden ser producidos a
partir de un molde en un periodo de tiempo dado.
15

El tiempo de enfriamiento no es acortado aprecia-
blemente aplicando medios de enfriamiento a la superficie
del artículo o a la superficie del molde, ya que la trans-
ferencia de calor a través del artículo es extremadamente
20 lenta. Este bajo grado de transferencia de calor, es, en
efecto, una de las propiedades que hace útiles a estos ar-
tículos por ejemplo, para aislamiento. Si los artículos
son retirados demasiado pronto del molde, la combinación
de la plasticidad del material termoplástico y la presión
25 debida al interior caliente del artículo hará que el artí-
culo se pandee y que después de esto no tenga la forma de-
seada.

En la solicitud pendiente de la forma sollicitan-
te serial Nº 378.177, presentada el 26 de junio de 1.964,
30 se describe un procedimiento en el cual el tiempo de en-

7 1 JUL



friamiento en el molde se reduce por la adición, en el momento apropiado, de una bis-amida de ácido graso a las partículas durante la polimerización en suspensión acuosa.

5 Aunque este procedimiento es satisfactorio para reducir el tiempo de enfriamiento, tiene ciertas desventajas. Si la bis-amida no es dispersada a fondo en la suspensión acuosa, entonces se formarán en la fase acuosa aglomerados de la bis-amida. Estos aglomerados, que son de un tamaño similar al de las partículas de polímero, no pueden ser eliminados del producto por tamizado, y por lo tanto adulteran el
10 producto. Cuando las partículas son moldeadas acto seguido, la presencia de los aglomerados de bis-amida provoca la descoloración de la espuma y mala fusión.

15 Sorprendentemente, se ha encontrado ahora que se puede reducir el tiempo de enfriamiento del artículo moldeado que es hecho a partir de las partículas, sin las desventajas antes mencionadas, por la presencia de ciertos monoésteres y monoéteres de polioxietileno cuando las partículas son impregnadas con el agente de expansión.

20 Breve resumen del invento.- De acuerdo con este invento, polímeros vinil-aromáticos son impregnados con agentes de expansión en la presencia de un compuesto seleccionado del grupo que consiste en monoésteres de polioxietileno, monoésteres de polioxietilen-sorbitano y monoéteres
25 de polioxietileno en que dichos compuestos tienen un índice EHL (Equilibrio hidrófilo-lipófilo) de al menos aproximadamente 15.

30 La impregnación puede tener lugar durante la polimerización del monómero vinil aromático después que se haya alcanzado el punto de identidad de glóbulos pero an-

7 JUN 1968



tes de que haya tenido lugar la completa polimerización (impregnación de glóbulo blando), o después de que se haya completado sustancialmente la polimerización de monómero vinil-aromático (impregnación de glóbulo duro).

5 Durante una polimerización en suspensión de glóbulos en agua, las gotitas de monómero individuales tienden a adherirse entre ellas durante la primera parte de la polimerización para formar mayores gotitas. Cuando la polimerización ha avanzado hasta un grado suficiente, las
10 gotitas resultan duras y ya no se solidifican más ni crecen. Esto es denominado el punto de identidad de glóbulo. Este punto variará desde aproximadamente una conversión de 35 a 75% dependiendo del sistema de suspensión del monómero o monómeros, y del grado de agitación.

15 Descripción de los dibujos.- La figura compara, mediante cuadro, un ciclo de moldeo utilizando un poliestireno expandible convencional con un ciclo de moldeo utilizando el producto del invento.

20 Descripción detallada.- Con el fin de proporcionar partículas expandibles que, después del moldeo, producirán una estructura de espuma que tiene un tiempo de enfriamiento corto, la impregnación del agente de expansión dentro de las partículas de polímero se lleva a cabo en la presencia de compuestos que son derivados de polioxialcoholeno. Compuestos que son útiles en el invento son: monoésteres de polioxietilensorbitano de ácidos grasos; monoésteres de polioxietileno de ácidos grasos; y monoéteres de polioxietileno de alcoholes de cadena larga. Los compuestos
25 contienen un promedio desde aproximadamente 15 a 40 moles
30 de óxido de etileno por molécula en el resto polioxietileno.

26.6.1968

1 JUL



Las porciones de ácido graso y de alcohol se derivan de los ácidos y alcoholes que tienen de 10 a 18 átomos de carbono.

Para ser útiles en el procedimiento del invento, los compuestos deben tener un índice EHL de al menos aproximadamente 15. Si el índice EHL está por debajo de aproximadamente 15, entonces no se puede obtener una dispersión homogénea del agente de expansión en los glóbulos, y los glóbulos pueden incluso aglomerarse durante la impregnación debido a la acumulación de agente de expansión en exceso sobre la superficie de los glóbulos. El índice EHL es definido como el equilibrio hidrófilo-lipófilo (véase W.C. Griffin; J. Society Cosmetics Chemists 1, 311, (1949) y Becker; Emulsions, Theory and Practice, 2ª edición, página 233). Aunque el índice EHL puede ser determinado experimentalmente por el procedimiento descrito por Griffin en el artículo antes mencionado, también puede ser calculado utilizando diversas fórmulas. Por ejemplo, $EHL = 20 \left(1 - \frac{S}{A} \right)$ en que S es el índice de saponificación del éster y A es el índice de ácido del ácido. Cuando es difícil obtener buenos datos de índice de saponificación, se utiliza la relación $EHL = \frac{E + P}{5}$ en que E es el porcentaje en peso de contenido de oxietileno y P es el porcentaje en peso de contenido del alcohol polivalente. En productos en los que solo está presente óxido de etileno en la porción hidrófila y, para productos de condensación de alcohol graso y óxido de etileno, la última ecuación puede ser reducida a $EHL = \frac{E}{5}$.

Compuestos apropiados incluyen monoésteres de polioxietilensorbitano de ácidos grasos tales como monolaurato de polioxietilensorbitano, monooleato de polioxietilensorbitano, monopalmitato de polioxietilensorbitano; monoéster-



res de polioxietileno de ácidos grasos tales como monolaurato de polioxietileno, monoestearato de polioxietileno; y monoéteres de polioxietileno tales como polioxietilen-monolauril-éter, polioxietilen-monocetil-éter, y polioxietilen-monocoleil-éter.

Los compuestos de polioxietileno deben ser utilizados en cantidades suficientes para proporcionar una buena dispersión del agente de expansión, de aproximadamente 0,15% en peso basado en el polímero. Por otra parte, cantidades de más de 0,25% en peso no sirven para ninguna finalidad útil.

Quando el compuesto de polioxietileno es añadido durante la polimerización de los glóbulos (impregnación de glóbulo blando), no deberá ser añadido antes de alcanzar el punto de identidad de glóbulo. La adición antes de alcanzar el punto de identidad de glóbulo puede interferir con el sistema de suspensión de glóbulos en incluso puede dar como resultado la aglomeración de las partículas durante la impregnación de los glóbulos con agente de expansión.

La polimerización de monómeros en una suspensión acuosa para producir partículas de polímero es una operación bien conocida. El monómero o la mezcla de monómeros, y un iniciador de radicales libres en la forma de una fase oleosa, son mezclados con agua y calentados. La mezcla es agitada de manera que la fase oleosa esté en la forma de pequeñas gotitas individuales. Después que la polimerización ha avanzado hasta un cierto punto, que varía dependiendo de la naturaleza del monómero o monómeros, las gotitas tienden a hacerse pegajosas de manera que la agitación sola es insuficiente para impedir que las goti-



tas se aglomeren. Por lo tanto, es necesario tener presente un agente de suspensión o estabilizador en la mezcla de polimerización. Ejemplos de agentes estabilizadores apropiados son poli(alcohol vinílico) e hidroxietil celulosa, etc.

5 La temperatura para la polimerización debe ser suficientemente alta para que la polimerización tenga lugar a una velocidad razonable, dependiendo del sistema de catalizador utilizado, estando el margen de temperaturas preferido entre aproximadamente 70 y 120°C.

10 Iniciadores de radicales libres típicos son catalizadores de radicales libres solubles en aceite, tales como peróxido de benzoilo, perbenzoato de ter-butilo, peróxido de lauroilo, y azobisisobutironitrilo.

15 La adición del compuesto de polioxietileno cuando las partículas se han polimerizado completamente (impregnación de glóbulo duro) puede efectuarse a la suspensión acuosa en que las partículas fueron preparadas. Alternativamente, las partículas pueden ser separadas de la suspensión acuosa, por ejemplo con el fin de eliminar cualesquiera partículas
20 de tamaño indeseable por tamizado, antes de la impregnación con agente de expansión, y después pueden ser suspendidas de nuevo en agua.

25 Cuando las partículas son suspendidas de nuevo, se añaden agentes de suspensión al agua para impedir que las partículas se aglomeren a las temperaturas elevadas empleadas durante el procedimiento de impregnación. Sistemas de agentes de suspensión apropiados son, por ejemplo, los descritos en la patente de D'Alelio 2.983.692, tales como fosfato tricálcico en combinación con un agente tensioactivo iónico.
30

La impregnación se lleva a cabo convencionalmente



a temperaturas que oscilan entre aproximadamente 80 y 150°C. El hecho de aumentar las temperaturas hace que la impregnación se desarrolle a una velocidad más rápida.

5 Los agentes de expansión son compuestos que son gases, o que producirán gases al calentar. Agentes de expansión preferidos incluyen hidrocarburos alifáticos que contienen de 1 a 7 átomos de carbono en la molécula, por ejemplo metano, etano, propano, butano, pentano, hexano, heptano, ciclohexano, y sus derivados halogenados que hier-
10 ven a una temperatura por debajo del punto de ablandamiento del polímero.

El presente invento está ilustrado adicionalmente, pero no está limitado, por los siguientes ejemplos en que las partes son partes en peso a menos que se indiquen otra
15 cosa.

Ejemplo I. En un reactor de 11.000 litros se cargaron consecutivamente 100 partes de estireno (4500 kg), 5 partes de resina de poliestireno de bajo peso molecular (punto de ablandamiento 122°C; viscosidad de la solución
20 al 30% en tolueno, 2,3 centistokes), 0,47 partes de peróxido de benzilo, 0,10 partes de perbenzoato de ter-butilo, 102 partes de agua, y 0,10 partes de pirofosfato tetrasódico. La mezcla fué agitada con un mezclador del tipo de impulsión de tres paletas a una velocidad de 65 rpm., fué calen-
25 tada hasta 92°C y fué mantenida a esta temperatura. Aproximadamente 80 minutos después de llegar a 92°C, se añadieron 0,10 partes de hidroxietilcelulosa y la velocidad del impulsor fué aumentada hasta 80 rpm. Entre 5 y 10 minutos después de la adición de la hidroxietilcelulosa,
30 cuando se determinó mediante una muestra que se había con-



vertido en polímero aproximadamente 40% del monómero, se
añadió una suspensión de 0,40 partes de etileno-bis-este-
aramida contenida en estireno (preparada agitando 0,4 par-
tes de amida con 1,5 partes de estireno) y se continuó man-
5 teniendo la temperatura a 92°C durante 360 minutos adicio-
nales. Acto seguido, las partículas fueron impregnadas con
agente de expansión añadiendo 0,20 partes de monolaurato
de polioxietilen-sorbitano, en calidad de estabilizador pa-
ra el agente de expansión, y 8,5 partes de n-pentano a la
10 mezcla de polimerización. La polimerización fué completada
elevando la temperatura hasta 115°C y manteniéndola en este
valor durante 420 minutos. Después de esto, la mezcla fué
enfriada hasta la temperatura ambiente y los gránulos fue-
ron retirados, lavados y secados.

15 Ejemplo II.- Una parte alicuota de los gránulos
preparados en el Ejemplo I fué expandida previamente en un
aparato de expansión previa de Rodman (patente USA 3.023.175)
hasta una densidad de 15,68 g. por litro. Las característi-
cas de los gránulos contra la formación de pellas fueron
20 buenas (1,0%). Los gránulos de poliestireno preparados como
en el ejemplo I, pero sin la adición de etileno-bis-estea-
ramida, se expandieron previamente hasta la misma densidad
pero produjeron una cantidad excesiva (6,0%) de pellas).

25 Las porciones de los gránulos así expandidos pre-
viamente fueron moldeadas a la forma de bloques de espuma
de 500 mm x 500 mm x 300 mm, colocando los gránulos en un
molde convencional que consistía en una cavidad de molde
poroso rodeada por una caja para vapor de agua. Se introdujo
vapor de agua a 2,10 kg/cm² manométricos dentro de la caja
30 para vapor de agua para hacer que los gránulos se expandie-



sen y uniesen entre ellos. Después que se interrumpió la introducción de vapor de agua, se hizo circular agua de refrigeración a través de la caja para vapor de agua. (Tal como se utiliza seguidamente, el término "tiempo de enfriamiento de la espuma" es definido como el tiempo que es necesario hacer circular el agua de refrigeración a 30°C a través de la caja para vapor de agua antes de que el bloque sea auto-soportante y no se expanda cuando sea retirado de la cavidad del molde. Los bloques moldeados a partir de estos gránulos eran auto-soportantes y podían ser retirados del molde después de 1,5 a 2 minutos de tiempo de enfriamiento de la espuma.

Ejemplo III.- Se repitió el ejemplo II excepto que, en lugar de utilizar glóbulos preparados como en el ejemplo I, se empleó un producto comercial fácilmente disponible, F 40 DYLITER de poliestireno expandible. Bloques de 500 mm x 500 mm x 300 mm moldeados a partir del producto comercial requirieron un tiempo de enfriamiento de espuma de 20 a 30 minutos.

Ejemplo IV.- En un recipiente Pfaudler de 440 litros se cargaron sucesivamente 102 partes de agua, 0,1 partes de pirofosfato tetrasódico, 105 partes de estireno, 0,37 partes de peróxido de benzoilo y 0,10 partes de perbenzoato de ter-butilo. La mezcla fué agitada con una velocidad del impulsor de 80 rpm., fué calentada hasta 92°C, y 45 minutos después de que la temperatura llegó a 92°C, o con una conversión de aproximadamente 30% determinada por muestra, se añadieron 0,30 partes de metilo-bis-estearamida en la forma de un polvo seco finamente dividido. Se añadieron 0,10 partes de hidroxietilcelulosa 30 minutos después de la adición de la metileno-bis-estearamida y la velocidad



5 del impulsor aumentó hasta 110 rpm. Después que la polimerización hubo continuado a 92°C durante el tiempo total de 360 minutos, la temperatura fué elevada hasta 115°C durante un total de 240 minutos con el fin de completar la polimerización. El producto de gránulos de polímero fué recuperado desde la mezcla de polimerización, fué lavado, y fué secado en aire. Los gránulos polimerizados fueron suspendidos de nuevo en un recipiente Pfaudler de 440 litros en 100 partes de agua utilizando 0,2 partes de monolaurato de polioxi-etilen-sorbitano y 0,05 partes de hidroxietil celulosa en calidad de agentes de suspensión. Se añadieron 8,0 partes de pentano a la suspensión, y la suspensión fué agitada durante 7 horas a una temperatura entre 90 y 100°C, después de lo cual la suspensión fué enfriada hasta 40°C y el producto de gránulos de polímero, que contenía el pentano dispersado, fué recuperado, lavado y secado en aire. Los gránulos de producto tenían buenas propiedades contra la formación de pellas (2% de pellas) en la expansión previa. Los bloques moldeados a partir de los gránulos de acuerdo con el procedimiento indicada en el Ejemplo II dieron un tiempo de enfriamiento de espuma de 3 a 4 minutos.

15
20
25
30
Ejemplo V.- En un reactor equipado con un impulsor de tres paletas se cargaron consecutivamente 100 partes de monómero de estireno, 0,35 partes del catalizador que comprendía 0,30 partes de peróxido de benzoilo y 0,05 partes de perbenzoato de ter-butilo, 102 partes de agua y 0,10 partes de pirofosfato tetrasódico. La mezcla fué agitada por un impulsor de tres paletas a una velocidad de 65 rpm, fué calentada hasta 92°C y fué mantenida a esta temperatura. 80 minutos aproximadamente después de llegar a 92°C, se añadieron 0,10 partes de hidroxietil celulosa y la velocidad del



impulsor fué aumentada hasta 80 rpm. La temperatura fué mantenida a 92°C durante 360 minutos adicionales, momento en el cual se determinó mediante muestra que aproximadamente 90% del monómero se había convertido en polímero. Acto seguido, se añadieron a la suspensión 0,20 partes de mono-
5 laurato de polioxietilen-sorbitano que contenía un promedio de 20 moles de óxido de etileno por molécula y que tenía un índice EHL de 16,7, después de lo cual comenzó la adición del agente de expansión, 8,5 partes de n-pentano.
10 La adición del pentano se realizó durante 120 minutos, después del cual tiempo la polimerización fué completada aumentando la temperatura hasta 115°C y manteniéndola en este valor durante 420 minutos. Después de esto, la mezcla fué enfriada hasta la temperatura ambiente y los gránulos
15 fueron separados con centrífuga, fueron lavados con agua, y fueron secados con aire a la temperatura ambiente.

Ejemplo VI.- Una parte alicuota de los gránulos preparados en el ejemplo V, fué expandida previamente en un aparato de expansión previa Rodman (patente USA 3.023.175)
20 hasta una densidad de 17,6 g. por litro.

Porciones de los gránulos expandidos previamente de esta manera fueron moldeadas a la forma de bloques de espuma de 500 mm x 500 mm x 300 mm colocando los gránulos en un molde anular no perforado soportado sobre una caja
25 para vapor de agua perforada verticalmente movable. La caja fué elevada hasta que el molde se apretaba fuertemente contra el fondo de otra caja para vapor de agua perforada. Se introdujo vapor de agua a 2,10 kg/cm² manométricos dentro del molde para hacer que los gránulos se expandiesen y se unieran entre ellos. Después que se inte-
30

26.6.1968



5 rrumpió la introducción de vapor de agua, se hizo circular agua de refrigeración a través de la caja para vapor de agua. Los bloques moldeados a partir de estos gránulos eran auto-soportantes y podían ser retirados del molde después de un tiempo de enfriamiento de espuma de 6 minutos, tal como se define en el Ejemplo II.

Ejemplo VII.- Con el fin de ilustrar el procedimiento del invento utilizando una impregnación de glóbulos duro, se llevó a cabo el siguiente procedimiento:

10 En un reactor equipado con un impulsor de tres paletas, se añadieron, en el siguiente orden, 100 partes de agua, 1 parte de fosfato tricálcico, 0,01 partes de Nacco-
15 nol 90-F (dodecibenceno sulfonato de sodio), 0,2 partes de monolaurato de polioxietilen sorbitano, que contenía un promedio de 20 moles de óxido de etileno por molécula y que tenía un índice EHL de 16,7, 100 partes de glóbulos de poliestireno DYLENE-8 (una marca comercial de poliesti-
20 reno), que tenía un tamaño de partículas que pasaban predominantemente a través del tamiz de 16 mallas y quedaba sobre el de 25 mallas de U.S. Standard Sieve. La mezcla fué agitada a 110 rpm y fué calentada durante 85 minutos hasta 90°C, momento en que se inició la adición de 9,2 partes del agente de expansión, n-pentano. La adición de pentano se realizó durante 180 minutos a 90°C, después del cual tiempo la
25 temperatura fué elevada hasta 110°C, y fué mantenida en 110°C durante 180 minutos. La suspensión fué enfriada hasta la temperatura ambiente y fué acidificada hasta un pH de 1,4 con HCl. Los glóbulos fueron separados de la fase acuosa con centrífuga, fueron lavados con agua, y fueron
30 secados en aire a la temperatura ambiente. Los glóbulos



fueron expandidos previamente de acuerdo con el procedimiento del ejemplo II hasta una densidad de 22,08 g. por litro. Partes alicuotas de los glóbulos previamente expandidos fueron moldeadas a la forma de bloques de espuma de 500 x 500 x 300 mm, que tenían buena fusión y que eran auto-sopor-
5 tantes, y podían ser retirados del molde después de un tiempo de enfriamiento de espuma de 12,5 minutos.

Ejemplo VIII.- En un reactor equipado con un impulsor de tres paletas se cargaron, en la siguiente sucesión:
10 100 partes de agua, los agentes de suspensión, 0,94 partes de fosfato tricálcico y 0,013 partes de Nacconol NRSE (dodecil benceno sulfonato de sodio), 100 partes de glóbulos de poliestireno DYLENE-8 (una marca comercial de poliestireno), que tenían un tamaño de partícula que pasaba predominantemente a través del tamiz de 16 mallas y quedaba sobre el tamiz de 25 mallas de US STANDARD SIEVE. La mezcla fué agitada a 110 rpm, y fué calentada durante 85 minutos a 90°C, momento en el que se inició la adición de 9,2 partes del agente de expansión, n-pentano. La Adición de pentano se realizó en 180 minutos a 90°C, después del cual tiempo la temperatura fué elevada hasta 110°C durante 30 minutos, y fué mantenida a 110°C durante 180 minutos. La suspensión fué enfriada hasta la temperatura ambiente y fué acidificada hasta un pH de 1,4 con HCl. Los glóbulos fueron separados con centrífuga desde la fase acuosa, fueron lavados con agua, y fueron secados en aire a la temperatura ambiente. Los glóbulos fueron expandidos previamente de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo II hasta una densidad de 21,6 g. por litro. Partes alicuotas de los glóbulos previamente
15
20
25
30 expandidos fueron moldeadas a la forma de bloques de espuma



de 500 x 500 x 300 mm que tenían buena fusión, pero que eran autosoportantes, y que podían ser retirados del molde solo después de un tiempo de enfriamiento de espuma de 25 a 30 minutos.

5 Ejemplo IX.- Se repitió el procedimiento del Ejemplo VII utilizando, en lugar del monolaurato de polioxietilen sorbitano, 0,15 partes de monoestearato de polioxietileno que tenía un índice EHL de 17,9 y un contenido medio de óxido de etileno de 50 moles por molécula. Los bloques
10 de espuma, moldeados a partir de los glóbulos impregnados de acuerdo con el procedimiento del ejemplo II, tenían un tiempo de enfriamiento de espuma de 10 minutos.

Ejemplo X.- Se repitió el procedimiento del ejemplo VII utilizando, en lugar del monolaurato de polioxietilen-sorbitano, polioxietilenmonotridecil-éter que tenía
15 un índice EHL de 15,4 y un contenido medio de óxido de etileno de 15 moles por molécula. Glóbulos impregnados de acuerdo con este procedimiento fueron expandidos previamente y moldeados de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo
20 II. Los bloques de espuma tenían un tiempo de enfriamiento de espuma de 14 minutos.

Ejemplo XI.- Se repitió el procedimiento del Ejemplo V utilizando, en lugar del monolaurato de polioxietilen-sorbitano, monoestearato de polioxietileno que tenía un
25 contenido medio de óxido de etileno de 8 moles por molécula y un índice EHL de 11,1. Durante la adición del n-pentano, las partículas del polímero se aglomeraron a la forma de pellas haciéndolo inapropiado para moldeo.

 De acuerdo con este invento, se pueden preparar
30 una variedad de homopolímeros y copolímeros termoplásticos



expandibles que se derivan de monómeros vinil-aromáticos, incluyendo estireno, divinilbenceno, viniltolueno, isopropilestireno, alfa-metilestireno, dimetil-estirenos nucleares, cloroestireno, vinilnaftaleno, etc., así como

5 polímeros preparados por la copolimerización de un monómero vinil aromático con monómeros tales como butadieno, metacrilatos de alcoholilo, acrilatos de alcoholilo y acrilonitrilo, en que el monómero vinil aromático está presente en al menos 50% en peso. Por razones de conveniencia, estos

10 polímeros son citados aquí como polímeros de estireno.

La producción de artículos que tienen una estructura polimérica espumada implica generalmente un ciclo de moldeo que incluye calentar previamente el molde, cargar

15 el molde con partículas poliméricas expandibles, calentar los gránulos dentro del molde, y acto seguido enfriar la estructura espumada resultante hasta una temperatura a la que el material es auto-soportante y retendrá su forma. El tiempo consumido en un ciclo de moldeo típico realizado tal como anteriormente, se divide de la siguiente manera.

20 El calentamiento previo requiere aproximadamente 16% del tiempo del ciclo; el llenado del molde requiere aproximadamente 6% del ciclo; el calentamiento de los gránulos poliméricos requiere aproximadamente 2% del ciclo; y el enfriamiento del artículo acabado de manera que pueda ser

25 retirado del molde requiere aproximadamente 76% del tiempo.

Por práctica de este invento se pueden producir gránulos poliméricos expandibles que permiten efectuar una asombrosa reducción de la porción del ciclo de moldeo necesaria para enfriar el artículo acabado. El tiempo de

30 enfriamiento es reducido hasta aproximadamente una quinta



parte a una mitad del requerido utilizando los gránulos
de polímero expandible convencionales. Como permanecen igua-
les los tiempos de calentamiento previo, de llenado del
molde y de calentamiento de los gránulos, se reduce gran-
5 damente el tiempo del ciclo de moldeo global. Esto signi-
fica que utilizando el producto del invento se puede produ-
cir aproximadamente el doble de artículos a partir de la
misma pieza de equipo de moldeo en un periodo de tiempo
dado comparado con la producción de artículos por utiliza-
10 ción de los polímeros expandibles hasta ahora conocidos.
Los ahorros de tiempo de ciclo de moldeo que se han posi-
bles por este invento están demostrados en los dibujos.

La presente solicitud que corresponde a la pre-
sentada en Estados Unidos de América, con fecha 31 de julio
15 de 1.967, bajo el Nº 657.360, se acoge a los beneficios
del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Indus-
trial.

N O T A

20 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
25 los siguientes:

1.- Un procedimiento para preparar partículas
de polímero de estireno expandible que comprende suspender
dichas partículas en un medio acuoso, e impregnar un agen-
te de expansión en dichas partículas en la presencia de
30 un compuesto seleccionado del grupo que consiste en mono-
ésteres de polioxietileno de ácidos grasos, monoésteres



de polioxietilen sorbitano de ácidos grasos y monoésteres de polioxietileno de alcoholes grasos, en que dichos compuestos tienen un índice EHL de al menos aproximadamente 15.

5 2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en que dicho compuesto tiene un contenido medio de óxido de etileno por molécula de aproximadamente 15 a 40 moles.

10 3.- El procedimiento de la reivindicación 1, en que la porción de ácido graso o de alcohol graso comprende los ácidos grasos y alcoholes grasos que contienen de 10 a 18 átomos de carbono.

 4.- El procedimiento de la reivindicación 1, en que dicho compuesto está presente en una cantidad desde aproximadamente 0,15 hasta 0,25% en peso basado en el peso de dichas partículas.

15 5.- El procedimiento de la reivindicación 1, en que la impregnación tiene lugar antes del momento en que dichas partículas se han polimerizado de forma sustancialmente completa.

20 6.- El procedimiento de la reivindicación 1, en que el agente de expansión es un hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 7 átomos de carbono en la molécula, que hierve por debajo del punto de ablandamiento del polímero.

25 7.- Un procedimiento para preparar partículas de polímero de estireno expandible.



Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

La presente memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 1 JUL. 1968

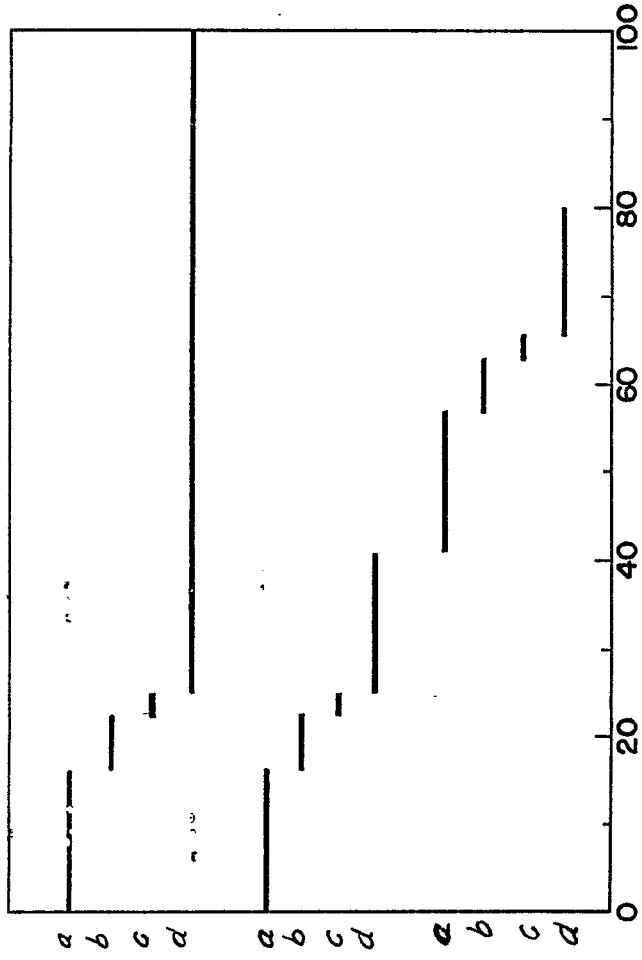
P.A.

Alberto de Elizaga
Por Poder



LEYENDAS DE LOS DIBUJOS

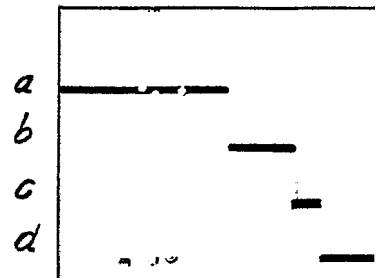
- 1 - Poliestireno convencional
 - a. Precalentamiento
 - b. Adición
 - c. Calentamiento
 - d. Enfriamiento
- 2 - Producto de la invención
- 3 - % en tiempo del ciclo de moldeo usando poliestireno convencional.



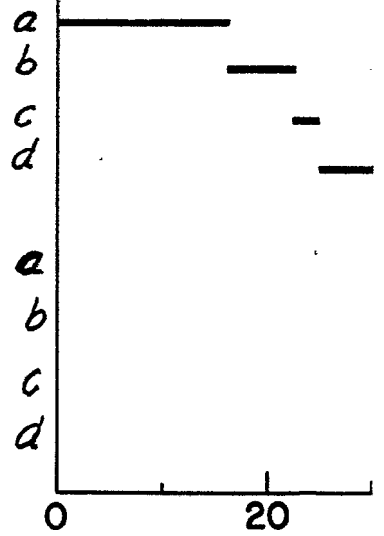
S

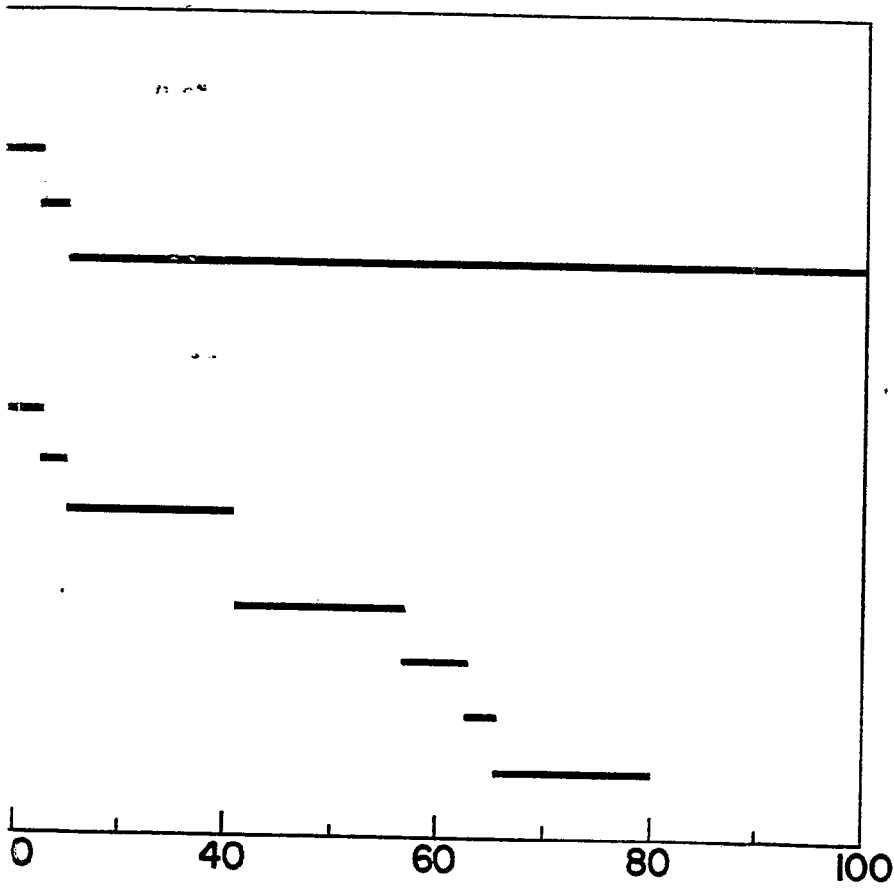
Handwritten signature

1



2





3

Handwritten signature or initials.