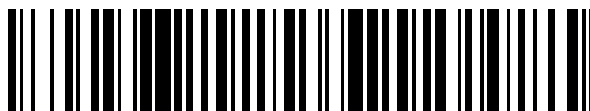


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 420 406**

51 Int. Cl.:

C08F 259/08 (2006.01)

C08F 290/00 (2006.01)

C08L 51/00 (2006.01)

C09D 151/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.01.2006 E 06703605 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.05.2013 EP 1861437**

54 Título: **Partícula de suspensión que comprende un polímero de tetrafluoroetileno y procedimiento de fabricación del mismo**

30 Prioridad:

10.03.2005 KR 20050019972

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

23.08.2013

73 Titular/es:

**PARK, JI-HO (100.0%)
501-1002 Hyojachon Samhwan Apt. Seohyeon 2-
dong
Bundang-gu, Seongnam 463-765, KR**

72 Inventor/es:

PARK, JI-HO

74 Agente/Representante:

TEMIÑO CENICEROS, Ignacio

ES 2 420 406 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Partícula de suspensión que comprende un polímero de tetrafluoroetileno y procedimiento de fabricación del mismo.

5 [Campo Técnico]

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un polímero de suspensión que comprende un polímero de tetrafluoroetileno (en lo sucesivo en este documento, denominado como "PTFE"), y más específicamente, a un procedimiento de fabricación de polvos o gránulos producidos mediante polimerización en suspensión acuosa de un monómero basado en estireno, o un monómero acrílico, o un monómero mixto de los mismos en presencia de en presencia de PTFE.

[Técnica Antecedente]

15 Se han usado plásticos técnicos, tales como ABS/PC, PC, PBT, Noryl, nylon como diversos materiales para electrodomésticos y eléctricos. En caso de usar dichos productos, se considera importante la piroresistencia de los productos cuando se produce un incendio. Entre ellos, es particularmente problemático el fenómeno de goteo, en el que una porción de los productos fundidos gotea con las llamas. Para evitar el fenómeno de goteo, concretamente para proporcionar una propiedad antigoteo, se han desarrollado diversos procedimientos. Uno de ellos es en el que se usa PTFE como aditivo piroretardante antigoteo.

En plantas industriales, principalmente se ha usado un procedimiento de amasado de forma sencilla de polvos de PTFE en plásticos técnicos. Sin embargo, en caso de un uso directo del PTFE con los productos, la dispersabilidad es deficiente. Por lo tanto, se han desarrollado muchos procedimientos para mejorar la dispersabilidad del PTFE. Para mejorar la dispersabilidad del PTFE, se han desarrollado polvos que contienen PTFE.

El documento EP-A-0.166.187 desvela una composición en polvo que contiene PTFE. El polvo se obtiene mezclando dispersoides de poli(tetrafluoroetileno), y un látex de polímero de injerto, por ejemplo, un látex de polímero de injerto de acrilonitrilo-butadieno-estireno, desalando, filtrando y después secando la mezcla. Sin embargo, el polvo obtenido por co-precipitación o co-desalación abarca el problema de que tiene tendencia a la auto-adhesión. En particular, cuando el contenido en PTFE es alto, por ejemplo, el PTFE está contenido en una cantidad del 25% en peso o más en base al peso total de la composición, la condición empeora. Como resultado, puesto que el polvo no fluye libremente, es difícil de manipular y almacenar.

35 La patente de Estados Unidos Nº 5.804.654 desvela un polvo que contiene polímero de tetrafluoroetileno obtenido mediante polimerización en emulsión de una mezcla de monómero de acrilonitrilo y de estireno en presencia de un látex polimérico de tetrafluoroetileno y encapsulación del polímero de tetrafluoroetileno. En la patente anterior, puesto que el polvo que contiene polímero de tetrafluoroetileno puede obtenerse en forma de un polvo que fluye libremente, no hay auto-adhesión de polvos. Sin embargo, un proceso de este tipo es complicado, puesto que comprende la polimerización en emulsión de tetrafluoroetileno para obtener en primer lugar un látex de PTFE, la adición de monómeros al látex de PTFE obtenido, la polimerización de una mezcla resultante para obtener en segundo lugar un producto de látex, y la desalación del producto de látex obtenido para agrandar las partículas con el fin de usar el látex resultante en forma de polvo.

45 Se conoce otro procedimiento usando polimerización en emulsión a partir del documento US 2004/0176554 A1. El documento GB 952,452 A muestra una etapa de polimerización en base a una emulsión que se expone a radiación UV o γ . Se conocen polvos adicionales a partir del documento JP 58209752, EP 0 393 480 A1 y FR 2.733.503 A1.

Sin embargo, todavía existe la necesidad de un procedimiento que pueda obtener de forma sencilla un polvo que contenga PTFE.

Por consiguiente, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento más sencillo para la fabricación de un polvo polimérico antigoteo que contiene PTFE que proporcione una alta piroretardancia.

55 Este problema técnico se resuelve mediante el procedimiento de la reivindicación 1.

Los presentes inventores han descubierto que los objetos anteriores pueden realizarse mediante polimerización en suspensión de un monómero basado en estireno, o un monómero acrílico, o un monómero mixto de los mismos en presencia de PTFE.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para la polimerización en suspensión de un monómero basado en estireno, o un monómero acrílico, o un monómero mixto de los mismos en presencia de PTFE para obtener un polvo que comprende PTFE.

5

Como partículas poliméricas de tetrafluoroetileno se usan poli(tetrafluoroetileno), copolímero de tetrafluoroetileno-hexafluoroetileno y copolímero de tetrafluoroetileno con una menor cantidad de monómero etilénicamente insaturado que puede copolimerizarse con tetrafluoroetileno. Se conocen estos polímeros, y se encuentran, entre otros, en Vinyl and related polymers? Schidknecht, John Wiley & Sons, Inc., Nueva York, 1952, páginas 484-494 y

10 ^{5/} fluoropolymers" Woll, Wiley-Interscience. John Wiley & Sons, Inc., Nueva York, 1972. Preferiblemente, puede usarse poli(tetrafluoroetileno).

En la presente invención, el PTFE puede usarse en un sistema de polimerización en suspensión en forma de polvos finos, suspensiones, látex .

15

En una realización de acuerdo con la presente invención, el PTFE puede usarse en forma de partículas finas secas. En este caso, las partículas finas pueden introducirse directamente en un sistema de reacción en presencia o ausencia de monómeros polimerizados.

20 En otra realización de acuerdo con la presente invención, el PTFE puede usarse en forma de partículas dispersas en un disolvente. El disolvente es preferiblemente un disolvente polar que tiene una buena compatibilidad con el agua que se usa en polimerización en suspensión, y es más preferiblemente agua. En una realización de la presente invención, el PTFE disperso en agua se prepara mediante polimerización acuosa en suspensión, y después puede introducirse en el sistema de reacción de la presente invención.

25

En otra realización de la presente invención, el PTFE puede usarse en forma de látex. Generalmente, se prepara látex de PTFE de tal forma que tenga del 20 al 80% en peso de contenido sólido. El látex de PTFE puede prepararse mediante polimerización por lotes, semicontinua o continua. No hay limitaciones específicas con respecto al procedimiento de preparación del látex de PTFE.

30

En la presente invención, los PTFE están disponibles en el mercado a partir de diversos fabricantes. Por ejemplo, están disponibles en el mercado JF-4DC, que contiene aproximadamente el 60% de PTFE (de Zhejiung Jusheng Fluorochemical Co., Ltd.) y FR301B (de Shanghai 3F New Materials Co., Ltd.).

35 En la presente invención, el PTFE preferiblemente tiene un tamaño de partícula medio de 0,005 a 500 μm en pro de la propiedad de dispersabilidad y antigoteo de los productos finales. Más preferiblemente, el PTFE tiene un tamaño de partícula medio de 0,1 a 40 μm . En el caso en el que las partículas de PTFE sean demasiado grandes, una dispersión de las partículas es deficiente, y en el caso de que las partículas de PTFE sean demasiado pequeñas, el efecto antigoteo empeora.

40

En esta realización de la presente invención, cuando el tamaño de partícula del PTFE a usar es pequeño, es preferible usar PTFE en forma de látex, y cuando el tamaño de partícula del PTFE a usar es grande, es preferible usar PTFE en forma de partículas finas o partículas dispersas. En una realización de la presente invención, las partículas finas pueden obtenerse en diversos tamaños controlando las condiciones de desalado del látex de PTFE.

45 Cuando un diámetro de partícula medio de las partículas finas es grande, las partículas finas pueden usarse después de pulverizarlas por medio de un molino o un molino de bolas. No hay limitaciones específicas con respecto al molino o el molino de bolas.

En la presente invención, el polímero que puede obtenerse por medio de polimerización en suspensión en presencia de PTFE es un polímero producido mediante la polimerización de un monómero basado en estireno que contiene o no una pequeña cantidad de monómero copolimerizable etilénicamente insaturado, un monómero acrílico o un monómero mixto del mismo. Un ejemplo del polímero basado en estireno incluye poliestireno, poli(a-alkilestireno), por ejemplo poli-a-metilestireno, poli-a-etilestireno, poli-a-propilestireno, poli-a-butilestireno, poli-p-metilestireno, poliestireno halogenado y similares. Un ejemplo del polímero acrílico incluye polímero de acrílo, tal como poliacrilonitrilo, polimetacrilonitrilo, poli(acrilato de alquilo), tal como poli(acrilato de metilo), poli(acrilato de etilo), poli(acrilato de propilo) y poli(acrilato de butilo), poli(metacrilato de alquilo), tal como poli(metacrilato de metilo), poli(metacrilato de etilo), poli(metacrilato de propilo) y poli(metacrilato de butilo), polibutadieno, poli(acetato de vinilo), poli(cloruro de vinilo), poli(cloruro de vinilideno), poli(fluoruro de vinilideno), poli(alcohol vinílico), y una mezcla de los

mismos.

En una realización preferida de la presente invención, el polímero que puede obtenerse por medio de polimerización en suspensión en presencia de PTFE es preferiblemente poliestireno, poli(a-alquilestireno), particularmente poli(a-metilestireno), polímero de vinilo, particularmente poli(cloruro de vinilo), poli(acetato de vinilo) y poli(metilacrilato).

En otra realización preferida de la presente invención, el copolímero que puede obtenerse por medio de polimerización en suspensión en presencia de PTFE preferiblemente incluye un copolímero de estireno, acrilato de alquilo, metacrilato de alquilo, cloruro de vinilo y otro monómero, tal como monómero de acrilonitrilo, metacrilonitrilo, alquilo metacrilonitrilo o acrilato de alquilo, y polímero injertado, por ejemplo polibutadieno, policloropreno o estireno-butadieno, por ejemplo caucho de copolímero de acrilonitrilo-butadieno, caucho de acrilato de alquilo, caucho de estireno-butadieno, caucho de EPDM o caucho de silicona.

En la presente invención, el copolímero que puede obtenerse mediante polimerización en suspensión en presencia de PTFE es más preferiblemente copolímero de estireno-acrilonitrilo (SAN) y copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), copolímero de a-alquil-estireno-acrilonitrilo, particularmente copolímero de a-metilestireno-acrilonitrilo (AMSAN), caucho de estireno-butadieno (SBR), y una mezcla de los mismos. El copolímero es mucho más preferiblemente copolímero de estireno-acrilonitrilo.

En la presente invención, la proporción en peso del monómero que se va a polimerización en suspensión en presencia de PTFE debe controlarse por el bien de la estabilidad del sistema de polimerización en suspensión. En la práctica de la presente invención, la proporción en peso del PTFE con respecto al monómero que se va a polimerizar en suspensión en presencia de PTFE es preferiblemente de 0,001:99,999 a 9:1. La proporción en peso del PTFE con respecto al monómero que se va a polimerización en suspensión en presencia de PTFE es más preferiblemente de 2:8 a 8:2. En la práctica de la presente invención, cuando la proporción de PTFE es demasiado alta, la dispersabilidad se vuelve deficiente, por el contrario, cuando la proporción de PTFE es demasiado baja, no hay problema con respecto a la reacción de polimerización, pero se deteriora la eficiencia económica.

En la presente invención, el momento cuando el PTFE se introduce en el sistema de reacción en suspensión puede controlarse por el bien de la estabilidad del sistema de polimerización en suspensión. En principio, el PTFE puede introducirse en el sistema de reacción únicamente durante la polimerización en suspensión. Preferiblemente, el PTFE se introduce en el sistema de reacción durante la primera mitad del ciclo de polimerización para un sistema de reacción en suspensión estable. Un modo de introducción del monómero puede ser por lotes o semicontinua. El PTFE se introduce más preferiblemente antes del comienzo de la polimerización.

En la presente invención, puede usarse un iniciador de polimerización para polimerizar un monómero o una mezcla de monómeros. El monómero iniciador de polimerización puede ser al menos un iniciador de la polimerización seleccionado entre el grupo que consiste en peróxidos orgánicos, un compuesto nitrilo basado en azo, un compuesto de amizina acíclica basado en azo, un compuesto de amizina cíclica basado en azo, un compuesto de amida basado en azo, un compuesto de alquilo basado en azo y compuesto de éster basado en azo. Un ejemplo de los peróxidos orgánicos incluye específicamente peróxido de benzoílo, peróxido de o-clorobenzoílo, peróxido de o-metoxibenzoílo, peróxido de lauroílo, peróxido de octanoílo, peróxido de metiletilceto, peroxidicarbonato de diisopropilo, hidroperóxido de cumeno, peróxido de ciclohexanona, hidroperóxido de t-butilo, hidroperóxido de diisopropilbenceno. Estos peróxidos orgánicos pueden usarse solos o en cualquier combinación de los mismos.

Un ejemplo de los iniciadores de la polimerización basados en azo incluye un compuesto de nitrilo basado en azo, por ejemplo 2,2'-azobisisobutiónitrilo (AIBN), un compuesto de amizina acíclica basado en azo, por ejemplo diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-metil-N-fenil-propionamizina), diclorhidrato de 2,2'-azobis[N-(4-clorofenil)-2-metilpropionamizina], un compuesto de amida basado en azo, por ejemplo 2,2'-azobis 2-metil-N-2,2'-[1,1-bis(hidroxiometil)-2-hidroxi-etil]propionamida, 2,2'-azobis[2-metil-N-(2-hidroxi-etil)propionamida], un compuesto de alquilo basado en azo, por ejemplo 2,2'-azobis (2,4,4-trimetilpentano), 2,2'-azobis(2-metilpropina), compuestos de éster basados en azo, por ejemplo dimetil-2,2'-azobis(2-metil-propionato). Estos iniciadores de la polimerización basados en azo pueden usarse solos o en cualquier combinación de los mismos.

En la presente invención, el iniciador de la polimerización puede usarse en forma solubilidad en el monómero o una mezcla del monómero usado en la polimerización. El iniciador de la polimerización se usa preferiblemente en una cantidad de 0,001 partes en peso con respecto a 5,0 partes en peso en base a las 100 partes en peso del monómero que se va a polimerizar en suspensión. La adición del iniciador de la polimerización se realiza mediante procedimientos conocidos.

Para el procedimiento de preparación de la presente invención, se añade preferiblemente un estabilizador de la dispersión a la suspensión (líquido de reacción) para estabilizar la suspensión, si es necesario. Un ejemplo del estabilizador de dispersión incluye específicamente polímeros solubles en agua, tales como alcohol polivinílico, 5 gelatina, tragacanto, almidón, metilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, poliacrilato sódico, polimetacrilato sódico o materiales inorgánicos que son difíciles de solubilizar en agua, tales como pirofosfato sódico, hidroxapatita, metilcelulosa, fosfato cálcico, pirofosfato de magnesio, pirofosfato sódico. Son más preferibles agentes dispersantes inorgánicos poco solubles. El estabilizador de la dispersión se usa preferiblemente en una cantidad del 0,01 al 29% en peso, más preferiblemente del 0,1 al 20% en peso en peso al peso total del monómero. 10 Pueden obtenerse partículas en un cierto intervalo ajustando la cantidad de estabilizadores de dispersión en el intervalo anterior. Además, la adición del estabilizador de la dispersión se realiza mediante procedimientos conocidos en la técnica.

El tamaño de las partículas finales afecta a su dispersión durante la recuperación y la mezcla. Por consiguiente, el tamaño medio de las partículas que contienen PTFE está en el intervalo de 0,01 a 20 μm , más preferiblemente en un intervalo de 0,2 a 5 μm . Cuando el tamaño medio de las partículas es demasiado pequeño, es difícil filtrar y recuperar las polimerizaciones en suspensión, y cuando el tamaño medio es demasiado grande, la dispersabilidad empeora.

Para estabilizar un sistema de dispersión, puede usarse adicionalmente un auxiliar de dispersión en la presente invención. Pueden usarse tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, tensioactivos anfotéricos, tensioactivos no iónicos como el auxiliar de dispersión. Un ejemplo de tensioactivos aniónicos incluye específicamente sales de metales alcalinos de aceite de ácidos grasos, tales como oleato sódico, aceite de ricino, sales de éster sulfato de alquilo, tales como laurilsulfato sódico, laurilsulfato amónico, sulfonato de alquilbenceno, tal como sulfonato de dodecil benceno sódico, sulfonato de alquil naftaleno, sulfonato de alquilo, sulfosuccinato de dialquilo, éster fosfato de alquilo, condensado de ácido naftalen sulfónico-formaldehído, éster sulfato de polioxietilenoalquilfeniletilo, éster sulfato de polioxietileno-alquilo. Un ejemplo de los tensioactivos catiónicos incluye específicamente sales alquil amina, tales como acetato de laurilamina, acetato de estearilamina, sales de amonio cuaternario, tales como cloruro de lauriltrimetilamonio. Un ejemplo de los tensioactivos anfotéricos incluye específicamente óxido de laurildimetilamina. Un ejemplo de los tensioactivos no iónicos incluye específicamente polioxietilenoalquiléter, polioxietilenoalquilfeniléter, éster de polioxietileno de ácidos grasos, éster de sorbitán de ácidos grasos, éster de polioxisorbitán de ácidos grasos, polioxietileno alquilamina, éster de glicerina de ácidos grasos, copolímero en bloque de oxietileno-oxipropileno. El auxiliar de dispersión se usa preferiblemente en una cantidad de 0,003 a 5,0 partes en peso en base a 100 partes en peso del agua.

Para la polimerización en suspensión de la presente invención, es posible controlar la cantidad de fase orgánica, concretamente el contenido sólido después de la polimerización en suspensión para realizar un sistema de dispersión más estable. El contenido sólido del polímero en suspensión final es preferiblemente del 5 al 80% en peso. Cuando el contenido de los dispersantes finales es menor del 5% en peso, es difícil mantener la eficiencia económica, y cuando es mayor del contenido, es difícil lavar los recipientes de reacción.

Una temperatura de polimerización adecuada de la polimerización en suspensión está en el intervalo de 10 °C a 250 °C, mucho más preferiblemente de 30 °C a 150 °C. Además, preferiblemente, la polimerización en suspensión se realiza en una atmósfera inerte, tal como gas nitrógeno. La agitación durante la polimerización en suspensión se realiza preferiblemente por medio de cualquiera aparato que pueda agitar el líquido de reacción vigorosamente con el fin de evitar un agrandamiento o una adhesión de las partículas que contienen PTFE resultantes. Un ejemplo específico del agitador incluye un agitador denominado de alta velocidad, tal como un mezclador en línea, un homomezclador. Puesto que el diámetro de las partículas puede controlarse por la polimerización en suspensión, es posible obtener partículas que contienen PTFE que tienen un diámetro de partículas uniforme, concretamente una 50 distribución estrecha del tamaño de las partículas. Además, es posible añadir y combinar a la suspensión de acuerdo con la presente invención, si es necesario, cualquier aditivo convencional que no tenga un efecto adverso a la polimerización, por ejemplo colorantes, tales como tintes o pigmentos, plastificantes, estabilizadores de la polimerización, expansores fluorescentes, polvos magnéticos, absorbedores de UV, agentes antiestáticos, piroretardantes.

No hay limitaciones específicas con respecto a un procedimiento de extracción para extraer las partículas que contienen PTFE a partir de las suspensiones, pero se usan un procedimiento de filtración y un procedimiento usando un separador, tal como un centrifugador. Después de extraer las partículas de la suspensión, las partículas resultantes se lavan y se secan si es necesario. Además, no hay limitaciones específicas con respecto a la

temperatura de secado o el procedimiento de secado. El contenido en agua de las partículas que contienen PTFE de la presente invención es del 10% o menor, preferiblemente del 7% o menor, más preferiblemente del 5% o menor, incluso más preferiblemente del 3%. El contenido en agua después del secado se determina por reducción en peso antes y después del secado.

5

En la presente invención, el polvo producido puede usarse como aditivos pirorretardantes antigoteo después del secado. El secado puede realizarse por medio de un secador convencional, tal como un secador de aire caliente, un secador fluidizado, un secador de vacío. En la presente invención, el polvo seco puede mezclarse con plásticos técnicos. El amasado puede realizarse por medio de un mezclador convencional, tal como un tambor, un mezclador un V, un mezclador giratorio. En una realización de la presente invención, el producto amasado puede extraerse por medio de una extrusora convencional, tal como una extrusora monohusillo o una extrusora de doble husillo. No hay limitaciones específicas con respecto al procedimiento de extrusión.

[Efectos Ventajosos]

15

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para la fabricación de un polvo que contiene PTFE usando polimerización en suspensión. Además, de acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para la fabricación del polvo que comprende PTFE mediante polimerización en suspensión de un monómero basado en estireno, o un monómero acrílico, o un monómero mixto de los mismos en presencia de PTFE.

Adicionalmente, se proporciona un polvo que comprende PTFE obtenido mediante polimerización en suspensión de un monómero o una mezcla monomérica en presencia de PTFE. El polvo puede usarse como un aditivo antigoteo de pirorretardantes.

[Modo para la Invención]

25

Polimerización en suspensión

Ejemplo 1

Se introdujeron 27 kg de estireno, 3 kg de acrilonitrilo y 210 g de peróxido de benzoílo en un reactor que contenía 75 kg de agua desionizada y 50 kg de L-Teflon (disponible en el mercado con el nombre comercial de FR 301B; contenido sólido: 60%), y la mezcla se agitó. A la mezcla agitada se le añadieron 1,2 kg de hidroxiapatita y 80 g de alquilbencenosulfonato sódico y se agitó a 300 RPM. El contenido del reactor se calentó a 75 °C, se mantuvo a esta temperatura durante 7 h, después se calentó a 120 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 3 h, finalizando de esta manera la polimerización de los compuestos. La fase acuosa se eliminó para proporcionar perlas uniformes que tenían un diámetro medio de 1,1 mm. Las perlas obtenidas se secaron usando un termoventilador.

Ejemplo 2

Se introdujeron 27 kg de estireno, 3 kg de acrilonitrilo y 210 g de peróxido de benzoílo en el reactor que contenía 75 kg de agua desionizada y 50 kg de L-Teflon (disponible en el mercado con el nombre comercial de FR 301B; contenido sólido: 60%), y la mezcla se agitó. A la mezcla agitada se le añadieron 78 g de alcohol polivinílico (Dongyang steel chemical Co., Ltd.) y 80 g de alquilbencenosulfonato sódico y se agitó a 400 RPM. El contenido del reactor se calentó a 75 °C, se mantuvo a esta temperatura durante 7 h, después se calentó a 120 °C y se mantuvo durante 3 h, finalizando de esta manera la polimerización de los compuestos. La fase acuosa se eliminó para proporcionar perlas uniformes que tenían un diámetro medio de 0,8 µm. Las perlas obtenidas se secaron usando un termoventilador.

Ejemplo 3

50

Se introdujeron 21 kg de estireno, 9 kg de acrilonitrilo y 210 g de peróxido de benzoílo en el reactor que contenía 75 kg de agua desionizada y 50 kg de L-Teflon (disponible en el mercado con el nombre comercial de FR 301B; contenido sólido: 60%), y la mezcla se agitó. A la mezcla agitada se le añadieron 1,2 kg de hidroxiapatita y 80 g de alquilbencenosulfonato sódico y se agitó a 300 RPM. El contenido del reactor se calentó a 75 °C, se mantuvo a esta temperatura durante 7 h, después se calentó a 120 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 3 h, finalizando de esta manera la polimerización de los compuestos. La fase acuosa se eliminó para proporcionar perlas uniformes que tenían un diámetro medio de 1,8 µm. Las perlas obtenidas se secaron usando un termoventilador.

Ejemplo 4

Una mezcla preparada mezclando 30 kg de polvo de Teflon (disponible en el mercado con el nombre comercial de JF-4DC), 21 kg de estireno y 9 kg de acrilonitrilo en un recipiente separado se introdujo en un reactor que contenía 5 90 kg de agua desionizada, la mezcla se agitó. A la mezcla agitada se le añadieron 1,2 kg de hidroxapatita y 80 g de alquilbencenosulfonato sódico y se agitó a 500 RPM. El contenido del reactor se calentó a 75 °C, se mantuvo a esta temperatura durante 8 h, después se calentó a 120 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 3 h, finalizando de esta manera la polimerización de los compuestos. La fase acuosa se eliminó para proporcionar perlas uniformes que tenían un diámetro medio de 1,4 µm. Las perlas obtenidas se secaron usando un termoventilador.

10

Prueba para mejoras en la piroretardancia

Ejemplo 5

15 Las perlas obtenidas en los ejemplos 1 a 4 y ABS/PC, adquiridas en LG chemical Co., Ltd., se amasaron y se realizó una prueba piroretardante UL94. La prueba piroretardante se realizó para obtener una propiedad antigoteo, y los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplos comparativos 1 y 2

20

Se amasó la misma cantidad de PTFE (JF4DC) y el mismo ABS/PC adquirido en LG chemical Co., Ltd., y se comprobó la propiedad antigoteo de acuerdo con el procedimiento de prueba convencional (prueba piroretardante UL94). Los resultados para ABS/PC al que no se le añadió el polímero de tetrafluoroetileno también se muestran en la Tabla 1.

25

[Tabla 1]

	ABS/PC	TPP	PTFE	Polímero de la presente invención	UL94
Ejemplo 1	100	15		0,5	V-0
Ejemplo 2	100	15		0,5	V-0
Ejemplo 3	100	15		0,5	V-0
Ejemplo 4	100	15		0,5	V-0
Ejemplo comparativo 1	100	15	0,25		V-2
Ejemplo comparativo 2	100	15	0,5		V-0

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar un polvo de polimerización que contiene PTFE, comprendiendo el procedimiento:
- 5
- proporcionar partículas de PTFE; y
proporcionar un monómero basado en estireno, o un monómero acrílico, o una mezcla de dichos monómeros;
- 10 **caracterizado por**
una suspensión acuosa que polimeriza dicho monómero basado en estireno, o dicho monómero acrílico, o dicha mezcla de monómeros; e
introducir dichas partículas de PTFE en dicho sistema de reacción en suspensión antes o durante la polimerización en suspensión de dicho monómero basado en estireno, o dicho monómero acrílico, o dicha mezcla de monómeros de manera que la polimerización en suspensión tenga lugar en presencia de dichas partículas de PTFE.
- 15
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que una proporción en peso de PTFE con respecto al monómero es de aproximadamente 0,001:99,999 a aproximadamente 9:1.
- 20 3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las partículas de PTFE se seleccionan entre el grupo que consiste en polvos finos, pueden introducirse dispersoides en suspensión y látex.
4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que un tamaño de las partículas de PTFE está en el intervalo de aproximadamente 0,005 a aproximadamente 500 μm .
- 25
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende:
- mezclar estireno, acrilonitrilo, agua y partículas de PTFE y agitar la mezcla para obtener una suspensión;
añadir un estabilizador de dispersión a la suspensión;
- 30 realizar la polimerización en suspensión a una temperatura en el intervalo de 30 °C a 150 °C al mismo tiempo que se agita la suspensión durante la polimerización en suspensión;
eliminar la fase acuosa después de la finalización de la polimerización en suspensión y secar las perlas obtenidas.