

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 507 076**

51 Int. Cl.:

C08J 9/224 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.08.2008 E 08787039 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.07.2014 EP 2178953**

54 Título: **Composición de recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible**

30 Prioridad:

09.08.2007 EP 07114072

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

14.10.2014

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**KELLER, ANDREAS;
KRIHA, OLAF;
HUSEMANN, WOLFRAM;
HAHN, KLAUS;
SCHMIED, BERNHARD y
RIETHUES, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 507 076 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

Composición de recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible

La invención se refiere a una composición de recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible.

5 Para hacer posible el desarrollo sin alteraciones de poliestireno expandible (EPS) y para evitar la carga electroestática de partículas de espuma de poliestireno pre-espumado, se usa por lo general un recubrimiento de las partículas de EPS con un antiestático. La abrasión y la ablución del agente de recubrimiento de la superficie de la partícula conduce frecuentemente a propiedades antiestáticas insatisfactorias. Además el recubrimiento con el antiestático puede conducir a pegado de las partículas y mal comportamiento de fluencia.

10 El documento EP-A 470 455 describe polimerizados de estireno expandible antiestáticos en forma de perlas con un recubrimiento de una sal de amonio cuaternaria y ácido silícico de partícula fina, que se caracteriza por un buen comportamiento de fluencia.

15 El documento DE 195 41 725 C1 describe polimerizados de estireno expandible con capacidad de absorción de agua reducida, que están provistos con un recubrimiento que contiene además de triestearato de glicerina, estearato de cinc y monoestearato de glicerina de 5 a 50% en peso, referido al peso del recubrimiento, de un silicato hidrófobo.

El documento DE 195 30 548 A1 describe polimerizados en perla de estireno expandible con capacidad de absorción de agua reducida, que están previstos con un recubrimiento que contiene además de 10 a 90% en peso, referido al peso del recubrimiento, de grasa de coco o de aceite de parafina, de forma ventajosa también un agente antiadhesivo basado en un silicato hidrófobo.

20 El documento GB 1.581.237 describe entre otras cosas el uso de cera de ricino (aceite de ricino hidrogenado, HCO) como agente de recubrimiento para poliestireno expandible, para mejorar el desmoldeo y la calidad de las piezas de moldeo de espuma tras la sinterización de las partículas de EPS pre-espumadas.

25 Con las composiciones de agentes de recubrimiento descritas se pueden conseguir por lo general buenas propiedades mecánicas, de forma particular resistencias a flexión y presión, solo si en la producción del bloque o de la espuma se emplean tiempos de desmoldeo prolongados, de forma particular prolongados tiempos de reducción de la presión. Fue por tanto objetivo de la presente invención poner remedio a las desventajas citadas y encontrar una composición de recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible que mostrara en la pre-espumación una tendencia reducida al pegado de partículas e hiciera posible un rápido procesamiento de las partículas pre-espumadas con menor carga estática dando piezas de moldeo de espuma con buenas propiedades mecánicas.

30 En consecuencia se encontró una composición de agente recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible, que contiene

(A) de 10 a 90% en peso de un éster de triestearilo con un punto de fusión en el intervalo de 60 a 65° C,

35 (B) de 10 a 90% en peso de un triglicérido de un ácido hidroxi-oleico C₁₆ a C₁₈ con un punto de fusión en el intervalo de 70 a 95° C.

El recubrimiento puede contener otros antiestáticos y/o coadyuvantes de recubrimiento o aplicarse sobre otros recubrimientos con otros agentes de recubrimiento.

Una composición de agente de recubrimiento preferida para partículas de polimerizado de estireno expandible se compone esencialmente de

40 (A) de 20 a 80% en peso de un éster de triestearilo con un punto de fusión en el intervalo de 60 a 65° C,

(B) de 15 a 60% en peso, de forma particular de 20 a 45% en peso, de un triglicérido de un ácido hidroxi-oleico C₁₆ a C₁₈ con un punto de fusión en el intervalo de 70 a 95° C,

(C) de 5 a 30% en peso de un silicato hidrófilo o hidrófobo o estearato de cinc,

45 (D) de 0 a 40% en peso, de forma particular de 10 a 50% en peso, de un monoéster de glicerina de un ácido graso C₁₆ a C₁₈,

(E) de 0 a 10% en peso de una sal de amonio cuaternario, sal de sulfonio o etilenbisestearildiamida, en donde la suma de los componentes (A) a (E) da 100% en peso.

Los componentes (A) y (B) se tratan de productos naturales, que contienen normalmente impurezas en cantidades de orden inferior y de forma particular pueden contener también mono-, di- y triglicéridos de otros ácidos.

Preferiblemente la composición de agente de recubrimiento contiene como éster de triestearilo (A) triestearato de glicerina (GTS) o éster triestearílico de ácido cítrico (CTS).

Como triglicérido de un ácido hidroxi-oleico C₁₆ a C₁₈ (B) se usan preferiblemente triglicéridos de ácidos monohidroxi-alcanoicos C₁₆ a C₁₈, de forma particular aceite de ricino hidrogenado (HCO, cera de ricino).

- 5 Como monoéster de glicerina de un ácido graso C₁₆ a C₁₈ (D) se usa preferiblemente monoestearato de glicerina (GMS).

Adicionalmente la invención se refiere a partículas de polimerizado de estireno expandible que presentan al menos un recubrimiento de las composiciones de agente de recubrimiento anteriormente descritas.

Partículas de polimerizado de estireno expandible preferidas presentan

- 10 (I) un primer recubrimiento de 0,1 a 2% en peso, referido al polimerizado de estireno expandible, de al menos un compuesto del grupo que contiene monoestearato de glicerina, diestearato de glicerina, estearato de cinc, sales de amonio cuaternario, sales de sulfonio y etilenbisdiamidas, y

(II) un segundo recubrimiento de 0,1 a 2% en peso, referido al polimerizado de estireno expandible, de una composición de recubrimiento de acuerdo con la invención, descrita anteriormente.

- 15 Los recubrimientos se pueden aplicar también en una etapa de recubrimiento sobre el material bruto.

Las partículas de polimerizado de estireno expandible se componen preferiblemente de polímeros de estireno que contienen agentes expansivos como poliestireno (PS), copolímeros de estireno como copolímeros de bloques de estireno-acrilonitrilo (SAN) estireno-butadieno o mezclas de estos.

- 20 Partículas de polimerizado de estireno expandible son aquellas que se expanden, por ejemplo, con aire caliente o vapor de agua, las partículas de polimerizado de estireno son espumables. Estas contienen por lo general agentes expansivos químicos o físicos en cantidades de 2 a 10% en peso, preferiblemente de 3 a 7% en peso referido al polimerizado de estireno.

- 25 Agentes expansivos físicos preferidos son gases como nitrógeno o dióxido de carbono o hidrocarburos alifáticos con 2 a 7 átomos de carbono, alcoholes, cetonas, éteres o hidrocarburos halogenados. Se usan con especial preferencia iso-butano, n-butano, iso-pentano, n-pentano, neo-pentano, hexano o mezclas de los mismos.

Adicionalmente las partículas de polimerizado de estireno expandible pueden contener coadyuvantes usuales como colorantes, pigmentos, cargas, absorbedores de radiación IR, como negro de carbón, aluminio o grafito, estabilizadores, agentes ignífugos como hexabromociclododecano (HBCD), sinergistas ignífugos como dicumilo o peróxido de dicumilo, agentes de nucleación o lubricantes en cantidades efectivas.

- 30 Las partículas de polimerizado de estireno expandible de acuerdo con la invención pueden ser según cada procedimiento de preparación en forma de esfera, en forma de perla o en forma de cilindro y presentar por lo general un diámetro de partícula medio en el intervalo de 0,05 a 5 mm, de forma particular de 0,3 a 2,5 mm, que dado el caso se puede repartir por tamización en fracciones individuales.

- 35 Las partículas de polimerizado de estireno expandible presentan en correspondencia al grado de expansión diámetros de partícula medios en el intervalo de 1 a 10 mm, de forma particular de 2 a 6 mm y un espesor en el intervalo de 10 a 200 kg/m³.

- 40 Las partículas de polimerizado de estireno expandible se pueden obtener, por ejemplo, mediante impregnación por presión de partículas de polímero termoplásticas con agentes expansivos en una cuba, mediante polimerización en suspensión en presencia de agentes expansivos o mediante impregnación en masa fundida en un extrusor o mezclador estático y a continuación granulación sumergida a presión.

- 45 Se pueden obtener partículas de polimerizado de estireno expandible mediante espumación de partículas de polimerizado de estireno expandible, por ejemplo, con aire caliente o vapor de agua en pre-espumadores a presión, mediante impregnación a presión de partículas de polimerizado de estireno con agentes expansivos en una cuba y a continuación descompresión o mediante extrusión de masa fundida de una masa fundida que contiene agentes expansivos con espumación y a continuación granulación. Por lo general se pueden espumar los polimerizados de estireno expandible recubiertos con la composición de recubrimiento de acuerdo con la invención en comparación con recubrimientos convencionales en condiciones de pre-espumación comparables dando densidades aparentes bajas. Las densidades aparentes en espumaciones de una vez se encuentran por lo general en el intervalo de 10 a 20 kg/m³, preferiblemente en el intervalo de 15 a 18 kg/m³.

- 50 El recubrimiento de las partículas de polimerizado de estireno expandible o expandidas puede realizarse antes o tras la espumación, por ejemplo, por tratamiento en tambor de la composición de recubrimiento de acuerdo con la invención en un mezclador de paletas (compañía Lódige) o mediante puesta en contacto de la superficie de las partículas de polimerizado de estireno con una solución, por ejemplo, mediante inmersión o pulverización. En la

ES 2 507 076 T3

preparación mediante extrusión de una masa fundida que contiene agente expansivo se puede añadir la composición de recubrimiento también al circuito de agua del granulador sumergido en forma de una solución acuosa o suspensión acuosa.

- 5 Las partículas de polímero de estireno expandible de acuerdo con la invención están equipadas antiestáticamente, muestran una tendencia baja al pegado en la pre-espumación, pero una buena soldabilidad en la espumación para dar piezas de moldeo. A este respecto en la sinterización de las partículas pre-espumadas pueden realizarse cuerpos de moldeo de espuma con mayor resistencia a presión y doblado y tiempos de reducción de la presión muy cortos. En comparación con recubrimientos convencionales se pueden conseguir por tanto resistencias de doblado deseadas para las piezas de moldeo con tiempos de desmoldeo más cortos. Las piezas de moldeo presentan debido a la buena soldabilidad también en piezas de moldeo grandes una resistencia a la presión y al doblado homogénea en las zonas del borde y exterior y una superficie visible más lisa.

Ejemplos:

Ejemplos 1 a 4:

Composición del agente de recubrimiento:

- 15 Se molió conjuntamente aceite de ricino hidrogenado (HCO, punto de fusión = 87°, (cera de ricino NF, compañía CasChem)) con ayuda de hielo seco hasta polvo. El aceite de ricino hidrogenado molido se mezcló con silicato (SIPERNAT FK320®), monoestearato de glicerina (GMS, GMSR, compañía Danisco) y triestearato de glicerina (GTS, Tegin BI159V compañía Goldschmitt) dando un polvo uniforme que corresponde a las relaciones de mezcla dadas en la tabla 1.

- 20 Los recubrimientos se aplicaron en el mezclador Lödige (2,5 kg) sobre las perlas de poliestireno expandible (Styropor® F215 de la compañía BASF Aktiengesellschaft) pre-recubiertas con antiestático 743 (compañía BASF SE) (150 ppm, primer recubrimiento). La cantidad del agente de recubrimiento (2º recubrimiento), referida a las perlas de poliestireno expandible recubiertas se da igualmente en la tabla 2.

- 25 Las perlas de EPS recubiertas se pre-espumaron en el pre-espumador y se sinterizaron en un molde dando bloques con una densidad de 17 o de 24 g/l.

La resistencia a la presión se determinó a compresión del 10% según EN 826, la resistencia al doblado según el procedimiento B de la norma EN 12039.

Ensayos comparativos C1 y C2:

- 30 Se llevó a cabo de forma análoga al ejemplo 1 y 2, usándose en lugar de aceite de ricino hidrogenado monoestearato de glicerina (GMS).

Tabla 1:

Composición de agente de recubrimiento	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ensayos comparativos	
					C1	C2
GTS [% en peso]	40	40	20	20	40	40
HCO [% en peso]	45	45	45	45	0	0
Silicato [% en peso]	15	15	15	15	10	10
GMS [% en peso]	0	0	20	20	50	50
Cantidad de agente de recubrimiento [% en peso]	0,4	0,4	0,3	0,3	0,45	0,45
Pieza de moldeo						
Presión de vaporización [kPa]	60	70	60	70	60	70

ES 2 507 076 T3

(continuación)

Densidad [g/l]	15,9	15,7	16,4	17,1	15,1	15,8
Resistencia a la presión [kPa]	90,7	90,1	93,7	96,8	88,4	91,6
Resistencia al doblado [kPa]	175	186	158,5	176,6	142,2	171,8
Tiempo de desmoldeo [s]	43	143,5	33,0	130	45,5	172,5

Ejemplos 5 a 8

Composición del agente de recubrimiento:

5 Se mezcló aceite de ricino hidrogenado (HCO, punto de fusión = 87° C, (polvo de HCO, compañía Jayant Oil and derivatives Ltd.) con silicato (SIPERNAT FK320®), monoestearato de glicerina (GMS, GMSR, compañía Danisco) y triestearato de glicerina (GTS, Tegin BI159V compañía Goldschmitt) así como estearato de cinc dando un polvo uniforme que corresponde a las relaciones de mezcla dadas en la tabla 2.

10 Los recubrimientos se aplicaron en el mezclador Lödige (2,5 kg) sobre las perlas de poliestireno expandible (Neopor®X5300 de la compañía BASF SE) pre-recubiertas con antiestático 743 (compañía BASF SE) (150 ppm). La cantidad del agente de recubrimiento, referida a las perlas de poliestireno expandible recubiertas se da igualmente en la tabla 2.

Las perlas de EPS recubiertas se pre-espumaron en el pre-espumador y se sinterizaron en un molde dando bloques con una densidad de 17 g/l.

15 La resistencia a la presión se determinó a compresión del 10% según EN 826, la resistencia al doblado según el procedimiento B de la norma EN 12039.

Ensayos comparativos C3 y C4:

Se usaron aquí recubrimientos habituales sin aceite de ricino hidrogenado.

Tabla 2:

Composición de agente de recubrimiento	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8	Ensayos comparativos	
					C3	C4
GTS [% en peso]	40	40	45	45	73	73
HCO [% en peso]	40	40	40	40	0	0
Estearato de cinc [% en peso]	10	10	5	5	9	9
Silicato [% en peso]	0	0	0	0	4	4
GMS [% en peso]	10	10	10	10	14	14
Cantidad de agente de recubrimiento [% en peso]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Pieza de moldeo						
Presión de vaporización [kPa]	60	100	60	100	60	100
Densidad [g/l]	17,2	17,0	18,7	18,3	17,5	17,0
Resistencia a la presión [kPa]	97,5	84,9	108	95	99	83,6
Resistencia al doblado [kPa]	215	204	237	223	211	196
Tiempo de desmoldeo [s]	68	145	97	147	27	133

(continuación)

Densidad aparente tras la primera espumación [g/l]	17,1	17,1	17,5	17,5	17,0	17,0
--	------	------	------	------	------	------

Ejemplos 9 a 11

Composición del agente de recubrimiento:

- 5 Se mezcló aceite de ricino hidrogenado (HCO, punto de fusión = 87° C, (polvo de HCO, compañía Jayant Oil and derivatives Ltd.) con silicato (SIPERNAT FK320®), monoestearato de glicerina (GMS, GMSR, compañía Danisco) y triestearato de glicerina (GTS, Tegin BI159V compañía Goldschmitt) así como estearato de cinc dando un polvo uniforme que corresponde a las relaciones de mezcla dadas en la tabla 3.
- 10 Los recubrimientos se aplicaron en el mezclador Lödige (2,5 kg) sobre las perlas de poliestireno expandible (Styropor®P426 de la compañía BASF SEt) pre-recubiertas con antiestático 743 (compañía BASF SEt) (150 ppm). La cantidad del agente de recubrimiento, referida a las perlas de poliestireno expandible recubiertas, se da igualmente en la tabla 3. Las perlas de EPS recubiertas se pre-espumaron en el pre-espumador y se sinterizaron en un molde dando bloques con una densidad de 24 g/l.
- 15 La resistencia a la presión se determinó a compresión del 10% según EN 826, la resistencia al doblado según el procedimiento B de la norma EN 12039.

Ensayos comparativos C3 y C4:

Se usaron aquí recubrimientos habituales sin aceite de ricino hidrogenado.

Tabla 3:

Composición de agente de recubrimiento	Ej. 9	Ej. 10	Ej. 11	Ensayos comparativos		
				C5	C6	C7
GTS [% en peso]	35	35	35	60	60	60
HCO [% en peso]	45	45	45	0	0	0
Silicato [% en peso]	15	15	15	10	10	10
GMS [% en peso]	5	5	5	30	30	30
Cantidad de recubrimiento [% en peso]	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Pieza de moldeo						
Presión de vaporización [kPa]	80	100	120	80	100	120
Densidad [g/l]	23,5	23,5	23,5	22,3	22,5	22,5
Resistencia a la presión [kPa]	162	154	146	154	138	133
Resistencia al doblado [kPa]	793	805	785	715	744	734
Tiempo de desmoldeo [s]	27	115	146	21	113	130

REIVINDICACIONES

1. Composición de recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible, que contiene
- (A) de 10 a 90% en peso de un éster de triestearilo con un punto de fusión en el intervalo de 60 a 65° C,
- 5 (B) de 10 a 90% en peso de un triglicérido de un ácido hidroxioleico C₁₆ a C₁₈ con un punto de fusión en el intervalo de 70 a 95° C.
2. Composición de recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible según la reivindicación 1, caracterizada porque se compone esencialmente de
- (A) de 20 a 80% en peso de un éster de triestearilo con un punto de fusión en el intervalo de 60 a 65° C,
- 10 (B) de 15 a 50% en peso de un triglicérido de un ácido hidroxioleico C₁₆ a C₁₈ con un punto de fusión en el intervalo de 70 a 95° C,
- (C) de 5 a 30% en peso de un silicato hidrófilo o hidrófobo,
- (D) de 0 a 40% en peso de un monoéster de glicerina de un ácido graso C₁₆ a C₁₈,
- (E) de 0 a 10% en peso de una sal de amonio cuaternario, sal de sulfonio o etilenbisestearildiamida
- 15 en donde la suma de los componentes (A) a (E) da 100% en peso.
3. Composición de recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible según la reivindicación 1 ó 2, caracterizada porque como éster de triestearilo se usa (A) triestearato de glicerina (GTS) o éster de triestearilo de ácido cítrico (CTS).
4. Composición de recubrimiento para partículas de polimerizado de estireno expandible según la reivindicación 1 ó 2, caracterizada porque como triglicérido de un ácido hidroxioleico C₁₆ a C₁₈ se usa (B) aceite de ricino hidrogenado (HCO).
- 20 5. Partícula de polimerizado de estireno expandible que contiene al menos un recubrimiento que presenta una composición de recubrimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4.
6. Partícula de polimerizado de estireno expandible según la reivindicación 5 que presenta
- 25 (I) un primer recubrimiento de 0,1 a 2% en peso, referido al polimerizado de estireno expandible, de al menos un compuesto del grupo que contiene monoestearato de glicerina, diestearato de glicerina, estearato de cinc, sales de amonio cuaternario, sales de sulfonio y etilenbisdiamidas, y
- (II) un segundo recubrimiento de 0,1 a 2% en peso, referido al polimerizado de estireno expandible, de una composición de recubrimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3.
- 30