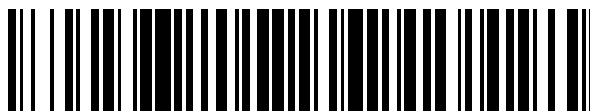


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 548 553**

51 Int. Cl.:

C08K 5/17 (2006.01)

C08K 5/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.11.2012** **E 12839189 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.07.2015** **EP 2785780**

54 Título: **Composición aditiva a base de amina y nitróxido para el control y la inhibición de la polimerización de estireno, y procedimiento para su uso**

30 Prioridad:

02.12.2011 IN MM33832011

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.10.2015

73 Titular/es:

DORF KETAL CHEMICALS (INDIA) PRIVATE LIMITED (100.0%)

Dorf Ketal Tower, D'Monte Street, Orlem, Malad (W)

Mumbai 400 064, Maharashtra, IN

72 Inventor/es:

SUBRAMANIYAM, MAHESH

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 548 553 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 aditiva a base de amina y nitróxido para el control y la inhibición de la polimerización de estireno, y procedimiento para su uso

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a una composición aditiva a base de amina y nitróxido para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, en la que el monómero aromático de vinilo incluye estireno.

En una realización, la presente invención se refiere al uso de una composición aditiva a base de amina y nitróxido de la presente invención para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno.

10 En otra realización, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una composición aditiva a base de amina y nitróxido de la presente invención para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno.

En otra realización adicional, la presente invención se refiere a un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno mediante el empleo de una composición aditiva a base de amina y nitróxido de la presente invención.

Antecedentes de la invención

La polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno durante su procesamiento es una cuestión de interés, debido a que provoca la formación de polímeros no deseados y da lugar a la pérdida de rendimiento del producto final y hace que el procedimiento sea antieconómico.

20 En la técnica, se ha informado del uso de inhibidores y retardantes y sus combinaciones para superar el problema de la polimerización de estireno.

El problema con el uso de inhibidores solos es que estos se tienen que añadir de forma continua o a intervalos regulares, debido a que una vez consumidos, se reinicia la polimerización.

25 El problema con el uso de retardantes solos es que estos no son muy eficaces para reducir la polimerización de estireno a un nivel de inhibición sustancial o un nivel de inhibición aceptable.

La técnica anterior [Patente de Estados Unidos 5.254.760 (documento US'760)] desvela la inhibición de la polimerización de monómeros de vinilo usando una combinación de nitróxidos (es decir, compuestos de nitroxilo) que incluyen 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ol (4HT) y nitrocompuestos aromáticos que incluyen dinitro-butilfenol [re resumen, Col. 3, líneas 26-32; Col. 4, líneas 1-2, 12 del documento US'760] como inhibidor de la polimerización.

30 El documento US'760 desvela y enseña el uso de una combinación de compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo) o de nitrocompuestos aromáticos. El documento US'760 desvela y enseña contra el uso de cualquiera de compuestos de nitróxido o de nitrocompuestos aromáticos [Re Col. 5, líneas 50-56, Col. 6, líneas 10-14 y 42-46; Col. 7, líneas 36-41 del documento US'760].

35 No obstante, los nitrocompuestos aromáticos que incluyen DNBP se deben usar en mayores cantidades y/o también son conocidos por su naturaleza tóxica para la exposición a seres humanos [re Col. 1, líneas 64-68 del documento US'760].

Por tanto, la industria tiene como objetivo una composición aditiva en la que se puedan evitar los nitrocompuestos aromáticos. Cualquier esfuerzo por evitar el consumo de nitrocompuestos aromáticos reducirá los problemas de la industria.

Necesidad de la invención

40 Por lo tanto, aún existe la necesidad de una composición aditiva eficaz y un procedimiento para su uso y preparación, y un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo mediante el empleo de dicha composición, en el que la composición aditiva no solo sea adecuada para un control e inhibición sustanciales de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, sino
45 que tampoco comprenda nitrocompuestos aromáticos.

Problema a resolver por la invención

50 Por lo tanto, la presente invención tiene por objeto proporcionar una solución a los problemas industriales existentes descritos anteriormente mediante el suministro de una composición aditiva eficaz y un procedimiento para su uso y preparación, y un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, en la que la composición aditiva no solo sea adecuada para un control e inhibición sustanciales de la

polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, sino que tampoco comprenda nitrocompuestos aromáticos.

Además del objetivo anterior, la presente invención también tiene por objetivo suministrar una composición aditiva eficaz y un procedimiento para su uso y preparación, y un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, en el que la composición aditiva no solo sea adecuada para un control y una inhibición sustanciales de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, sino que además comprende una cantidad reducida o minimizada de compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo).

Objetos de la invención

Por consiguiente, el objeto principal de la presente invención es suministrar una composición aditiva eficaz y un procedimiento para su uso y preparación, y un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, en la que la composición aditiva no solo es adecuada para un control e inhibición sustanciales de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, sino que tampoco comprende nitrocompuestos aromáticos.

Otro objeto principal de la presente invención es proporcionar una composición aditiva eficaz y un procedimiento para su uso y preparación, y un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, en la que la composición aditiva no solo es adecuada para un control e inhibición sustanciales de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, sino que además comprende una cantidad reducida o minimizada de compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo).

También es un objeto de la presente invención proporcionar una composición aditiva eficaz y un procedimiento para su uso y preparación, y un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, en la que la composición aditiva comprende una cantidad reducida o minimizada de uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo), y no comprende nitrocompuestos aromáticos, y aun así es adecuada para un control e inhibición sustanciales de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, y aun así es necesaria en una dosificación relativamente inferior en comparación con la dosificación de nitrocompuestos aromáticos solos para conseguir el mismo nivel aceptable, o mejor, de control e inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno.

También es un objeto de la presente invención proporcionar una composición aditiva eficaz y un procedimiento para su uso y preparación, y un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, en la que la composición aditiva comprende una o más aminas, y una cantidad reducida o minimizada de uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo), y no comprende nitrocompuestos aromáticos, y aun así es adecuada para un control e inhibición sustanciales de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, y aun así es necesaria en una dosificación relativamente inferior en comparación con la dosificación de compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo) solos para conseguir el mismo nivel aceptable, o mejor, de control e inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, y en la que la amina es una amina alifática.

La presente invención tiene por objeto en particular el suministro de una composición aditiva eficaz y un procedimiento para su uso y preparación, y un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo, en la que la composición aditiva comprende una o más aminas, y cantidades reducidas o minimizadas de uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo), y no comprende nitrocompuestos aromáticos, y aun así es adecuada para un control e inhibición sustanciales de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, y aun así es necesaria en una dosificación relativamente inferior en comparación con la dosificación de compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo) solos para conseguir el mismo nivel aceptable, o mejor, de control e inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, y en la que la amina es una amina alifática, que está seleccionada de un grupo que comprende aminas terciarias, aminas secundarias y aminas primarias, preferentemente la amina es una amina terciaria, y por tanto, la composición de la presente invención no solo es económica, sino que también es respetuosa con el medio ambiente.

La presente invención también tiene por objeto la mejora del rendimiento de compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo) en un mayor espectro de temperaturas, incluyendo una mayor temperatura y en presencia de aire, en la que la composición además comprende una o más aminas alifáticas.

Otros objetos y ventajas de la presente invención serán más evidentes a partir de la siguiente descripción leída junto con los ejemplos, que no se pretende que limiten el ámbito de la presente invención.

Descripción y realizaciones preferidas de la invención

Con el objeto de superar los problemas de la técnica anterior descritos anteriormente y conseguir los objetos de la invención descritos anteriormente, el inventor ha comprobado que cuando se añade una amina alifática a una composición constituida por compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo) incluso sin nitrocompuestos aromáticos, entonces no solo se mejora sustancialmente la eficacia del control y la inhibición de la polimerización de los

nitróxidos, sino que de forma sorprendente e inesperada también se controla y se inhibe la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno hasta un nivel aceptable a unas dosificaciones sustancialmente reducidas de composición que comprende uno o más compuestos de nitróxido y uno o más compuestos de amina alifática, lo que hace que la composición sea económica y respetuosa con el medio ambiente.

- 5 Con el objeto de superar los problemas de la técnica anterior descritos anteriormente y conseguir los objetos de la invención descritos anteriormente, el inventor ha comprobado que cuando se añade una o más aminas alifáticas terciarias, o aminas alifáticas terciarias que contienen uno o más grupos hidroxilo o una o más aminas secundarias o uno o más aminas primarias o sus mezclas a la composición constituida por uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo) sin nitrocompuestos aromáticos, entonces no solo se mejora sustancialmente la eficacia del control y
- 10 la inhibición de la polimerización de los nitróxidos, sino que de forma sorprendente e inesperada también se controla y se inhibe la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno hasta un nivel aceptable a unas dosificaciones sustancialmente reducidas de composición que comprende nitróxido y compuestos de amina alifática, lo que hace que la composición sea económica y respetuosa con el medio ambiente.

- 15 Por consiguiente, la presente invención se refiere a una composición aditiva para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno que comprende:

(a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de (b) aminas alifáticas seleccionadas de un grupo que comprende aminas terciarias, aminas secundarias y aminas primarias, preferentemente la amina es una amina terciaria.

- 20 Por consiguiente, en una realización, la presente invención se refiere a una composición aditiva para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno que comprende:

(a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de (b) aminas terciarias.

- 25 Por consiguiente, en otra realización, la presente invención se refiere a una composición aditiva para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno que comprende:

(a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de (b) aminas seleccionadas de un grupo constituido por aminas primarias y aminas secundarias.

- 30 De acuerdo con la presente invención, la amina alifática es una amina alifática terciaria, que contiene uno o más grupos hidroxilo en la cadena alquímica de la amina terciaria, preferentemente contiene tres grupos hidroxilo en la cadena alquímica de la amina terciaria, más preferentemente los grupos hidroxilo son grupos hidroxil alquilo.

De acuerdo con una de las realizaciones más preferidas de la presente invención, dicha amina es hidroxil alquil amina terciaria.

- 35 De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, dicha amina es amina tratada con óxido de etileno.

De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, dicha amina es amina tratada con óxido de propileno.

De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, dicha amina es alquil amina terciaria.

- 40 De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, dicha amina es una mezcla de una o más de hidroxil alquil aminas terciarias, aminas tratadas con óxido de etileno, aminas tratadas con óxido de propileno, alquil aminas terciarias.

De acuerdo con una de las realizaciones más preferidas de la presente invención, dicha hidroxil alquil amina terciaria es tris(2-hidroxipropil)amina (TIPA).

- 45 De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, dicha amina tratada con óxido de etileno es N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina (THEED).

De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, dicha amina tratada con óxido de propileno es N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina (Quadrol).

De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, dicha hidroxil alquil amina terciaria es trietanolamina (TEA).

- 50 De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, dicha alquil amina terciaria es Tris[N-butilamina] (TBA).

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, dicha amina primaria está seleccionada de un grupo que comprende hidroxil alquil amina primaria y alquil amina primaria.

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, dicha amina secundaria es alquil amina secundaria.

- 5 De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, dicha hidroxil alquil amina primaria es monoetanolamina (MEA).

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, dicha alquil amina primaria es octil amina (OA).

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, dicha alquil amina secundaria es dibutil amina (DBA).

- 10 Se ha comprobado que cuando la composición de la presente invención comprende una o más de dichas aminas, la eficacia de los compuestos de nitrógeno para controlar e inhibir la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno se mejora de forma sustancial, sorprendente e inesperada, hasta un nivel aceptable que también es a dosificaciones sustancialmente reducidas de compuestos de nitrógeno y que además es sin nitrocompuestos aromáticos, haciendo así que la composición de la presente invención sea relativamente más económica y respetuosa con el medio ambiente.

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, la composición de la presente invención comprende:

- 20 a) de aproximadamente el 40 a aproximadamente el 99,75% en peso aproximadamente de I) dichos compuestos de nitrógeno (es decir, nitroxilo); y
b) de aproximadamente el 0,25 a aproximadamente el 60% de II) dichas aminas o sus mezclas.

De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, la composición de la presente invención se añade a la corriente que contiene monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno en una cantidad que oscila entre 0,01 ppm aproximadamente y 2000 ppm aproximadamente, preferentemente entre 1 ppm aproximadamente y 2000 ppm aproximadamente en peso de la corriente de monómeros que incluyen estireno.

- 25 De acuerdo con la presente invención, el compuesto de nitrógeno (o nitroxilo) está seleccionado entre el grupo que comprende di-ter-butilnitroxilo, 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ol, 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ona, y sus derivados; y di-nitróxidos y derivados que comprenden bis(1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-il)sebacato, bis(1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-il)succinato, bis(1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-il)adipato, y sus mezclas.

- 30 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, el compuesto de nitrógeno (o nitroxilo) está seleccionado entre el grupo que comprende bis(1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-il)sebacato y 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ol o 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oxilo (o 4 Hidroxi Tempo o 4-HT), y sus mezclas.

De acuerdo con la realización más preferida de la presente invención, el compuesto de nitrógeno (o nitroxilo) es 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ol (o 4 Hidroxi Tempo o 4-HT).

- 35 De acuerdo con una de las realizaciones preferidas de la presente invención, la presente composición no comprende dicho nitrocompuesto aromático.

Por consiguiente, en otra realización, la presente invención también se refiere a un procedimiento de uso de una composición aditiva a base de amina y nitrógeno de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, para controlar e inhibir la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que la corriente que comprende los monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno se trata con una composición aditiva que comprende uno o más de compuestos de nitrógeno (es decir, nitroxilos) y una o más de dichas aminas.

- 40 En particular, en una segunda realización, la presente invención se refiere a un procedimiento de uso de una composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, para controlar e inhibir la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que dicha composición comprende:

- 50 (a) uno o más compuestos de nitrógeno (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de
(b) aminas alifáticas seleccionadas de un grupo que comprende aminas terciarias, aminas secundarias y aminas primarias, preferentemente la amina es una amina terciaria; y
dichos monómeros se tratan con dicha composición.

Por consiguiente, en esta segunda realización, la presente invención se refiere en particular a un procedimiento de uso de la composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace

referencia en su totalidad, para controlar e inhibir la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que dicha composición comprende:

- 5 (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de
(b) aminas terciarias; y
dichos monómeros se tratan con dicha composición.

10 Por consiguiente, en esta segunda realización, la presente invención también se refiere a un procedimiento de uso de la composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, para controlar e inhibir la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que dicha composición comprende:

- (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de
(b) aminas seleccionadas de un grupo constituido por aminas primarias y aminas secundarias; y
dichos monómeros se tratan con dicha composición.

15 Cabe señalar que la corriente que comprende monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno se puede denominar corriente o corriente de monómeros o corriente de monómeros aromáticos de vinilo.

20 De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, el procedimiento de uso de dicha composición aditiva de la presente invención comprende el tratamiento de dicha corriente de monómeros con entre 0,01 ppm aproximadamente y 2000 ppm aproximadamente, preferentemente entre 1 ppm aproximadamente y 2000 ppm aproximadamente de dicha composición basado en el peso de monómeros.

Cabe señalar que todas las características de la composición de la presente invención descritas en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, se estima que deben ser incluidas en el presente procedimiento de uso de dicha composición aditiva de la presente invención.

25 Por consiguiente, en una tercera realización, la presente invención también se refiere a un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno mediante el empleo de la composición aditiva a base de amina y nitróxido de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, en la que la corriente que comprende monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno se trata con una composición aditiva que comprende uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos) y una o más de dichas aminas.

30 En particular, en una tercera realización, la presente invención se refiere a un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno mediante el empleo de la composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, en el que dicha composición comprende:

- 35 (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de (b) aminas alifáticas seleccionadas de un grupo que comprende aminas terciarias, aminas secundarias, y aminas primarias, preferentemente la amina es una amina terciaria; y
dicha composición se añade a dichos monómeros.

40 Por consiguiente, en esta tercera realización, la presente invención se refiere en particular a un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno mediante el empleo de la composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, en la que dicha composición comprende:

- 45 (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de
(b) aminas terciarias; y
dicha composición se añade a dichos monómeros.

50 Por consiguiente, en esta tercera realización, la presente invención también se refiere a un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno mediante el empleo de la composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, en la que dicha composición comprende:

- (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilos); y
caracterizada porque dicha composición además comprende una o más de
(b) aminas seleccionadas de un grupo constituido por aminas primarias y aminas secundarias; y
dicha composición se añade a dichos monómeros.

Cabe señalar que la corriente que comprende monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno se puede denominar corriente o corriente de monómeros o corriente de monómeros aromáticos de vinilo.

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, el procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de los monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno mediante el empleo de dicha composición aditiva de la presente invención comprende la adición de entre 0,01 ppm aproximadamente y 2000 ppm aproximadamente, preferentemente entre 1 ppm aproximadamente y 2000 ppm aproximadamente de dicha composición aditiva a la corriente de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno basado en el peso de monómeros.

Cabe señalar que todas las características de la composición de la presente invención descritas en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, se estima que deben ser incluidas en el presente procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno mediante el empleo de dicha composición de la presente invención.

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, la composición de la presente invención se puede mezclar con o se puede añadir a la corriente de monómeros que contiene monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno antes de que la corriente entre en el sistema de procesamiento o después de que la corriente haya entrado en el sistema de procesamiento, pero preferentemente la composición se añade a la corriente que contiene monómeros aromáticos de vinilo antes de que comience el procesamiento de forma que se evite la polimerización de los monómeros aromáticos de vinilo.

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, los compuestos de nitróxido y los compuestos de amina se pueden mezclar con o se pueden añadir a la corriente de monómeros de forma individual o después de mezclar.

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, la presente composición se puede usar o se puede emplear o se puede añadir a una corriente de monómeros sobre un amplio espectro de temperaturas que oscilan entre 50 °C aproximadamente y 180 °C aproximadamente, preferentemente entre 60 °C aproximadamente y 180 °C aproximadamente.

La composición de la presente invención se puede preparar de cualquier forma conocida para preparar las composiciones.

Por consiguiente, en una cuarta realización, la presente invención también se refiere a un procedimiento de preparación de la composición aditiva a base de amina y nitróxido de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que el nitróxido y dichos compuestos de amina se añaden de forma individual o después de mezclar.

En particular, en una cuarta realización, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que el procedimiento comprende:

(A) la mezcla de uno o más de dichos compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo), caracterizada porque dicho compuesto de nitróxido o sus mezclas se mezcla adicionalmente con una o más de (B) aminas alifáticas seleccionadas entre un grupo que comprende aminas terciarias, aminas secundarias y aminas primarias, preferentemente aminas terciarias.

Por consiguiente, en esta cuarta realización, la presente invención se refiere en particular a un procedimiento para la preparación de la composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que el procedimiento comprende:

(A) la mezcla de uno o más de dichos compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo), caracterizada porque dicho compuesto de nitróxido o sus mezclas se mezcla adicionalmente con una o más de (B) aminas terciarias.

Por consiguiente, en esta cuarta realización, la presente invención también se refiere a un procedimiento para la preparación de la composición aditiva de la presente invención descrita en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que el procedimiento comprende:

(A) la mezcla de uno o más de dichos compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo), caracterizada porque dicho compuesto de nitróxido o sus mezclas se mezcla adicionalmente con una o más de (B) aminas seleccionadas entre un grupo constituido por aminas primarias y aminas secundarias.

Cabe señalar que la corriente que comprende los monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno se puede denominar corriente o corriente de monómeros o corriente de monómeros aromáticos de vinilo.

Cabe señalar que todas las características de la composición de la presente invención descritas en el presente documento, a la que se hace referencia en su totalidad, se estima que deben ser incluidas en el presente procedimiento para la preparación de la composición aditiva de la presente invención.

En una de las realizaciones, el inventor ha comprobado que cuando la presente composición comprende una cualquiera de las aminas seleccionadas entre el grupo constituido por N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED) y N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina) (Quadrol®), entonces la eficacia para el control y la inhibición de la polimerización de los monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno de los nitroxidos se mejora sustancialmente; no obstante, la mejora de la eficacia no es tan sustancial como para la composición que comprende tris(2-hidroxipropil)amina (TIPA). Por lo tanto, en cuanto a la más preferida de las realizaciones de la presente invención, la tris(2-hidroxipropil)amina (TIPA) es la amina más preferida.

En otra realización, el inventor ha comprobado que cuando la presente composición comprende una cualquiera de las aminas seccionadas entre el grupo constituido por trietanolamina (TEA), Tris[N-butilamina] (TBA), monoetanolamina (MEA), octil amina (OA), dibutil amina (DBA), entonces se mejora la eficacia para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno de los nitroxidos; no obstante, la mejora de la eficacia no es tan sustancial como para la composición que comprende N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED) o N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina) (Quadrol). Por lo tanto, en cuanto a la realización más preferida de la invención, la N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED) y la N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina) (Quadrol) son las aminas más preferidas. Se ha comprobado que la dibutil amina (DBA), de forma sorprendente e inesperada, demuestra una mejor eficacia cuando se usa en composiciones de dosificaciones de 200 ppm aproximadamente o superior.

En otra realización adicional, el inventor ha comprobado que cuando la presente composición comprende una cualquiera de las aminas seccionadas entre el grupo constituido por N,N-disec-butil-para-fenilen diamina (UOP5), etilen diamina (EDA), tetraetilenpentamina (TEPA), dipropil amina (DPA), o dietanol amina (DEA), entonces no se mejora la eficacia para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno de los nitroxidos. Por lo tanto, en una realización, la presente invención no comprende ninguna de las aminas seleccionadas de un grupo constituido por N,N-disec-butil-para-fenilen diamina (UOP5), etilen diamina (EDA), tetraetilenpentamina (TEPA), dipropil amina (DPA), o dietanol amina (DEA). Cabe señalar que algunas de estas aminas producen una mejora muy marginal en la eficacia de los nitroxidos, pero lo mismo no es viable a nivel comercial.

Ventajas y realizaciones adicionales de la presente invención serán más evidentes a partir de los siguientes ejemplos.

Ahora se describe la presente invención con ayuda de los siguientes ejemplos, que no se pretende que limiten el ámbito de la presente invención, sino que se han incorporado para ilustrar el modo y mejor modo para realizar la presente invención.

Experimentos:

Experimento principal

En los siguientes experimentos, se tomaron cantidades pesadas de estireno destilado y de aditivos en un reactor (reactor tubular o reactor de fondo redondo) equipado con un termómetro y una entrada y una salida de nitrógeno. En estos experimentos se usó un reactor tubular sin agitador mecánico y se mantuvo un caudal suficiente de N₂ para garantizar una agitación adecuada. Las reacciones se realizaron a 120 °C aproximadamente durante 2 horas aproximadamente. Después de la duración seleccionada, el reactor se enfrió por debajo de 10 °C aproximadamente mediante su inmersión en hielo triturado. A continuación, el contenido del reactor se vertió en un vaso de precipitados. En este mismo vaso de precipitados se usaron 80 g de metanol aproximadamente por 1,5-2 g aproximadamente de mezcla de polimerización enfriada para precipitar el polímero formado en la solución de estireno. El precipitado obtenido se filtró, se secó para eliminar el metanol, y se pesó.

El peso del precipitado formado se presenta como porcentaje de polímero formado en las tablas siguientes.

Cabe señalar que el estireno se purificó antes de su uso eliminando los estabilizantes.

En los siguientes ejemplos, el aditivo anterior es un nitroxido, que es 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ol (o 4 Hidroxi Tempo o 4-HT), que se toma en una cantidad de 100, 200, 300, 500 o 1000 ppm aproximadamente en peso de estireno.

En los siguientes ejemplos, el presente aditivo es una composición que comprende nitroxido que es 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ol (o 4 Hidroxi Tempo o 4-HT), y una amina alifática terciaria que es triisopropanol amina (TIPA) que contiene tres grupos hidroxilo, en la que se añade de 1 aproximadamente a 20 ppm aproximadamente de TIPA

a la cantidad pesada de nitróxido.

Experimento 1:

Los resultados del Experimento principal anterior cuando se realiza con 10 g de estireno destilado calentando a 120 °C durante 2 horas se proporcionan en la Tabla I.

5

Tabla I

Dosificación activa de la composición aditiva de la técnica anterior (ppm) ↓	% de polímero formado con el aditivo de la técnica anterior	Dosificación activa de la presente composición aditiva (ppm) ↓	% de polímero formado con la presente composición	Efectos técnicos de la presente composición
100 ppm	13,19	100 + 4 TIPA	11,22	La eficacia de la inhibición de la polimerización de nitróxido se mejora, y el porcentaje de polímero formado se reduce sustancialmente con la adición de amina alifática terciaria en nitróxido
		100 + 10 TIPA	10,9	
		100 + 15 TIPA	6,28	
		100 + 20 TIPA	4,3	
200 ppm	9,38	100 + 15 TIPA	6,28	
		100 + 20 TIPA	4,3	
300 ppm	5,1	100 + 20 TIPA	4,3	

De la Tabla I anterior se entiende que cuando solo se añaden de 4 ppm a 20 ppm de TIPA a 100 ppm de 4HT (aditivo de la técnica anterior), la eficacia de 4HT para controlar e inhibir la polimerización de estireno se mejora de forma sustancial, sorprendente e inesperada.

10 También se puede observar en la Tabla I que la polimerización de estireno se reduce de forma sustancial, sorprendente e inesperada solo con la adición de 4 ppm a 20 ppm de TIPA en 100 ppm de 4HT (aditivo de la técnica anterior).

15 Cabe señalar que el porcentaje de polímero formado con 100 ppm de 4HT solo se reduce sustancialmente desde el 13,19% al 11,22%, al 10,9%, al 6,28%, y al 4,3%, respectivamente, cuando se añaden 4 ppm (3,85% de la composición total), 10 ppm (9,09% de la composición total), 15 ppm (13,04% de la composición total) y 20 ppm (16,67% de la composición total) de TIPA a 100 ppm de 4HT.

20 En la Tabla I también se puede observar que para la composición que comprende 100 ppm de 4HT y 15 ppm de TIPA (13,04% de TIPA de la composición total), el porcentaje de polímero formado es de forma sustancial, sorprendente e inesperada inferior al porcentaje de polímero formado con la composición constituida por 200 ppm de 4HT, lo que significa que con la presente composición se produce un ahorro de la mitad de la dosificación de 4HT, y por tanto es económica y respetuosa con el medioambiente.

25 En la Tabla I también se puede observar que para la composición que comprende 100 ppm de 4HT y 20 ppm de TIPA (16,67% de TIPA de la composición total), el porcentaje de polímero formado es de forma sustancial, sorprendente e inesperada inferior al porcentaje de polímero formado con la composición constituida por 300 ppm de 4HT, lo que significa que con la presente composición se produce un ahorro de dos tercios de la dosificación de 4HT, y por tanto es económica y respetuosa con el medioambiente.

Experimento 2

Los resultados del Experimento principal anterior cuando se realiza con 10 g de estireno destilado calentando a 135 °C durante 2 horas se proporcionan en la Tabla II.

Tabla II

Dosificación activa de la composición aditiva de la técnica anterior (ppm) ↓	% de polímero formado con el aditivo de la técnica anterior	Dosificación activa de la presente composición aditiva (ppm) ↓	% de polímero formado con la presente composición	Efectos técnicos de la presente composición
500 ppm	16,7	500 + 5 TIPA	6,45	La eficacia de la inhibición de la polimerización de nitróxido se mejora, y el porcentaje de polímero formado se reduce sustancialmente con la adición de amina alifática terciaria en nitróxido
		500 + 10 TIPA	6,05	
		500 + 15 TIPA	5,72	
		500 + 20 TIPA	4,9	
1000 ppm	6,13	500 + 10 TIPA	6,05	
		500 + 15 TIPA	5,72	
		500 + 20 TIPA	4,9	

De la Tabla II anterior se entiende que cuando solo se añaden de 5 ppm a 20 ppm de TIPA a dosificaciones incluso superiores a 500 ppm de 4HT (aditivo de la técnica anterior) y la corriente de estireno con aditivo se trata incluso a temperaturas superiores a 135 °C, la eficacia de 4HT para controlar e inhibir la polimerización de estireno se mejora de forma sustancial, sorprendente e inesperada.

También se puede observar en la Tabla II que la polimerización de estireno se reduce de forma sustancial, sorprendente e inesperada solo con la adición de 5 ppm a 20 ppm de TIPA en 500 ppm de 4HT (aditivo de la técnica anterior).

Cabe señalar que el porcentaje de polímero formado con 500 ppm de 4HT solo se reduce sustancialmente incluso a temperaturas superiores a 135 °C aproximadamente desde el 16,7% al 6,45%, al 6,05%, al 5,72% y al 4,9, respectivamente, cuando se añaden 5 ppm (apenas el 0,99% de la composición total), 10 ppm (apenas el 1,96% de la composición total), 15 ppm (apenas el 2,91% de la composición total) y 20 ppm (apenas el 3,85% de la composición total) de TIPA a 500 ppm de 4HT. La reducción conseguida es incluso superior a 3 veces aproximadamente.

En la Tabla II también se puede observar que para la composición que comprende 500 ppm de 4HT y 10 ppm de TIPA (apenas el 1,96% de TIPA de la composición total), el porcentaje de polímero formado es de forma sustancial, sorprendente e inesperada inferior al porcentaje de polímero formado con la composición constituida por 1000 ppm de 4HT, lo que significa que con la presente composición se produce un ahorro de la mitad de la dosificación de 4HT, y por tanto es económica y respetuosa con el medioambiente.

Experimentos 3 a 5:

En los siguientes ejemplos, para el Experimento principal anterior, la composición aditiva de la técnica anterior es 4HT, que se toma en una cantidad de 100, 200, y 300 ppm aproximadamente, y la presente composición aditiva es una composición que comprende 4HT que es nitróxido, y además que comprende TIPA, THEED, Quadrol, TEA, TBA, MEA, OA, DBA que son aminas de la presente invención, que se toman en una relación ponderal de 99:1, 98:2, 95:5, 90:10, 85:15, 80:20, 70:30 y 50:50, la composición se lleva hasta 100, 200 y 300 ppm.

El inventor además ha comparado los resultados de las presentes composiciones con composiciones aditivas que comprenden 4HT y una amina seleccionada del grupo constituido por UOP5, EDA, TEPA, DPA, o DEA con fines comparativos.

Como se puede observar de los datos en las Tablas III, IV y V, con la adición de 1 aproximadamente a 150 ppm aproximadamente de TIPA, THEED, Quadrol, TEA, TBA, MEA, OA o DBA a 4HT formando un total de 100, 200 y 300 ppm de la composición de manera que tenga 4HT:amina en una relación ponderal de 99:1, 98:2, 95:5, 90:10, 85:15, 80:20, 70:30 y 50:50, en general se mejora la eficacia de la composición aditiva de la técnica anterior constituida por 4HT para controlar e inhibir la polimerización de estireno de forma sorprendente e inesperada.

Como se puede observar, cuando la presente composición comprende una cualquiera de las aminas seleccionadas entre un grupo constituido por N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina (THEED) y N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina (Quadrol), entonces se mejora sustancialmente la eficacia para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno de los nitróxidos; no obstante, la mejora no es tan sustancial como para la composición que comprende tris(2-hidroxipropil)amina (TIPA). Por lo tanto, en cuanto a la realización más preferida de la presente invención, la tris(2-hidroxipropil)amina (TIPA) es la amina

más preferida.

Como también se puede observar, cuando la presente composición comprende una cualquiera de las aminas seleccionadas entre un grupo constituido por trietanolamina (TEA), Tris[N-butilamina] (TBA), monoetanolamina (MEA), octil amina (OA), dibutil amina (DBA), entonces se mejora la eficacia para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno de los nitroxidos; no obstante, la mejora no es tan sustancial como para la composición que comprende N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxiethyl)etilen-diamina (THEED) o N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxiethyl)etilen-diamina (Quadrol). Por lo tanto, en cuanto a la realización más preferida de la presente invención, la N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxiethyl)etilen-diamina (THEED) y N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxiethyl)etilen-diamina (Quadrol) son las aminas más preferidas.

Como se puede observar, la dibutil amina (DBA), de forma sorprendente e inesperada, demuestra una mejor eficacia cuando se usa en composiciones de dosificaciones de 200 ppm aproximadamente o superior.

Como también se puede observar, cuando la composición comprende una cualquiera de las aminas comparativas seleccionadas entre un grupo constituido por N,N-disec-butil-para-fenilén diamina (UOP5), etilen diamina (EDA), tetraetilenpentamina (TEPA), dipropil amina (DPA), o dietanol amina (DEA), entonces no se mejora la eficacia para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno de los nitroxidos. Por tanto, en una realización, la presente composición no comprende ninguna de las aminas seleccionadas entre un grupo constituido por N,N-disec-butil-para-fenilén diamina (UOP5), etilen diamina (EDA), tetraetilenpentamina (TEPA), dipropil amina (DPA), o dietanol amina (DEA). Cabe señalar que algunas de estas aminas producen una mejora muy marginal en la eficacia de los nitroxidos, pero lo mismo no es viable a nivel comercial.

Cabe señalar que, de forma sorprendente e inesperada, con el incremento en la concentración de amina, es decir, cuando se añade el 20% o superior aproximadamente de la amina a 4HT, la eficacia de la inhibición de la polimerización de la presente composición aditiva se reduce de forma marginal, cuyas razones se desconocen actualmente.

Por consiguiente, en vista de todos los datos experimentales anteriores y su análisis, se puede concluir que únicamente las composiciones aditivas de la presente invención que comprendan 4HT y una amina seleccionada entre un grupo constituido por TIPA, THEED, Quadrol, TEA, TBA, MEA, OA y DBA, de forma sorprendente e inesperada, producen una mejora en el control y la eficacia de inhibición de la polimerización de la composición aditiva de la técnica anterior constituida por 4HT, y estos hallazgos confirman el efecto sinérgico de las presentes composiciones.

Experimento 6:

El Experimento principal anterior también se realizó con un reactor de fondo redondo para la composición aditiva de la técnica anterior constituida por 4HT, y la presente composición aditiva que comprende 4HT y TIPA, y se ha comprobado que con la adición de los presentes aditivos de amina, en general, de forma sorprendente e inesperada, se mejora la eficacia de la composición aditiva de la técnica anterior para controlar e inhibir la polimerización de estireno, incluso en un reactor de fondo redondo.

Tabla VI

Composición	Dosificación activa, ppm	% de polímero
4HT	100	13,27
4HT	200	9,11
4HT	300	6,79
4HT	400	2,32
4HT + TIPA (90:10)	100	10,17
4HT + TIPA (90:10)	200	4,42
4HT + TIPA (95:5)	200	5,15

Los datos experimentales anteriores confirman los efectos sinérgicos y los efectos y ventajas técnicas sorprendentes e inesperadas de la composición aditiva de la presente invención sobre la composición aditiva de la técnica anterior y composiciones comparativas.

Todos los hallazgos anteriores confirman los efectos sinérgicos, sorprendentes e inesperados de la presente composición a temperaturas tanto inferiores como superiores.

Todos los hallazgos anteriores también confirman que se produce un aumento sucesivo en la eficacia del aditivo de la técnica anterior para controlar e inhibir la polimerización de estireno.

- 5 Todos los hallazgos anteriores también confirman que la presente composición es capaz de conseguir una eficacia muy superior para controlar e inhibir la polimerización de estireno con la misma dosificación del aditivo de la técnica anterior, lo que significa que la presente invención produce beneficios económicos y medioambientales.

Los resultados experimentales anteriores confirman que la composición proporcionada en el presente documento es muy superior al aditivo de la técnica anterior, y por tanto, presenta ventajas técnicas y efectos sorprendentes sobre el aditivo de la técnica anterior.

- 10 Cabe señalar que el término "aproximadamente" como se emplea en el presente documento no se pretende que expanda el ámbito de la invención reivindicada, sino que únicamente se ha incorporado para incluir errores experimentales permisibles en el campo de la técnica.

Tabla III

Relación de dosificación activa de 4HT:Amina	Dosificación total (ppm)	Dosificación activa 4HT+ Amina	4HT	4HT/ TIPA	4HT/ THEED	4HT/ Quadrol	4HT/ TEA	4HT/ MEA	4HT/ TBA	4HT/ Octil amina	4HT/ DPA	4HT/ DEA	4HT/ UOP5	4HT/ DBA	4HT/ EDA	4HT/ TEPA
99:1	100	99+1	13,9	11,15	11,65	11,57	12,86	12,50	12,95	12,82	12,27	12,83	13,04	13,33	13,65	13,85
98:2	100	98+2	13,9	10,61	11,16	11,23	12,25	12,18	12,61	12,35	11,86	12,32	13,22	13,58	13,91	14,22
95:5	100	95+5	13,9	8,84	9,81	9,95	11,06	12,08	11,82	11,95	11,68	12,52	13,55	13,78	14,1	14,08
90:10	100	90+10	13,9	7,52	9,15	9,25	10,38	11,83	11,5	11,25	11,58	12,9	13,69	14,01	14,2	14,5
85:15	100	85+15	13,9	7,34	8,89	8,80	9,31	11,25	11,0	10,86	11,94	13,35	13,92	14,25	14,4	14,67
80:20	100	80+20	13,9	7,4	8,45	8,43	9,05	11,05	11,2	11,56	12,60	14,0	14,21	14,4	14,61	14,75
70:30	100	70+30	13,9	8,10	9,26	9,16	9,97	11,20	11,68	12,15	13,24	15,6	14,68	14,64	14,86	15,15
50:50	100	50+50	13,9	8,30	9,92	9,82	10,87	11,98	13,05	13,11	14,56	16,8	15,59	15,11	15,96	16,27

Tabla IV

Relación de dosificación activa de 4HT:Amina	Dosificación total (ppm)	Dosificación activa 4HT+Amina	4HT	4HT/ TIPA	4HT/ THEED	4HT/ Quadrol	4HT/ TEA	4HT/ MEA	4HT/ TBA	4HT/ Octil amina	4HT/ DPA	4HT/ DEA	4HT/ UOP5	4HT/ DBA	4HT/ EDA	4HT/ TEPA
99:1	200	198+2	9,38	3,05	4,49	4,5	8,86	8,2	6,47	9,09	8,8	9,10	9,21	9,33	9,52	9,64
98:2	200	196+4	9,38	2,5	3,87	3,94	7,08	7,87	6,66	8,83	8,33	8,53	9,08	9,67	9,8	9,92
95:5	200	190+10	9,38	2,14	3,47	3,53	5,26	7,41	6,90	8,45	8,03	8,39	9,27	9,82	9,91	10,20
90:10	200	180+20	9,38	1,91	3,12	3,06	4,11	7,21	7,25	8,08	7,42	8,11	9,54	10,02	10,22	10,55
85:15	200	170+30	9,38	1,74	2,75	2,86	3,58	7,08	7,55	7,60	7,11	8,62	9,76	10,33	10,5	10,77
80:20	200	160+40	9,38	1,80	2,42	2,49	3,22	7,25	7,82	7,96	7,66	9,35	10,2	10,52	10,71	11,88
70:30	200	140+60	9,38	2,53	3,22	3,18	4,06	7,64	8,21	8,24	8,11	9,91	10,9	11,0	11,14	12,07
50:50	200	100+100	9,38	3,10	3,65	3,62	4,98	8,25	9,02	9,65	8,95	10,28	11,5	11,5	11,26	12,79

Tabla V

Relación de dosificación activa de 4HT:Amina	Dosificación total (ppm)	Dosificación activa 4HT+ Amina	4HT	4HT/ TIPA	4HT/ THEED	4HT/ Quadrol	4HT/ TEA	4HT/ MEA	4HT/ TBA	4HT/ Octil amina	4HT/ DPA	4HT/ DEA	4HT/ UOP5	4HT/ DBA	4HT/ EDA	4HT/ TEPA
99:1	300	297+3	5,1	1,35	2,28	2,23	4,74	3,95	4,8	4,53	4,15	5,05	5,06	4,91	5,2	5,5
98:2	300	294+6	5,1	1,07	1,50	1,55	4,05	3,24	4,09	3,92	3,53	5,24	4,95	4,63	5,64	5,75
95:5	300	285+15	5,1	0,88	1,41	1,44	3,22	3,08	3,78	3,8	3,30	5,62	5,56	4,23	6,08	6,17
90:10	300	270+30	5,1	0,77	1,17	1,25	2,44	2,84	3,5	3,29	3,15	5,90	5,77	4,05	6,20	6,45
85:15	300	255+45	5,1	0,62	0,95	1,02	2,23	3,04	2,7	2,92	3,04	7,51	6,10	4,35	6,34	6,62
80:20	300	240+60	5,1	0,51	0,79	0,83	1,95	3,55	3,25	3,2	3,41	7,7	7,5	4,65	6,91	7,09
70:30	300	210+90	5,1	0,68	1,09	1,12	2,55	4,22	3,68	3,56	3,9	8,9	8,8	5,26	8,18	8,96
50:50	300	150+150	5,1	0,75	1,70	1,66	3,22	4,82	4,36	4,33	4,55	9,9	9,7	6,55	9,26	10,05

REIVINDICACIONES

1. Composición aditiva para controlar e inhibir la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno que comprende:
 - (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo); y
 - caracterizada porque** dicha composición además comprende una o más de (b) aminas, en la que dicha amina es una amina alifática, y en la que la amina alifática es una amina terciaria.
2. Composición aditiva de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha amina está seleccionada entre el grupo que comprende hidroxil alquil amina terciaria, amina tratada con óxido de etileno, amina tratada con óxido de propileno, y alquil amina terciaria, o sus combinaciones.
3. Composición aditiva de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que dicha hidroxil alquil amina terciaria es tris(2-hidroxipropil)amina (TIPA).
4. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que dicha amina tratada con óxido de etileno es N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED).
5. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que dicha amina tratada con óxido de propileno es N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina).
6. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que dicha hidroxil alquil amina terciaria es trietanolamina (TEA).
7. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 anteriores, en la que dicha alquil amina terciaria es Tris[N-butilamina] (TBA).
8. Composición aditiva para controlar e inhibir la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno que comprende:
 - (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo); y
 - caracterizada porque** dicha composición además comprende (b) una o más aminas, en la que dicha amina es una amina alifática, y
 - en la que la amina alifática está seleccionada entre un grupo que consiste en aminas primarias y secundarias.
9. Composición aditiva de acuerdo con la reivindicación 8, en la que dicha amina primaria está seleccionada entre un grupo que comprende hidroxil alquil amina primaria y alquil amina primaria.
10. Composición aditiva de acuerdo con la reivindicación 8 o 9, en la que dicha amina secundaria es alquil amina secundaria.
11. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en la que dicha hidroxil alquil amina primaria es monoetanolamina (MEA).
12. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, en la que dicha alquil amina primaria es octil amina (OA).
13. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 12, en la que dicha alquil amina secundaria es dibutil amina (DBA).
14. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en la que dicha composición comprende:
 - a) de aproximadamente el 40 a aproximadamente el 99,75% en peso de I) dichos compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo); y
 - b) de aproximadamente el 0,25 a aproximadamente el 60% de II) dichas aminas o sus mezclas.
15. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en la que dicho compuesto de nitróxido (es decir, nitroxilo) está seleccionado entre el grupo que comprende di-ter-butilnitroxilo, 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ol (o 4 Hidroxi Tempo o 4-HT), 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ona, y sus derivados; y di-nitróxidos y derivados que comprenden bis(1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-il)sebacato, bis(1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-il)succinato, bis(1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-il)adipato, y sus mezclas.
16. Composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en la que dicha composición no comprende nitrocompuestos aromáticos.
17. Un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno mediante la adición de una composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las

reivindicaciones 1 a 16 anteriores a una corriente de monómeros, en la que dicha composición comprende:

- (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo); y
- caracterizada porque** dicha composición además comprende una o más de (b) dichas aminas; y dicha composición se añade a dichos monómeros.

- 5 18. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17, en el que se añaden de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 2000 ppm de dicha composición a una corriente de monómeros aromáticos de vinilo en base al peso de monómero.
- 10 19. Un procedimiento de uso de una composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16 anteriores para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que dicha composición comprende:
 - (a) uno o más compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo); y
 - caracterizada porque** dicha composición además comprende una o más de (b) dichas aminas; y dichos monómeros se tratan con dicha composición.
- 15 20. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 19, en el que dicha corriente de monómeros aromáticos de vinilo se trata con aproximadamente 0,01 a aproximadamente 2000 ppm de dicha composición en base al peso de monómero.
- 20 21. Un procedimiento para la preparación de una composición aditiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16 anteriores para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo que incluyen estireno, en el que el procedimiento comprende:
 - (A) la mezcla de uno o más de dichos compuestos de nitróxido (es decir, nitroxilo), **caracterizado porque** dicho compuesto de nitróxido (es decir, nitroxilo) o una de sus mezclas se mezcla adicionalmente con una o más de
 - (B) dichas aminas.
22. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 21, en el que dicho uno o más compuestos de nitróxido, y dicha una o más aminas se añaden a la corriente de monómero de forma individual.
- 25 23. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 17 a 20 anteriores, en el que dicha composición se usa a lo largo de un intervalo de temperaturas que varía entre 50 °C aproximadamente y 180 °C aproximadamente.