

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 686 127**

(51) Int. Cl.:

**C07C 7/20** (2006.01)  
**C08F 2/40** (2006.01)  
**C09K 15/18** (2006.01)  
**C09K 15/24** (2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.08.2013 PCT/IB2013/056787**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **27.02.2014 WO14030131**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.08.2013 E 13765802 (7)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.06.2018 EP 2888212**

---

(54) Título: **Composición de derivados de métido de quinona y aminas para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros, y procedimiento de preparación y uso de la misma**

(30) Prioridad:

**24.08.2012 IN MM24652012**

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

**16.10.2018**

(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 2 686 127 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 derivados de métido de quinona y aminas para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros, y procedimiento de preparación y uso de la misma

**Campo de la invención**

- 5 La presente invención se refiere a una composición de aditivo que comprende derivados de métido de quinona (QM) y aminas para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos (se pueden denominar "monómero" o "monómeros" o "corriente de monómero" o "corriente de monómeros"), particularmente de estireno.
- 10 En una realización, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una composición de aditivo que comprende derivados de métido de quinona (QM) y aminas para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros, particularmente de estireno.
- 15 En otra realización, la presente invención se refiere a un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, empleando la composición de aditivo que comprende derivados de métido de quinona (QM) y aminas.

En otra realización adicional, la presente invención se refiere al uso, o a un procedimiento de uso, de una composición de aditivo que comprende derivados de métido de quinona (QM) y aminas para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros, particularmente de estireno.

**Antecedentes de la invención**

- 20 La polimerización de monómeros, particularmente de estireno, durante el procesamiento es un motivo de preocupación ya que causa la formación de polímeros indeseados y da como resultado una pérdida de rendimiento del producto final y hace que el procedimiento sea poco rentable.

En la técnica anterior, se ha comunicado el uso de inhibidores y retardadores y combinaciones de los mismos para resolver el problema de la polimerización del estireno.

El problema de usar los inhibidores solos es que estos se han de añadir de modo continuo o a intervalos regulares, ya que una vez consumidos, se reanuda de nuevo la polimerización.

- 25 El problema de usar los retardadores solos es que estos no son muy eficaces para reducir la polimerización del estireno a un nivel de inhibición sustancial o al nivel de inhibición comercialmente aceptable.

30 La técnica anterior desvela el uso de algunos derivados de métido de quinona (QM) que incluyen la 4-benciliden-2,6-di-terc-butil-ciclohexa-2,5-dienona como inhibidor de la polimerización. Sin embargo, el inventor ha descubierto [remítase a los ejemplos - Tabla 1] que el principal problema de usar el métido de quinona (QM) es que se ha de emplear en cantidades mayores para conseguir un nivel de inhibición comercialmente aceptable, y tal cantidad mayor no solo conlleva un aumento de los costes del procedimiento sino que, además, da como resultado la formación de productos indeseados debido a la naturaleza inestable del métido de quinona.

35 La técnica anterior propone también una composición basada en métido de quinona que comprende derivados de métido de quinona (QM) que incluyen la 4-benciliden-2,6-di-terc-butil-ciclohexa-2,5-dienona y el 4HT (4-hidroxitempo 2,2,6,6-tetrametil-, 1-óxido) como inhibidor de la polimerización del estireno. Sin embargo, el inventor ha encontrado que el principal problema del uso de esta composición conocida de métido de quinona es que, incluso a concentraciones más elevadas, el problema de la polimerización no está resuelto a un nivel comercialmente aceptable.

40 La técnica anterior [US 7 651 635] desvela el uso de una combinación de un inhibidor y un retardador, en el que el inhibidor es un "inhibidor de la polimerización" que consiste en una alquilhidroxilamina y el retardador es un métido de quinona 7-sustituido (QM sustituido). El principal problema de esta composición es que emplea un inhibidor que se consume continuamente y se va agotando gradualmente y, por tanto, el inhibidor se ha de añadir continuamente o intermitentemente o, al menos, hay que asegurarse de que se mantiene una cantidad apropiada de inhibidor en el sistema [Col. 4, líneas 7-13 de US '635].

45 La publicación de patente internacional (PCT) en trámite junto con la presente con n.º WO 2013/054353 A1 (solicitud de patente PCT n.º PCT/IN2012/000553) desvela una composición de aditivo que comprende métido de quinona (QM), y amina o un derivado de amina tratado con óxido.

La otra solicitud de patente internacional (PCT) en trámite junto con la presente con n.º PCT/IN2012/000839 desvela una composición de aditivo que comprende:

- 50 (A) uno o más del métido de quinona o derivados del mismo,  
(B) uno o más de compuestos nitróxido (es decir, nitroxilo), y

caracterizada porque dicha composición comprende además:

(C) una o más aminas terciarias alifáticas o mezclas de las mismas.

#### **Necesidad de la invención**

Por tanto, sigue existiendo la necesidad de una composición de aditivo que no solo sea adecuada para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, sino que también se requiera en una dosis muy baja.

Existe también la necesidad de disponer de un procedimiento de preparación de una composición de aditivo adecuada para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, particularmente a una dosis muy baja.

10 Existe también la necesidad de disponer de un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno empleando la composición de aditivo que comprende derivados de métido de quinona (QM) y aminas, que se requiere también en una dosis más baja.

15 Igualmente, existe la necesidad de disponer de un uso, o un procedimiento de uso, de una composición de aditivo para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, particularmente a una dosis muy baja.

#### **Problema que ha de resolver la invención**

20 Por tanto, la presente invención tiene como objetivo proporcionar una solución a los problemas industriales existentes anteriormente descritos mediante la provisión de una composición de aditivo que no solo es adecuada para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, sino que también se requiere en una dosis muy baja.

La presente invención tiene también como objetivo proporcionar una solución a los problemas industriales existentes anteriormente descritos mediante la provisión de un procedimiento de preparación de una composición de aditivo adecuada para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, particularmente a una dosis muy baja.

25 La presente invención tiene también como objetivo proporcionar una solución a los problemas industriales existentes anteriormente descritos mediante la provisión de un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno empleando la composición de aditivo que comprende derivados de métido de quinona (QM) y aminas, que se requiere también en una dosis más baja.

30 La presente invención tiene también como objetivo proporcionar una solución a los problemas industriales existentes anteriormente descritos mediante la provisión de un uso, o un procedimiento de uso, de una composición de aditivo adecuada para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, particularmente a una dosis muy baja.

#### **Objetos de la invención**

35 De acuerdo con esto, el principal objeto de la presente invención es proporcionar una composición de aditivo que no solo es adecuada para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, sino que también se requiere en una dosis más baja en comparación con la dosis de los aditivos de la técnica anterior para conseguir el mismo o un mejor nivel de inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno.

40 Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento de preparación de la composición de aditivo adecuada para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, particularmente a una dosis más baja en comparación con la dosis de los aditivos de la técnica anterior para conseguir el mismo o un mejor nivel de inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno.

45 Otro objeto adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno empleando la composición de aditivo que comprende derivados de métido de quinona (QM) y aminas, la cual se ha de emplear a una dosis más baja en comparación con la dosis de los aditivos de la técnica anterior para conseguir el mismo o un mejor nivel de inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno.

50 Otro objeto más de la invención es proporcionar el uso o un procedimiento de uso de la composición de aditivo para el control y la inhibición sustancial de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, particularmente a una dosis más baja en comparación con la dosis de los aditivos de la técnica anterior para conseguir el mismo o un mejor nivel de inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno.

La presente invención tiene como objetivo proporcionar una composición de aditivo que pueda proporcionar un nivel de inhibición de la polimerización comercialmente aceptable, esto es, que pueda reducir la polimerización de monómeros que incluyen el estireno incluso a una menor dosis de ingrediente activo en comparación con la dosis de los aditivos de la técnica anterior, para conseguir el mismo o un mejor nivel de inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno.

La presente invención tiene también como objetivo proporcionar una composición de aditivo en la que la cantidad de derivado de métido de quinona (QM) se reduce sustancialmente en la composición de aditivo y, por tanto, la composición de la presente invención es comparativamente económica. Los derivados de métido de quinona (QM) son costosos y no están fácilmente disponibles.

10 Otros objetos y ventajas de la presente invención se harán más evidentes a partir de la siguiente descripción cuando se interprete junto a los ejemplos, que no pretenden limitar el alcance de la presente invención.

#### **Descripción y realizaciones preferentes de la invención**

15 Con el objetivo de superar los problemas de la técnica anterior previamente descritos y de conseguir los objetos de la invención previamente descritos, el inventor ha descubierto que cuando se emplea una composición que comprende:

- (a) uno o más derivados de métido de quinona (QM); y
- (b) una o más aminas no inhibidoras de la polimerización preferentes

20 de la presente invención, la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, de forma sorprendente e inesperada está controlada e inhibida sustancialmente a un nivel comercialmente aceptable (tal como se ha definido en el presente documento), esto es, el rendimiento del aditivo que consiste solamente en derivados de métido de quinona (QM) solos, o solamente en una amina no inhibidora de la polimerización preferente sola, mejora sustancialmente cuando se usa una composición que comprende la combinación de (a) uno o más de los derivados de QM y (b) una o más de las aminas no inhibidoras de la polimerización preferentes, lo que confirma efectos sinérgicos, sorprendentes e inesperados, de la composición proporcionada en el presente documento. El inventor ha descubierto que las aminas no inhibidoras de la polimerización, que se ha encontrado que tienen los efectos sinérgicos, sorprendentes e inesperados, discutidos anteriormente, son aminas terciarias, y según los hallazgos del inventor la amina terciaria se puede seleccionar entre un grupo que consiste en:

- 25
- (i) triisopropanolamina (TIPA),
  - (ii) N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina (THEED), y
  - (iii) mezcla de las mismas.

30 El inventor ha descubierto además que es asimismo sorprendente e inesperado que la composición que comprende el derivado métido de quinona (QM) y una amina no inhibidora de la polimerización, particularmente una amina terciaria distinta a las aminas terciarias (i), (ii) y (iii) anteriormente mencionadas, puede tener efecto en el control y la inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, y el rendimiento de esa composición puede ser comparativamente mejor que el rendimiento de la composición de aditivo que consiste solamente en esa amina terciaria; sin embargo, el rendimiento de esa composición es comparativamente peor que el rendimiento de la composición de aditivo que consiste solamente en un derivado de QM solo, lo que confirma efectos sinérgicos, sorprendentes e inesperados, de la composición proporcionada en el presente documento.

35 Por tanto, la presente invención se refiere a una composición de aditivo para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno y que consiste en:

- (a) uno o más derivados de métido de quinona; y

40 CARACTERIZADA PORQUE la composición comprende además:

- (b) una o más aminas terciarias,

45 en la que dicha amina terciaria se selecciona entre un grupo que consiste en:

- (i) triisopropanolamina (TIPA),
- (ii) N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina (THEED), y
- (iii) una mezcla de las mismas;

50 en la que el derivado de métido de quinona se selecciona entre el grupo que comprende:

- i) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-ciano derivado de métido de quinona;
- ii) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-ácido derivado de métido de quinona;
- ii) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-éster derivado de métido de quinona; y
- iv) una mezcla de los mismos;

en la que el derivado de mítido de quinona y la amina terciaria están presentes en una proporción de porcentajes en peso que varía de 99,99:0,01 a 40:60, preferentemente que varía de 99,99:0,01 a 50:50.

De acuerdo con esto, la presente invención se refiere también a un procedimiento de preparación de la composición de aditivo de la presente invención para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento mezclar uno o más derivados de mítido de quinona y una o más aminas terciarias.

De acuerdo con esto, la presente invención se refiere también al uso de la composición de aditivo de la presente invención para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento añadir la composición de aditivo de la presente invención a una unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno, en el que el componente (a) y el componente (b) de la presente composición de aditivo se añaden bien juntos después de haberlos mezclado entre sí o bien por separado.

De acuerdo con esto, la presente invención se refiere también al procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento añadir la composición de aditivo de la presente invención a una unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno.

De acuerdo con esto, en una realización, la presente invención se refiere a una composición de aditivo para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, consistiendo la composición en:

(a) uno o más de los derivados de mítido de quinona; y

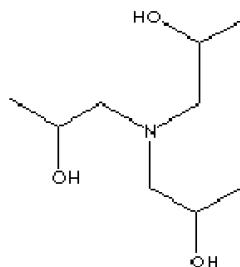
20 CARACTERIZADA PORQUE la composición comprende además:

(b) una o más de las aminas no inhibidoras de la polimerización, que son aminas terciarias.

La expresión "amina no inhibidora de la polimerización" significa, contrariamente a la divulgación y enseñanzas de la técnica anterior, que la amina *per se* no es capaz de inhibir la polimerización del estireno hasta un nivel aceptable (comercialmente) tal como se ha discutido previamente. Se ha descubierto que las "más aminas no inhibidoras de la polimerización" de la presente invención y las aminas comparativas dan como resultado una polimerización sustancialmente elevada de aproximadamente un 14,64 % a un 17,80 % de polimerización del estireno frente a un 19,66 % de polimerización de estireno para un ejemplo en blanco efectuado sin amina (véase la Tabla 2) y, por tanto, las "aminas terciarias" de la presente invención y las aminas comparativas se denominan "aminas no inhibidoras de la polimerización".

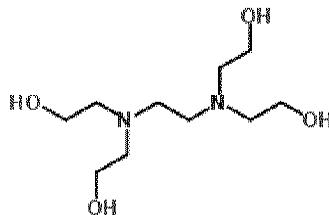
30 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, la amina terciaria alifática de la presente invención contienen uno o más grupos hidroxilo, y en la que dicho uno o más grupos hidroxilo están en la cadena de alquilo de dicha amina terciaria.

De acuerdo con la presente invención, cuando dicha amina terciaria alifática contiene tres grupos hidroxilo es la triisopropanolamina (TIPA) que tiene la siguiente Fórmula estructural I, y cuando dicha amina terciaria alifática contiene cuatro grupos hidroxilo es la N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED) que tiene la siguiente Fórmula estructural II..



Fórmula - I

## (Triisopropanolamina (TIPA])



## Fórmula - II

**N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED))**

- 5 De acuerdo con esto, en otra realización, la presente invención se refiere a una composición de aditivo para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, consistiendo la composición en:
- (a) uno o más de los derivados de métido de quinona; y
- CARACTERIZADA PORQUE la composición comprende además:
- 10 (b) una o más de las aminas terciarias,
- en la que dicha amina terciaria se selecciona entre un grupo que consiste en:
- (i) triisopropanolamina (TIPA),  
 (ii) N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED), y  
 (iii) mezcla de las mismas.
- 15 De acuerdo con esto, en otra realización, la presente invención se refiere a una composición de aditivo para el control y la inhibición de la polimerización del estireno, consistiendo la composición en:
- (a) uno o más de los derivados de métido de quinona; y
- CARACTERIZADA PORQUE la composición comprende además:
- (b) una o más de las aminas terciarias,
- 20 en la que dicha amina terciaria es la triisopropanolamina (TIPA).
- De acuerdo con esto, en otra realización adicional, la presente invención se refiere a una composición de aditivo para el control y la inhibición de la polimerización del estireno, consistiendo la composición en:
- (a) uno o más de los derivados de métido de quinona; y
- CARACTERIZADA PORQUE la composición comprende además:
- 25 (b) una o más de las aminas terciarias,
- en la que dicha amina terciaria es la N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED).
- De acuerdo con esto, en otra realización adicional, la presente invención se refiere a una composición de aditivo para el control y la inhibición de la polimerización del estireno, consistiendo la composición en:
- (a) uno o más de los derivados de métido de quinona; y
- 30 CARACTERIZADA PORQUE la composición comprende además:
- (b) una o más de las aminas terciarias,
- en la que dicha amina terciaria es una combinación de:
- (i) triisopropanolamina (TIPA), y  
 (ii) N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina) (THEED).
- 35 De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, el derivado de métido de quinona se selecciona entre un grupo que comprende:

i) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-ciano derivado de métido de quinona;  
 ii) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-ácido derivado de métido de quinona;  
 iii) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-éster derivado de métido de quinona; y  
 iv) combinaciones de los mismos.

5 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, el derivado de métido de quinona es el alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-éster derivado de métido de quinona.

De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, el grupo alquilo se selecciona entre un grupo que comprende el grupo metilo, el grupo etilo y el grupo propilo.

10 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, el derivado de métido de quinona no incluye derivados de 7-aryl quinona.

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, el derivado de métido de quinona y la amina terciaria están presentes en la presente composición en una proporción de porcentajes en peso, en la que la proporción de porcentajes en peso se selecciona entre el grupo que comprende la proporción de porcentajes en peso de

15 derivado de métido de quinona : amina terciaria que varía entre

i. 99,99:0,01 a 40:60,

ii. 99,9:0,1 a 50:50,

iii. 99:1 a 60:40,

iv. 95:5 a 70:30, y

20 v. 90:10 a 85:15.

De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, la polimerización de monómeros que incluyen el estireno se reduce de modo sorprendente e inesperado desde aproximadamente un 5,90 % cuando se usan aproximadamente 100 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 4,3 % cuando se usa la composición de la presente invención que consiste en aproximadamente 100 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 1 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 99,01:0,99, la cual se reduce adicionalmente hasta un 1,46 % cuando se usan 100 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 100 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 1:1.

30 De acuerdo con otra de las realizaciones preferentes de la presente invención, la polimerización de monómeros que incluyen el estireno se reduce sustancialmente de modo sorprendente e inesperado desde aproximadamente un 1,99 % cuando se usan aproximadamente 150 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 0,89 % cuando se usa la composición de la presente invención que consiste en aproximadamente 150 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 0,75 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 99,05:0,50, la cual se reduce adicionalmente hasta un 0,08 % cuando se usan 150 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 150 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 1:1.

35 De acuerdo con otra más de las realizaciones preferentes de la presente invención, la polimerización de monómeros que incluyen el estireno se reduce sustancialmente de modo sorprendente e inesperado desde aproximadamente un 0,90 % cuando se usan aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 0,78 % cuando se usa la composición de la presente invención que consiste en aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 0,10 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 99,95:0,05, la cual se reduce adicionalmente hasta un 0,55% cuando se usan 200 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 0,5 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 99,75:0,25, la cual se reduce además sustancialmente hasta un 0,07 % cuando se usan aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 30 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 86,96:13,04, la cual se reduce además sustancialmente hasta el 0 % cuando se usan aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 40 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 83,33:16,67.

40 De acuerdo con otra de las realizaciones preferentes de la presente invención, la polimerización de monómeros que incluyen el estireno se reduce sustancialmente de modo sorprendente e inesperado desde aproximadamente un 0,23 % cuando se usan aproximadamente 300 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 0,15 % cuando se usa la composición de la presente invención que consiste en aproximadamente 300 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 0,10 ppm de TIPA, es decir,

cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 99,97:0,03, la cual se reduce adicionalmente hasta un 0,07 % cuando se usan 300 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 0,5 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 99,83:0,17, la cual se reduce adicionalmente hasta un 0 %

5 cuando se usan 300 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 1 ppm de TIPA, es decir, cuando el derivado éster de QM y la amina terciaria se toman en una proporción de porcentajes en peso de 99,67:0,33.

Efectos similares se han encontrado cuando la TIPA se sustituye por la THEED o cuando la TIPA se combina con la THEED.

10 Cabe señalar que en las realizaciones anteriores, la polimerización de monómeros que incluyen el estireno se ha reducido sustancialmente, la cual, en realizaciones preferentes, se ha reducido hasta menos de aproximadamente un 2,0 %, en otras realizaciones preferentes se ha reducido hasta menos de aproximadamente un 1,5 %, y en otras realizaciones preferentes se ha reducido hasta menos de aproximadamente un 1,0 %, y aún en otras realizaciones preferentes se ha reducido hasta aproximadamente un 0 % o a un 0 %.

15 Cuando se comparan los resultados de la presente composición con los de las composiciones que consisten solamente en amina sola, estos son mucho mejores para la presente composición, es decir, la presente composición se ha mejorado mucho más sustancialmente que la composición que consiste solamente en amina sola.

Por tanto, los hallazgos anteriores confirman los efectos sinérgicos, sorprendentes e inesperados, de las composiciones proporcionadas en el presente documento.

20 El inventor ha descubierto que si la amina no inhibidora de la polimerización se selecciona entre una o más de las siguientes aminas terciarias, entonces, de modo sorprendente e inesperado, la eficacia del derivado de QM no mejora, por el contrario, aumenta la polimerización del estireno, es decir, el inventor ha descubierto que la polimerización del estireno, de modo sorprendente e inesperado, aumenta cuando las aminas terciarias de la presente invención son sustituidas por una o más de las aminas seleccionadas entre un grupo que consiste en:

- 25 i) N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina) Quadrol®;  
 ii) tetraetilenpentamina (TEPA);  
 iii) trietanolamina (TEA); y  
 iv) tris(N-butilamina) (TBA).

30 Por ejemplo, la polimerización del estireno aumenta de modo sorprendente e inesperado desde aproximadamente un 5,90 % cuando se usan aproximadamente 100 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 6,10 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 100 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 1 ppm de amina no inhibidora de la polimerización, especialmente Quadrol®, y hasta aproximadamente un 8,38 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 100 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 1 ppm de amina no inhibidora de la polimerización, especialmente tributilamina (TBA), y hasta aproximadamente un 8,63 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 100 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 1 ppm de amina no inhibidora de la polimerización, especialmente trietanolamina (TEA).

35 Análogamente, por ejemplo, la polimerización del estireno aumenta de modo sorprendente e inesperado desde aproximadamente un 0,90 % cuando se usan aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 1,10 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 5 ppm de Quadrol®, y aumenta hasta aproximadamente un 1,25 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 5 ppm de TBA, y hasta aproximadamente un 1,32 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 5 ppm de TEA.

45 El inventor ha descubierto además que la polimerización del estireno aumenta de modo sorprendente e inesperado cuando las aminas terciarias de la presente invención son sustituidas por uno o más de los compuestos nitróxido que incluyen el 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperindin-4-ol (o 4-hidroxi-TEMPO o 4-HT).

50 Por ejemplo, la polimerización del estireno aumenta de modo sorprendente e inesperado desde aproximadamente un 5,90 % cuando se usan aproximadamente 100 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 6,11 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 100 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 5 ppm de 4HT, y aumenta desde aproximadamente un 1,99 % cuando se usan aproximadamente 150 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 2,70 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 150 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 5 ppm de 4HT, y aumenta desde aproximadamente un 0,90 % cuando se usan aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona solo hasta aproximadamente un 1,21 % cuando se usa la composición que consiste en aproximadamente 200 ppm de derivado éster de métido de quinona y aproximadamente 5 ppm de 4HT.

El inventor ha descubierto además que la polimerización del estireno aumenta de modo sorprendente e inesperado cuando se usa la composición que consiste en derivado de quinona y TEPA.

Así pues, de acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, los compuestos Quadrol®, TEPA, TBA, TEA, y 4HT están excluidos del ámbito de la presente invención.

5 Por tanto, de acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, la composición de aditivo de la presente invención no comprende una o más de las siguientes aminas:

- i) N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina) Quadrol®;
- ii) tetraetilenpentamina (TEPA);
- iii) trietanolamina (TEA); y
- iv) tris(N-butilamina) (TBA).

10 Asimismo, de acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, la composición de aditivo de la presente invención no comprende compuestos nitróxido (es decir, nitroxilo) que incluyen el 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperindin-4-ol (o 4-hidroxi-TEMPO o 4-HT).

15 Sin embargo, como se puede observar, la comparación de la eficacia de polimerización con las aminas terciarias de la presente invención confirma los efectos sinérgicos, sorprendentes e inesperados, de las composiciones proporcionadas en el presente documento.

20 Cabe señalar que, de acuerdo con la presente invención, los derivados de QM se pueden preparar mediante cualquier procedimiento convencionalmente conocido. Por ejemplo, los derivados de QM, particularmente el derivado éster de QM se puede preparar mediante un procedimiento divulgado en la patente de Estados Unidos con n.º 5 583 247.

En una realización de la presente invención, las composiciones de aditivo de la presente invención se pueden usar en una cantidad que se selecciona entre el grupo que comprende la cantidad que varía de:

- a. 0,01 a 2000 ppm,
- b. 1 a 1200 ppm,
- c. 5 a 1000 ppm,
- d. 50 a 500 ppm, y
- e. 100 a 300 ppm, y

que se añade a la corriente de monómeros vinil aromáticos basada en el peso de los monómeros.

30 En una realización, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de la composición de aditivo de la presente invención anteriormente descrita para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, en el que la composición de aditivo, que consiste en uno o más de los derivados de método de quinona y una o más de las aminas terciarias, se prepara mezclando uno o más de los derivados de método de quinona y una o más de las aminas terciarias de la presente invención.

35 De acuerdo con esto, en una de las realizaciones, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de la composición de aditivo de la presente invención para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento mezclar uno o más de los derivados de método de quinona y una o más de las aminas terciarias de la presente invención.

40 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, los derivados de método de quinona y las aminas terciarias se mezclan en una proporción de porcentajes en peso seleccionada entre el grupo que comprende la proporción de porcentajes en peso de derivado de método de quinona : amina terciaria que varía entre

- i. 99,99:0,01 a 40:60,
- ii. 99,9:0,1 a 50:50,
- iii. 99:1 a 60:40,
- iv. 95:5 a 70:30, y
- v. 90:10 a 85:15.

45 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, los derivados de método de quinona y las aminas terciarias se pueden mezclar directamente o después de haberlos disuelto en un disolvente, siendo el disolvente capaz de disolver los derivados y las aminas.

50 En otra realización, la presente invención se refiere al uso, o a un procedimiento de uso, de las composiciones de aditivo de la presente invención anteriormente descritas para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros que incluyen el estireno, en el que la composición de aditivo consiste en uno o más de los derivados de método de quinona y una o más de las aminas terciarias de la presente invención.

De acuerdo con la presente invención, las composiciones de aditivo de la presente invención se pueden usar tras

mezclar sus componentes, es decir, en forma de composición premezclada, o bien cada ingrediente de la composición se puede añadir por separado a la unidad de procesamiento del estireno.

De acuerdo con esto, en una de las realizaciones, la presente invención se refiere también al uso, o a un procedimiento de uso, de las composiciones de aditivo de la presente invención para el control y la inhibición de la 5 polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento añadir la composición de aditivo de la presente invención a una unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno, en el que la composición de aditivo consiste en una mezcla de uno o más de los derivados de métido de quinona y una o más de las aminas terciarias de la presente invención.

De acuerdo con esto, en una realización, la presente invención se refiere también al uso, o a un procedimiento de 10 uso, de las composiciones de aditivo de la presente invención anteriormente descritas para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento añadir por separado los componentes de la composición de aditivo de la presente invención a una unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno, en el que la composición de aditivo consiste en el 15 componente a), uno o más de los derivados de métido de quinona, y el componente b), una o más de dichas aminas terciarias de la presente invención.

Se pueden añadir de forma continua para cumplir el requerimiento de flujo continuo de estireno en la unidad de procesamiento o de fabricación. Se pueden añadir directamente a la unidad de procesamiento o de fabricación, o 20 después de haberlos disuelto en un disolvente o diluyente adecuado que puede incluir un disolvente o diluyente aromático. Se pueden añadir bien al inicio del procedimiento o bien cuando ya se ha iniciado el procedimiento de fabricación.

De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, los derivados de métido de quinona y las aminas terciarias se añaden a la unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno en una proporción de porcentajes en peso seleccionada entre el grupo que comprende la proporción de porcentajes en peso de 25

derivado de métido de quinona : amina terciaria que varía entre

- i. 99,99:0,01 a 40:60,
- ii. 99,9:0,1 a 50:50,
- iii. 99:1 a 60:40,
- iv. 95:5 a 70:30, y
- v. 90:10 a 85:15.

De acuerdo con una de las realizaciones de la presente invención, las presentes composiciones se pueden añadir en una de las siguientes cantidades seleccionadas entre el grupo que comprende:

- a. que varía de 0,01 a 2000 ppm,
- b. que varía de 1 a 1200 ppm,
- 35 c. que varía de 5 a 1000 ppm,
- d. que varía de 50 a 500 ppm, y
- e. que varía de 100 a 300 ppm,

a la corriente de monómeros vinil aromáticos en la unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno basadas en el peso de los monómeros.

40 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, los derivados de métido de quinona y las aminas terciarias se añaden bien por separado o bien después de haberlos mezclado entre sí.

De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, los derivados de métido de quinona y las aminas terciarias se pueden añadir también después de haberlos mezclado con un disolvente que es capaz de disolver los derivados y las aminas.

45 En una de las realizaciones, la presente invención se refiere también a un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno mediante la adición de la composición de aditivo de la presente invención al monómero, o la corriente de monómero, o los monómeros, o la corriente de monómeros, en el que la composición se puede añadir en una cantidad tal como se ha definido en el presente documento.

50 De acuerdo con esto, en una de las realizaciones, la presente invención se refiere a un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento añadir la composición de aditivo de la presente invención a una unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno, en el que la composición de aditivo consiste en uno o más de los derivados de métido de quinona y una o más de las aminas terciarias de la presente invención.

55 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, los derivados de métido de quinona y

las aminas terciarias se añaden en una proporción de porcentajes en peso seleccionada entre el grupo que comprende la proporción de porcentajes en peso de derivado de métido de quinona : amina terciaria que varía entre

- i. 99,99:0,01 a 40:60,
- ii. 99,9:0,1 a 50:50,
- iii. 99:1 a 60:40,
- iv. 95:5 a 70:30, y
- v. 90:10 a 85:15.

De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, los derivados de métido de quinona y las aminas terciarias se añaden bien por separado o bien después de haberlos mezclado entre sí.

10 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, los derivados de métido de quinona y las aminas terciarias se pueden añadir también después de haberlos mezclado con un disolvente que es capaz de disolver los derivados y las aminas.

15 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, la composición que consiste en uno o más de los derivados de métido de quinona y una o más de las aminas terciarias se añade a la corriente de monómeros vinil aromáticos en la unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno basada en el peso de los monómeros en una cantidad seleccionada entre el grupo que comprende:

- a. que varía de 0,01 a 2000 ppm,
- b. que varía de 1 a 1200 ppm,
- c. que varía de 5 a 1000 ppm,
- 20 d. que varía de 50 a 500 ppm, y
- e. que varía de 100 a 300 ppm.

25 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, las composiciones de aditivo de la presente invención o preparadas mediante el procedimiento de la presente invención se pueden usar o emplear en un intervalo de temperaturas que se selecciona entre el grupo que comprende una temperatura que varía de 60 °C a 180 °C, y de 90 °C a 140 °C.

De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, en los procedimientos de la presente invención tal como se describen en el presente documento, los monómeros están en una etapa de procesamiento.

30 De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, en los procedimientos de la presente invención tal como se describen en el presente documento, los monómeros están a una temperatura que varía de 60 °C a 180 °C.

De acuerdo con una de las realizaciones preferentes de la presente invención, en los procedimientos de la presente invención tal como se describen en el presente documento, los monómeros están en una etapa de fabricación.

Se puede observar que la expresión "se toman en una proporción de porcentajes que varía de 99:1 a 50:50" y equivalentes pretenden incluir la proporción de 99:1 y de 50:50, y etcétera.

35 Se puede observar también que la expresión "en una proporción de porcentajes" significa "en una proporción de porcentajes en peso" o "en una proporción de tantos por ciento en peso", a menos que se indique específicamente otra cosa.

### **Ejemplos**

40 La presente invención se describe ahora con la ayuda de los siguientes ejemplos, que no pretenden limitar el alcance de la presente invención.

### **Experimento:**

Se disponen 10 g de estireno destilado y la cantidad requerida de la amina en un reactor (equivalente a la unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno que, para los experimentos de laboratorio, puede tener forma de tubo) equipado con un termómetro y una entrada y salida de nitrógeno. Se mantiene un flujo continuo suficiente de N<sub>2</sub> que varía de 10 a 15 ml/min para asegurar una agitación adecuada. El contenido del reactor se calienta hasta aproximadamente 120 °C bajo un flujo continuo de nitrógeno durante 2 h. Al cabo de 2 h, el reactor se enfriá hasta una temperatura por debajo de 10 °C sumergiéndolo en hielo picado. El contenido del reactor se vierte después en un vaso de precipitados que contiene metanol. El precipitado obtenido se filtra, se seca para eliminar el metanol y se pesa. De modo aproximado, para 1,5-2 g de mezcla de polimerización enfriada, se usaron 80 g de metanol a fin de precipitar el polímero formado en la solución de estireno. El peso del precipitado se da como el % de polímero formado en las tablas que siguen a continuación. El estireno se destiló y se purificó antes de su uso a fin de eliminar los estabilizadores.

### **Ejemplos - en blanco y con aditivo de la técnica anterior - métido de quinona:**

Se lleva a cabo el experimento anterior sin aditivo a fin de obtener la lectura en blanco.

El experimento anterior con el aditivo de la técnica anterior -métido de quinona (4-benciliden-2,6-di-terc-butilciclohexa-2,5 dienona) (QM)- se lleva a cabo para dosis de ingrediente activo de 100 ppm y 150 ppm para el QM y con fines comparativos.

5

**Tabla 1**

| Ejemplo N.º | Aditivo                | Dosis ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|------------------------|--------------------------------|---------------------|
| 1           | En blanco              | --                             | 19,66               |
| 2           | Métido de quinona (QM) | 100                            | 9,6                 |
| 3           | Métido de quinona (QM) | 150                            | 7,24                |

Se puede observar en la Tabla 1 anterior que con dicho aditivo de métido de quinona de la técnica anterior para la dosis de aproximadamente 150 ppm, la polimerización del estireno es sustancialmente elevada de aproximadamente un 7,24 %, y para la dosis de aproximadamente 100 ppm, la polimerización del estireno es sustancialmente más elevada de aproximadamente un 9,6 %. Por tanto, se observa que el métido de quinona no es adecuado a dosis más bajas.

**Ejemplos con aminas *per se* de las presentes composiciones y las aminas comparativas:**

Se lleva a cabo el experimento anterior con aminas *per se* a 200 ppm para saber si estas aminas *per se* son capaces de inhibir la polimerización del estireno o no, y los datos se dan en la Tabla 2.

10

**Tabla 2**

| Ejemplo N.º | Aditivo            | Dosis ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|--------------------|--------------------------------|---------------------|
| 4           | TIPA [de Sterling] | 200                            | 17,08               |
| 5           | TIPA [de DOW]      | 200                            | 16,16               |
| 6           | THEED              | 200                            | 17,8                |
| 7           | Quadrol®           | 200                            | 14,64               |
| 8           | TEA                | 200                            | 16,9                |
| 9           | TBA                | 200                            | 16,21               |
| 10          | DEA                | 200                            | 15,27               |
| 11          | MEA                | 200                            | 15,47               |
| 12          | UOP5               | 200                            | 17,80               |

Se puede observar en la Tabla 2 anterior que todas las aminas *per se* que incluyen las aminas de las presentes composiciones, TIPA y THEED, y las aminas comparativas a una dosis de aproximadamente 200 ppm, dan como resultado la polimerización del estireno hasta un grado que varía de aproximadamente un 14,64 % a un 17,80 %, el cual en comparación con los datos del experimento en blanco confirman que las aminas *per se* no son capaces de inhibir la polimerización del estireno y, por tanto, las aminas se han denominado "aminas no inhibidoras de la polimerización".

20

**Ejemplos - en blanco y con aditivo de la técnica anterior - derivado éster de métido de quinona:**

Se lleva a cabo el experimento anterior sin aditivo a fin de obtener la lectura en blanco.

25 El experimento anterior con el aditivo de la técnica anterior -derivado éster de métido de quinona- se lleva a cabo para dosis de ingrediente activo de 100 y 150 ppm con fines comparativos.

**Tabla 3**

| Ejemplo N. <sup>º</sup> | Aditivo   | Dosis ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|---|--------------------------------|---------------------|
| 1                       | En blanco   | --                             | 19,66               |
| 13a                     | Éster de métido de quinona (pureza del 95 % por HPLC) | 100                            | 5,90*               |
| 13b                     | -ídem-  | 150                            | 1,99*               |

\* Nótese que los presentes autores han corregido el error tipográfico en la tabla anterior, cambiando el valor de 5,89 por 5,90, y el de 1,59 por 1,99.

**Ejemplos con la presente composición frente a composiciones de la técnica anterior o comparativas:**

5 El experimento anterior se llevó a cabo con composiciones de la presente invención que consistían en un derivado éster de métido de quinona y aminas terciarias (TIPA y THEED) a fin de conocer la capacidad de inhibición de las composiciones de la presente invención y los datos se compararon con aditivos de la técnica anterior o comparativos.

**Tabla 4**

| Ejemplo N. <sup>º</sup> | Aditivo                            | Dosis ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|------------------------------------|--------------------------------|---------------------|
| 14                      | Éster de QM + TIPA                 | 100 + 1                        | 4,3*                |
| 15.                     | Éster de QM + TIPA                 | 150 + 0,75                     | 0,89*               |
| 16.                     | Éster de QM + Quadrol®             | 100 + 1                        | 6,10                |
| 17.                     | Éster de QM + Tributilamina (TBA)  | 100 + 1                        | 8,38                |
| 18                      | Éster de QM + trietanolamina (TEA) | 100 + 1                        | 8,63                |

\* Nótese que los presentes autores han corregido el error tipográfico en la tabla anterior, cambiando el valor de 0,33 por 0,89.

**Tabla 5**

| Ejemplo N. <sup>º</sup> | Aditivo (combinación éster de QM + TIPA) | Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|--|-----------------------------------|---------------------|
| 14                      |  | 100 + 1                           | 4,3                 |
| 19                      |  | 100 + 2                           | 3,91                |
| 20                      |  | 100 + 3                           | 3,68                |
| 21                      |  | 100 + 4                           | 3,50                |
| 22                      |  | 100 + 5                           | 3,35                |
| 23                      |  | 100 + 10                          | 2,90                |
| 24                      |  | 100 + 15                          | 2,51                |
| 25                      |  | 100 + 20                          | 2,30                |
| 26                      |  | 100 + 30                          | 1,90                |
| 27                      |  | 100 + 40                          | 1,55                |
| 28                      |  | 100 + 100                         | 1,46                |

**Tabla 6**

| Ejemplo N. <sup>o</sup> | Aditivo (combinación éster de QM + THEED) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|---|---------------------|
| 29                      | 100 + 1   | 4,99                |
| 30                      | 100 + 10  | 3,79                |
| 31                      | 100 + 15  | 3,31                |
| 32                      | 100 + 20  | 3,10                |
| 33                      | 100 + 30  | 2,85                |
| 34                      | 100 + 40  | 2,45                |

Tabla 7

| Ejemplo N. <sup>o</sup> | Aditivo (combinación éster de QM + 4HT) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|---|---------------------|
| 35                      | 100 + 5   | 6,11                |
| 36                      | 100 + 10  | 6,16                |
| 37                      | 100 + 15  | 6,08                |
| 38                      | 100 + 20  | 6,21                |
| 39                      | 100 + 30  | 6,25                |
| 40                      | 100 + 40  | 6,28                |

Tabla 8

| Ejemplo N. <sup>o</sup> | Aditivo (combinación éster de QM + TIPA) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|--|---------------------|
| 41                      | 150 + 0,1  | 1,65                |
| 42                      | 150 + 0,5  | 1,32                |
| 15                      | 150 + 0,75   | 0,89                |
| 43                      | 150 + 1,0  | 0,82                |
| 44                      | 150 + 1,5  | 0,75                |
| 45                      | 150 + 3,0  | 0,66                |
| 46                      | 150 + 4,5  | 0,51                |
| 47                      | 150 + 6,0  | 0,40                |
| 48                      | 150 + 10   | 0,35                |
| 49                      | 150 + 20   | 0,28                |
| 50                      | 150 + 30   | 0,25                |
| 51                      | 150 + 40   | 0,20                |
| 52                      | 150 + 150  | 0,08                |

Tabla 9

| Ejemplo N. <sup>o</sup> | Aditivo (combinación éster de QM + THEED) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|---|---------------------|
| 53                      | 150 + 10  | 1,52                |
| 54                      | 150 + 20  | 1,42                |
| 55                      | 150 + 30  | 1,27                |
| 56                      | 150 + 40  | 1,19                |

Tabla 10

| Ejemplo N. <sup>o</sup> | Aditivo (combinación éster de QM + 4HT) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|---|---------------------|
| 57                      | 150 + 5   | 2,70                |
| 58                      | 150 + 10  | 2,80                |
| 59                      | 150 + 20  | 2,75                |
| 60                      | 150 + 30  | 2,79                |
| 61                      | 150 + 40  | 2,69                |

Tabla 11

| Ejemplo N. <sup>o</sup> | Aditivo (combinación éster de QM + TIPA) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|--|---------------------|
| 62                      | 200 + 0,1  | 0,78                |
| 63                      | 200 + 0,5  | 0,55                |
| 64                      | 200 + 1  | 0,40                |
| 65                      | 200 + 5  | 0,25                |
| 66                      | 200 + 10   | 0,21                |
| 67                      | 200 + 15   | 0,19                |
| 68                      | 200 + 20   | 0,12                |
| 69                      | 200 + 30   | 0,07                |
| 70                      | 200 + 40   | 0                   |

Tabla 12

| Ejemplo N. <sup>o</sup> | Aditivo (combinación éster de QM + THEED) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------------------|---|---------------------|
| 71                      | 200 + 1   | 0,78                |
| 72                      | 200 + 5   | 0,62                |
| 73                      | 200 + 10  | 0,57                |
| 74                      | 200 + 15  | 0,55                |

(continuación)

| Ejemplo N.º | Aditivo (combinación éster de QM + THEED) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|---|---------------------|
| 75          | 200 + 20  | 0,49                |
| 76          | 200 + 30  | 0,47                |
| 77          | 200 + 40  | 0,39                |

Tabla 13

| Ejemplo N.º | Aditivo (combinación éster de QM + 4HT) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|---|---------------------|
| 78          | 200 + 5   | 1,21                |
| 79          | 200 + 10  | 1,27                |
| 80          | 200 + 15  | 1,24                |
| 81          | 200 + 20  | 1,32                |
| 82          | 200 + 30  | 1,33                |
| 83          | 200 + 40  | 1,36                |

Tabla 14

| Ejemplo N.º | Aditivo (combinación éster de QM + Quadrol®) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|--|---------------------|
| 84          | 200 + 5  | 1,10                |
| 85          | 200 + 10   | 1,08                |
| 86          | 200 + 15   | 1,08                |
| 87          | 200 + 20   | 1,05                |
| 88          | 200 + 30   | 1,10                |
| 89          | 200 + 40   | 1,05                |

Tabla 15

| Ejemplo N.º | Aditivo (combinación éster de QM + TBA) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|---|---------------------|
| 90          | 200 + 5   | 1,25                |
| 91          | 200 + 10  | 1,27                |
| 92          | 200 + 15  | 1,30                |

Tabla 16

| Ejemplo N.º | Aditivo (combinación éster de QM + TEA) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|---|---------------------|
| 93          | 200 + 5   | 1,32                |

(continuación)

| Ejemplo N.º | Aditivo (combinación éster de QM + TEA) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|---|---------------------|
| 94          | 200 + 10  | 1,39                |
| 95          | 200 + 15  | 1,42                |

Tabla 17

| Ejemplo N.º | Aditivo (combinación éster de QM + TIPA) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|--|---------------------|
| 96          | 300 + 0,1  | 0,15                |
| 97          | 300 + 0,5  | 0,07                |
| 98          | 300 + 1  | 0                   |
| 99          | 300 + 5  | 0                   |
| 100         | 300 + 10   | 0                   |

5

Tabla 18

| Ejemplo N.º | Aditivo (combinación éster de QM + THEED) Dosis de ingrediente activo (ppm) | % de polimerización |
|-------------|---|---------------------|
| 101         | 300 + 0,1   | 0,20                |
| 102         | 300 + 0,5   | 0,15                |
| 103         | 300 + 1   | 0,12                |
| 104         | 300 + 5   | 0,10                |
| 105         | 300 + 10  | 0,08                |

Los hallazgos experimentales anteriores confirman los efectos sinérgicos, sorprendentes e inesperados, de las composiciones proporcionadas en el presente documento.

10 Asimismo, los hallazgos anteriores confirman que las composiciones de la presente invención presentan ventajas técnicas y efectos sorprendentes con respecto a los aditivos y composiciones de la técnica anterior y comparativos.

Se puede observar también que el término "aproximadamente" no pretende ampliar el ámbito de la invención definida en el presente documento, sino que pretende incluir los errores experimentales aceptables en el campo de la invención.

## REIVINDICACIONES

1. Composición de aditivo para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno y que consiste en:

(a) uno o más derivados de métido de quinona, y

5 **Caracterizada porque** la composición comprende además:

(b) una o más aminas terciarias,

en la que dicha amina terciaria se selecciona entre un grupo que consiste en:

(i) triisopropanolamina (TIPA),

(ii) N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxietil)etilen-diamina (THEED), y

10 (iii) una mezcla de las mismas;

en la que el derivado de métido de quinona se selecciona entre el grupo que comprende:

i) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-ciano derivado de métido de quinona;

ii) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-ácido derivado de métido de quinona;

15 iii) alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-éster derivado de métido de quinona; y

iv) una mezcla de los mismos;

en la que el derivado de métido de quinona y la amina terciaria están presentes en una proporción de porcentajes en peso que varía de 99,99:0,01 a 40:60, preferentemente que varía de 99,99:0,01 a 50:50.

2. La composición de aditivo de acuerdo con la **reivindicación 1**, en la que el derivado de métido de quinona comprende el alquil-(3,5-di-terc-butil-4-oxociclohexano-2,5-dienilideno)-éster derivado de métido de quinona.

20 3. La composición de aditivo de acuerdo con la **reivindicación 1 o la reivindicación 2**, en la que el grupo alquilo se selecciona entre un grupo que comprende el grupo metilo, el grupo etilo y el grupo propilo.

4. La composición de aditivo de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 1 a 3**, en la que el derivado de métido de quinona no incluye derivados de métido de 7-aryl quinona.

25 5. La composición de aditivo de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones 1 a 4**, en la que la composición no comprende uno o más de los compuestos siguientes seleccionados entre el grupo que consiste en:

i) N,N,N',N-tetraquis(2-hidroxipropil)etilen-diamina (Quadrol®);

30 ii) tetraetilenpentamina (TEPA);

iii) trietanolamina (TEA);

iv) tris(N-butilamina) (TBA);

35 v) etilendiamina (EDA); y

vi) compuestos nitróxido (es decir, nitroxilo) que incluyen el 1-oxil-2,2,6,6-tetrametilpiperindin-4-ol (o 4-hidroxitempo o 4-HT).

6. La composición de aditivo de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 1 a 5**, en la que el derivado de métido de quinona y la amina terciaria están presentes en una proporción de porcentajes en peso, en la que la proporción de porcentajes en peso se selecciona entre el grupo que comprende la proporción de porcentajes en peso de derivado de métido de quinona : amina terciaria que varía entre:

i. 99:1 a 60:40,

ii. 95:5 a 70:30, y

iii. 90:10 a 85:15.

40 7. La composición de aditivo de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 1 a 6**, en la que la composición se usa en una cantidad que se selecciona entre el grupo que comprende la cantidad que varía de:

a. 0,01 a 2000 ppm,

b. 1 a 1200 ppm,

c. 5 a 1000 ppm,

45 d. 50 a 500 ppm, y

e. 100 a 300 ppm, y

que se añade a la corriente de monómeros vinil aromáticos basada en el peso de los monómeros.

50 8. Un procedimiento de preparación de la composición de aditivo para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 1 a 7**, comprendiendo el procedimiento mezclar uno o más de los derivados de métido de quinona y una

o más de las aminas terciarias.

9. Uso de la composición de aditivo de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 1 a 7** para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento añadir la composición de aditivo de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 1 a 7** a una unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno, en el que el componente (a) y el componente (b) de la composición de aditivo se añaden bien juntos después de haberlos mezclado entre sí o bien por separado.
- 5 10. El uso de acuerdo con la **reivindicación 9**, en el que los derivados de métido de quinona y las aminas terciarias se añaden después de haberlos mezclado con un disolvente que disuelve los derivados y las aminas.
- 10 11. Un procedimiento para el control y la inhibición de la polimerización de monómeros vinil aromáticos que incluyen el estireno, comprendiendo el procedimiento añadir la composición de aditivo de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 1 a 7** a una unidad de procesamiento o de fabricación para la polimerización del estireno.
- 15 12. El procedimiento de acuerdo con la **reivindicación 11**, en el que los derivados de métido de quinona y las aminas terciarias se añaden bien por separado o bien después de haberlos mezclado entre sí.
13. El procedimiento de acuerdo con la **reivindicación 11 o 12**, en el que los derivados de métido de quinona y las aminas terciarias se añaden después de haberlos mezclado con un disolvente que disuelve los derivados y las aminas.
- 20 14. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 8 y 11 a 13**, en el que dicha composición se usa en un intervalo de temperaturas que se selecciona entre el grupo que comprende una temperatura que varía de 60 °C a 180 °C, y de 90 °C a 140 °C.
15. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 8 y 11 a 14**, en el que dichos monómeros están en una etapa de procesamiento o en una etapa de fabricación.
- 25 16. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las **reivindicaciones anteriores 8 y 11 a 15**, en el que dichos monómeros están a una temperatura que varía de 60 °C a 180 °C.