

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 763530 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 763530

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC¹)
C08L

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 08.12.1976

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 08.12.1976

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 31.07.1977

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(32) (33) (31) Etu oikeus - Prioritet - Priority

30.01.1976 US 653688

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Arco Polymers Inc., 1500 Market Street Philadelphia, Pa., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Pillar, Walter Oscar, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Kuumuutta vastaan stabiloidut styreenipolymeerit

Värmestabiliserade styrenpolymerer

23

Arco Polymers, Inc., 1500 Market Street, Philadelphia, PA 19101, Yhdysvallat.

HYV. KÄIT.

Tapa tehdä styreenipolymeerihiukkaset huonommin syttyviksi sekä kuumuutta vastaan stabiloidut styreenipolymeerit - Sätt att göra styrenpolymerpartiklar mindre antändbara och värmestabiliserade styrenpolymerer

Esillä oleva keksintö koskee tapaa tehdä styreenipolymeerihiukkaset huonommin syttyviksi kyllästämällä polymeerihiukkaset kuumentamalla vesipitoisessa suspensiossa orgaanisen halogeeniyhdisteen ja paisutusaineen läsnäollessa 100°C:ta korkeammissa lämpötiloissa.

Polymeerivaahdot ovat erittäin toivottavia rakennuskonstruktioissa keveys- ja hyvien lämmöneristysominaisuuksiensa vuoksi. Eräänä edellytyksenä näiden käytölle rakennuskonstruktioissa on, että vaahdolla on alennettu syttyvyys. Monia halogenoituja orgaanisia yhdisteitä on ehdotettu lisäaineiksi alentamaan vaahdon syttyvyyttä.

Paisutettavissa olevien styreenipolymeerihiukkasten tapauksessa halogeeniyhdisteet lisätään usein hiukkasiin kuumentamalla styreenipolymeerihiukkasten vesipitoisessa suspensiossa halogeeniyhdisteen ja paisutusaineen läsnäollessa kunnes hiukkaset ovat kyllästetyt lisäaineilla. Paisutettavissa olevien styreenipolymeerihiukkasten aikaansaamiseksi suoritettava paisutusaineella kyllästäminen voidaan toteuttaa 60° ja 150°C:n välissä olevissa lämpötiloissa. Kun orgaaniset halogeeniyhdisteet lisätään impregnointisysteemiin, halogeeniyhdisteen hajoamisen ehkäisemiseksi käytetään kuitenkin alempia lämpötiloja, tavallisesti 60-90°C,

763530

mikä puolestaan voi aiheuttaa polymeerin hajoamisen ja sitä seuraavan polymeerin muovausominaisuuksien huononemisen. Nämä alemmat lämpötilat tarvitsevat pidempiä aikoja kyllästysmenettelyä varten ja suurehkojen polymeerihiukkasten tapauksessa hiukkaset eivät ehkä tule täysin kyllästetyiksi, kuten ilmenee paisutuksen jälkeen hiukkasissa olevista kovista ytimistä. Sekä lyhyemmät kyllästysajat että hiukkasissa olevien kovien ytimien eliminointi voidaan saavuttaa suorittamalla kyllästäminen korkeammissa lämpötiloissa. Niin muodoin tarvitaan menetelmää styreenipolymeerihiukkasten kyllästämiseksi apuaineella korkeimmissa lämpötiloissa samalla kun orgaanisiin halogeeniyhdisteisiin ei kuitenkaan vaikuteta haitallisella tavalla.

Keksinnön mukaiselle tavalle tehdä styreenipolymeerihiukkaset huonommin syttyviksi kyllästämällä polymeerihiukkaset kuumentamalla vesipitoisessa suspensiossa orgaanisen halogeeniyhdisteen ja paisutusaineen läsnäollessa 100°C :ta korkeammissa lämpötiloissa lähinnä 100° ja 115°C :n välissä olevissa lämpötiloissa, on tunnusomaista, että ennen kyllästämistä lisätään orgaanista halogeeniyhdistettä varten noin 0,2-4,0 painoprosenttia kuumuutta vastaan stabiloivaa ainesosaa, joka stabilointiaineseos muodostuu olennaisesti

- (a) 0,06-1,2 painoprosentin bariumnonyylifenoksidia,
- (b) 0,02-0,4 painoprosentin kadmium-2-etyyliheksanoaattia,
- (c) 0,02-0,4 painoprosentin trikresyylifosfiittia,
- (d) 0,07-1,40 painoprosentin epoksidoitua soijaöljyä ja
- (e) 0,03-0,60 painoprosentin 2,2-bis-(p-(1,2-epoksipropoksi)-fenyyli)-propania

seoksesta, jolloin (a):n, (b):n ja (c):n summa on yhtä suuri kuin (d):n ja (e):n summa ja kaikki prosenttiarvot perustuvat styreenipolymeerihiukkasten painoon.

Esillä olevan keksinnön avulla voidaan useimpien paisutettavissa olevien kestumovihomopolymeerien ja -sekapolymeerien syttyvyyttä alentaa. Polymeerit voivat olla peräisin sekä vinyyliaromaattisista monomeereista, kuten styreeni, vinyylitolueeni, isopropyylistyreeni, α -metyylistyreeni, klooristyreenit, t-butyylistyreeni jne., että sekapolymeereista, jotka on valmistettu sekapolymeerimalla ainakin 50 painoprosenttia vinyyliaromaattista monomeeria monomeerien, kuten butadieenin, alkyylimetakrylaattien, alkyyliaakrylaattien, akrylonitriilin ja maleiinihappohydridin kanssa. Näitä polymeereja ja sekapolymeereja nimitetään tässä styreenipolymeereiksi.

Styreenipolymeerit voidaan tietenkin valmistaa millä tahansa tunnetulla tavalla, esimerkiksi suspensio- tai massapolymeeroimalla, jolloin hiukkaset saadaan helminä tai rakeina.

Jotta polymeerihiukkaset tulisivat paisutettavissa oleviksi, hiukkasiin liitetään paisutusaine esimerkiksi amerikkalaisen patenttijulkaisun 2 983 692 mukaisesti liettämällä hiukkaset veteen suspendointiaineseoksen avulla, kuten anionisen pinta-aktiivisen aineen kanssa yhdistelmänä olevalla trikalsiumfosfaa-

tilla.

Paisutusaineet ovat yhdisteitä, jotka ovat kaasuja tai luovuttavat kaasuja kuumennettaessa. Sopivia aineita ovat molekyylissä 4-7 hiiliatomia sisältävät alifaattiset hiilivedyt, kuten butaani, pentaani, syklopentaani, heksaani, heptaani, sykloheksaani ja halogenoidut hiilivedyt, jotka kiehuvat polymeerin pehmenemispisteen alapuolella olevassa lämpötilassa. Myös näiden aineiden seoksia voidaan käyttää, kuten syklopentaani/isopentaani/n-pentaanin 20/40/40-seos tai trikloorifluorimetaani/n-pentaanin 55/45-seos. Tavallisesti liitetään kyllästämällä 3-20 % paisutusainetta 100 osaa polymeeriä kohden.

Tavanomaisesti kyllästämiset suoritetaan halogeeniyhdisteitä käytettäessä 60-90°C:n lämpötiloissa, koska korkeammilla lämpötiloilla on taipumus aikaansaada halogeeniyhdisteen hajoamista, mikä tuo mukanaan polymeerin virheellistä värjäytymistä ja hiukkasen pinnassa polymeerin hajoamista. Näissä lämpötiloissa kyllästämisen on kuitenkin hidasta eivätkä hiukkaset kyllästy aina hiukkasen ytimeen asti. Hiukkasta paisutettaessa tämä aiheuttaa vaahtoksi muutetussa hiukkasessa olevan kovan ytimen. Tämän kovan ytimen ongelman eliminoimiseksi on toivottavaa, että kyllästetään 100:n ja 115°C:n välillä olevissa lämpötiloissa. Näiden korkeampien lämpötilojen käyttö on mahdollista esillä olevan keksinnön mukaan sen vuoksi, että kyllästämisen kestäessä lisätään orgaanista halogeeniyhdistettä varten kuumuutta vastaan stabiloiva seos.

Esillä olevan keksinnön mukaan styreenipolymeerihiukkaset lietetään veteen siihen vaikealiukoisen suspendointiaineen, kuten trikalsiumfosfaatin, ja anionisen pinta-aktiivisen laimennusaineen avulla. Suspensioon lisätään polymeeriin perustuen 0,2-15 painoprosenttia toivottua halogeeniyhdistettä, 3,0-20 painoprosenttia paisutusainetta ja 0,2-4,0 painoprosenttia toivottua kuumuutta vastaan stabiloivaa seosta. Tällä hetkellä lisätään myös 0,2-2,0 painoprosenttia orgaanista synergisesti vaikuttavaa peroksidia, jos sellaista käytetään. Suspensio kuumennetaan tämän jälkeen edullisesti 100 ja 115°C:n välissä olevassa lämpötilassa 6-15 tuntia polymeerihiukkasten kyllästämiseksi ja halogeeniyhdisteen tasaiseksi dispergoimiseksi polymeerin läpi. Kyllästämisen loppuunsaamisen jälkeen hiukkaset jäädytetään huoneenlämpötilaan, tehdään happamaksi suolahapolla, erotetaan vesipitoisesta väliaineesta ja pestään vedellä. Hiukkaset kuivataan tämän jälkeen paisutettavissa olevien hiukkasten aikaansaamiseksi, jotka niitä muovattaessa muodostavat alentuneen syttyvyyden omaavia vaahtoesineitä.

Lopullisesta käyttöalueesta riippuen suurehkoja halogeeniyhdistemääriä, kuten 3,0 osaa 100 osaa polymeeriä kohden ylittäviä määriä, sisältäville vaahtoesineille saadaan alennettu syttyvyys ilman orgaanisten peroksidien synergisesti vaikuttavien määrien apua. Pienemmillä halogeeniyhdistemäärillä on parempi käyttää 0,2-2,0 osaa orgaanista peroksidia 100 osaa polymeeriä kohti helpottamaan halogeeniyhdisteen hajoamista kun se poltetaan.

763520

Synergistisen vaikutuksen vuoksi ovat sellaiset orgaaniset peroksidit sopivia, jotka hajoavat yli 115°C:n olevissa lämpötiloissa. Tämä rajoitus on välttämätön peroksidin liian aikaisen hajoamisen estämiseksi kyllästämisvaiheen aikana. Esimerkkejä käyttökelpoisista yhdisteistä ovat dikumyyliperoksidi, 2,5-dimetyyli-2,5-di(t-butyyliperoksi)heksaani, 1,3-bis(α-tert-butyyliperoksiisopropyyli)bentseeni, di(3-t-butyyliperoksi-1,3-dimetyylibutyli)karbonaatti ja 2,5-dimetyyli-2,5-di(t-butyyliperoksi)-3-heksaani.

Sopivia orgaanisia halogeeniyhdisteitä ovat kaikki ne korkeasteisesti halogenoidut yhdisteet, joiden tiedetään antavan styreenihiukkasille alentunut syttyvyys. Tyypillisiä esimerkkejä ovat amerikkalaisen patenttijulkaisun 3 819 547 mukainen 1,1,2,3,4,4-heksabromi-2-buteeni, amerikkalaisen patenttijulkaisun 3 766 136 mukaiset bromatut arylideeniketonit, amerikkalaisen patenttijulkaisun 3 766 249 mukaiset bromatut kanelihappoesterit ja amerikkalaisen patenttijulkaisun 3 826 766 mukaiset bromatut ariylibutaanit.

Esillä olevan keksinnön mukaan käyttökelpoinen kuumuutta vastaan stabiiloiva seos koostuu olennaisesti viiden aineen seoksesta, jotka kaikki tunnetaan polyvinyylikloridistabilointiaineina. Vaikka tiettyjä näistä tunnetuista stabilointiaineista voidaan käyttää yksistään styreenipolymeereissä olevien orgaanisten halogeeniyhdisteiden hajoamisen alentamiseksi, ainoastaan esillä oleva keksintö on osoittanut säätelevänsä hajoamista ilman ei-toivottavia sivuvaikutuksia, kuten huono haju ja/tai pehmeneminen, joka aiheuttaa paisuttavissa olevista styreenipolymeereistä valmistetut muovatut kappaleet tulevat lämpöherkiksi.

Stabilointiaineseoksen aineosat koostuvat olennaisesti barium-nonyylifenoksidista, kadmium-2-etyyliheksanoaatista, trikresyylifosfiitista, epoksididusta soijaöljystä ja 2,2-bis(p-(1,2-epoksi)propoksi)fennyli/propaanista.

Barium-nonyylifenoksidia voidaan valmistaa nonyylifenolin kanssa tapahtuvalla bariumhydroksidin reaktiolla. Nonyylifenoli voidaan valmistaa alkyloimalla fenoli nonyylihalogenidilla alumiinikloridikatalysaattorin läsnäollessa.

Kadmium-2-etyyliheksanoaattia voidaan valmistaa palautustislatussa metanolissa tapahtuvalla kadmiumoksidin reaktiolla 2-etyyliheksaanihapon kanssa.

Trikresyylifosfiittia voidaan valmistaa esteröimällä fosforihappoa kresolilla.

Epoksidoitua soijaöljyä voidaan valmistaa vetyperoksidin kanssa tapahtuvalla luonnon soijaöljyn reaktiolla.

2,2-bis(p-(1,2-epoksi)propoksi)-fennyli/propaania voidaan valmistaa kah-

den epikloorihydriinimoolin reaktiolla kahden fenolimoolin ja yhden asetoni-moolin kondensaatiotuotteen yhden moolin kanssa.

Kaikkia näitä stabilointiaineita voidaan valmistaa kuten on viitattu, mutta kaikkia on kaupallisesti saatavissa muodossa tai toisessa.

Näiden stabilointiaineiden edullisena pidetty yhdistelmä muodostuu olen-naisesti (a) 0,06-1,2 painoprosentista bariumnonyylifenoksidia, (b) 0,02-0,4 painoprosentista kadmium-2-etyyliheksanoaattia, (c) 0,02-0,4 painoprosentista trikresyylifosfiittia, (d) 0,07-1,40 painoprosentista epoksidoitua soijaöljyä ja (e) 0,03-0,60 painoprosentista 2,2-bis-[p-(1,2-epoksi-propoksi)-fenyyli]pro-paania, jolloin kaikki prosenttiarvot perustuvat stabiloitavien polymeerihiuk-kasten painoon. (a):n, (b):n ja (c):n kokonaismäärä on edullisesti yhtä suuri kuin (d):n ja (e):n määrä. Yksi tapa näiden suhteiden saavuttamiseksi on (a):n, (b):n ja (c):n liuoksen ja (d):n ja (e):n liuoksen valmistaminen. Sen jälkeen yhtä suuret ^{osat} ~~isot~~ kumpaakin liuosta lisätään polymeerihiukkasten, orgaanisten halogeeniyhdisteiden ja paisutusaineen suspensioon ja kyllästämis-vaihe toteutetaan.

Lisättävän stabilointiaineseoksen kokonaismäärä on edullisesti 0,2-4,0 painoprosenttia kyllästettävien styreenipolymeerihiukkasten painon perusteella. Vähemmän kuin 0,2 painoprosenttia seosta ei estä polymeerihiukkasten hajoamista samalla kun yli 4 %:lla ei tunnu olevan mitään käyttökelpoista tehtävää. Yleensä stabilointiaineseoksen tarvittava määrä riippuu käytetyn orgaanisen halogeeniyhdisteen määrästä.

Seuraavat esimerkit valaisevat edelleen esillä olevaa keksintöä, jol-loin osat ovat paino-osia ellei toisin ilmoiteta.

Esimerkki 1 300-ml:n kruunukapselikelviin panostettiin 150 g vettä, 2,0 g trikalsiumfosfaattia, 0,05 g natrium-dodekyylibentseenisulfonaattia, 100 g USA:n standardiseulojen mukaan raekoon 20-10 mesh ja 30°C:ssa tolueenissa rajaviskositeetin 0,88 omaavia polystyreenihelmiä, 0,7 g heksabromi-2-buteenia, 1,15 g seosta, jossa oli 40 painoprosenttia 1,3-bis-(α -t-butyyliperoksi-isopro-pyyli)bentseeniä adsorboituneena 60 painoprosenttiin trikalsiumfosfaattia, 6,6 g trikloorifluorimetaania, 5,5 g n-pentaania ja kuumuutta vastaan stabilo-i-vana aineena seos, jossa oli 0,09 g barium-nonyylifenoksidia, 0,03 g kadmium-2-etyyliheksanoaattia, 0,03 g trikresyylifosfiittia, 0,105 g epoksidoitua soija-öljyä ja 0,045 g 2,2-bis-[p-(1,2-epoksi-propoksi)fenyyli]propaania.

Kolvi suljettiin ja suoritettiin öljykylpypolymerointilaitteessa 3 tun-nin jakso 90°C:ssa, mitä seurasi 10 tuntia 105°C:ssa. Kolvit jäähdytettiin tämän jälkeen huoneenlämpötilaan, avattiin, tehtiin happamiksi suolahapolla, helmet erotettiin vesipitoisesta väliaineesta, pestiin vedellä ja kuivattiin

ilmassa. Saadun polystyreenin rajaviskositeetti oli 0,86 ja vesipitoisuus 0,1 %, mikä ilmaisi polymeerin vähäistä tai ei mitään hajoamista kyllästämisen aikana.

Helmet esipaisutettiin kuumentamalla 2 minuutin aikana höyryssä 0,04 MPa:ssa, mikä antoi sirotustiheyden $14,5 \text{ g/dm}^3$ omaavaa esipaisutettua materiaalia.

Esipaisutetut helmet panostettiin sen jälkeen mitat $140 \times 140 \times 13 \text{ mm}^3$ omaaviin muottitilaan, höyrytettiin vesiruiskulla, puristettiin levyjen välissä kuumennettiin 121°C :een minuutin ajan ja jäähdytettiin levyissä kiertävällä vedellä. Saadulla vaahtolevyllä oli muutoin tarkat mitat ja vaahtolevy oli sulanut 53 %:sti vaaht^on tiheyden ollessa $21,8 \text{ g/cm}^3$.

Mitat $25 \times 130 \times 13 \text{ mm}^3$ omaava näyte, joka oli leikattu levystä, ripustettiin pituussuunnassa pitimeen 2 cm:n keltaisen liekin omaavan mikropolttimen päälle. Liekki sijaitsi 2 cm päässä vaahtonäytteen alareunasta 3 sekunnin ajan. Pystysuuntainen keskimääräinen paloaika (aika liekin poistosta vaahton sammumiseen) oli 0,7 sekuntia viidelle kokeelle. Polystyreenivaaho, joka ei sisältänyt heksabromi-2-buteenia, paloi täydellisesti tässä kokeessa.

Vertailun vuoksi panostettiin toinen kolvi samalla tavalla kuin ensimmäinen panos, mutta ilman kuumuutta vastaan stabiloivaa seosta, ja kuumennettiin samalla tavalla. Saadun polymeerin rajaviskositeetti oli 0,68 ja vesipitoisuus ylitti 1 %, mikä osoittaa olennaista polymeerin hajoamista. Edellä kuvatus esipaisutuksen jälkeen esipaisutetaan materiaalin sirotustiheys oli $26,5 \text{ g/cm}^3$ ja materiaalissa oli "luumumuotoa" (s.o. ei-pallomainen muoto liian suurien sisäsolujen vuoksi). Vaahtolevyt, jotka oli muovattu kuten aikaisemmin on kuvattu, sulivat 77 %:sti, mutta muovattu kappale oli kutistunut muotissa ja osoitti lämpöherkkyyttä, s.o. vaahtosolujen kokoonpainumista liiallisessa määrin ja omasi vaahton tiheyden $32,8 \text{ g/cm}^3$. Pystysuuntainen keskimääräinen paloaika oli viidelle näytteelle 1,7 sekuntia.

Esimerkki 2 Stabilointiaineseoksen kokonaispitoisuuden saatuun polymeeri-vaahtoon tekemän vaikutuksen havainnollistamiseksi suoritettiin seuraavat kyllästämiset. Seos A valmistettiin 3 osasta bariumnonyylifenoksidia, 1 osasta kadmium-2-etyyliheksanoaattia ja 1 osasta trikresyylifosfiittia. Toinen seos B valmistettiin 7 osasta epoksidoitua soijaöljyä ja 3 osasta 2,2-bis- $\sqrt{\text{p}}$ -(1,2-epoksipropoksi)fenyyli $\sqrt{\text{p}}$ propaania.

Esimerkin 1 mukainen kyllästämismenettely toistettiin, jolloin seoksen A ja B määrät, kuten osoitetaan taulukossa 1, korvasivat esimerkin 1 mukaisen kuumuutta vastaan stabiloivan seoksen. Saadut polymeerihelmet esipaisutettiin kuten esimerkissä 1 ja solukoko mitattiin ja ilmoitettiin suhteena ulkopuolinen

solukoko mm/sisäpuolinen solukoko mm. "luumunmuotoisiksi" kuvatut näytteet eivät olleet hyväksyttäviä polymeerin liian suuren hajoamisen vuoksi. Esipaisutetun materiaalin tiheys on edullisesti pienempi kuin $15,6 \text{ g/cm}^3$.

Taulukko I

Stabilointi- aine A/B %	Esipaisutetun ma- teriaalin tiheys g/cm^3	Solukoko ulkopuoli/sisäpuoli mm
-	18,7	luumunmuotoinen
0,01/0,01	18,7	--
0,05/0,05	17,3	--
0,15/0,15	14,4	0,050/0,075
0,25/0,25	14,5	0,050/0,100
0,50/0,50	13,4	0,050/0,075
0,75/0,75	13,4	0,025/0,075
1,0 /1,0	15,8	0,025/0,075

Esimerkki 3. Erilaisten stabilointiaineseosten esipaisutetun materiaalin solukokoon ja tiheyteen omaavan vaikutuksen havainnollistamiseksi käytettiin erilaisia seoksia esimerkin 1 menetelmän 30-painoprosentin tasolla. Tulokset on annettu taulukossa II. Stabilointiaineseos C valmistettiin 0,09 g:sta barium-nonyylifenoksidia, 0,03 g:sta kadmium-2-etyyliheksanoaattia, 0,03 g:sta trikresyylifosfiittia, 0,105 g:sta epoksidoitua soijaöljyä ja 0,045 g:sta 2,2-bis[p-(1,2-epoksipropoksi)-fenyyli]propania, Seos D valmistettiin 0,09 g:sta barium-nonyylifenoksidia, 0,03 g:sta kadmium-2-etyyliheksanoaattia, 0,03 g:sta trikresyylifosfiittia ja 0,15 g:sta epoksidoitua soijaöljyä. Seos E valmistettiin 0,10 g:sta barium-nonyylifenoksidia, 0,10 g:sta kadmium-2-etyyliheksanoaattia ja 0,10 g:sta trikresyylifosfiittia. Seos F valmistettiin 0,21 g:sta epoksidoitua soijaöljyä ja 0,09 g:sta 2,2-bis[p-(1,2-epoksipropoksi)fenyyli]propania. Seos G valmistettiin 0,30 g:sta epoksidoitua soijaöljyä.

Taulukko II

Stabilisoi- misaine- seos	Esipaisutetun materiaalin tiheys g/cm ³	Solukoko ulkopuolinen/ sisäpuolinen mm	Huomautukset
-	18,7	luumunmuotoinen	polymeeri hajosi
C	14,4	0,050/0,075	hyvä muovattu kappale
D	15,9	0,025/0,075	muovattut kappaleet lämpöherkkiä
E	15,9	0,025/0,175	suuria soluja, lämpö- herkkiä
F	13,7	0,025/0,150	suuria soluja
G	14,2	luumunmuotoinen	lämpöherkkiä

Ainoastaan seos C, nimittäin puheena olevan keksinnön mukainen stabilointi-
aineseos, antoi siis hyvän tiheyden ja hyvän vaahtosolukoon omaavia muovattuja
kappaleita ja jolloin vaahto ei osoita mitään lämpöherkkyyttä.

Samankaltaiset kokeet, joissa polystyreenihelmet korvataan styreeni-
maleiinihappoanhydridisekapolymeerihelmistä (8,0 % anhydridiä), styreeniakryyli-
nitriilisekapolymeerihelmistä (30,0 % nitriiliä) tai styreeni-metyylihappomale-
aattisekapolymeerihelmistä (12,0 % maleaattia) muodostuvilla helmillä, osoitta-
vat myös, että paras tulos saavutettiin stabilisointiaineseoksella C.

24

Patenttivaatimukset:

1. Tapa tehdä styreenipolymeerihiukkaset huonommin syttyviksi kyllästä-mällä polymeerihiukkaset kuumentamalla vesipitoisessa suspensiossa orgaanisen halogeeniyhdisteen ja paisutusaineen läsnäollessa 100°C :ta korkeammissa lämpö-tiloissa, t u n n e t t u siitä, että ennen kyllästämistä lisätään orgaanista halogeeniyhdistettä varten noin 0,2-4,0 painoprosenttia kuumuutta vastaan stabi-loivaa aineosesta, joka stabilointiaineseos muodostuu olennaisesti

- (a) 0,06-1,2 painoprosentin bariumnonyylifenoksidia,
- (b) 0,02-0,4 painoprosentin kadmium-2-etyyliheksanoaattia,
- (c) 0,02-0,4 painoprosentin trikresyylifosfiittia,
- (d) 0,07-1,40 painoprosentin epoksidoitua soijaöljyä ja
- (e) 0,03-0,60 painoprosentin 2,2-bis- $\sqrt{p}$ -(1,2-epoksipropoksi)-fenyyli $\sqrt{p}$ -propaania

seoksesta, jolloin (a):n, (b):n ja (c):n summa on yhtä suuri kuin (d):n ja (e):n summa ja kaikki prosenttiarvot perustuvat styreenipolymeerihiukkasten painoon.

2. Styreenipolymeeriseos, joka muodostuu olennaisesti styreenipolymeeri-hiukkasista, jotka on kyllästetty 0,2-15,0 painoprosentilla orgaanista halogeeni-yhdistettä, joka tekee styreenipolymeerihiukkaset huonommin syttyviksi, ja 3-20 painoprosentista orgaanista paisutusainetta, t u n n e t t u siitä, että styreeni-polymeeriseoksessa on lisäksi 0,2-4,0 painoprosenttia orgaanista halogeeniyhdis-tettä varten olevaa kuumuutta vastaan stabiloivaa aineosesta, joka stabilointi-aineseos muodostuu olennaisesti

- (a) 0,06-1,2 painoprosentin bariumnonyylifenoksidia,
- (b) 0,02-0,4 painoprosentin kadmium-2-etyyliheksanoaattia,
- (c) 0,02-0,4 painoprosentin trikresyylifosfiittia,
- (d) 0,07-1,40 painoprosentin epoksidoitua soijaöljyä ja
- (e) 0,03-0,60 painoprosentin 2,2-bis- $\sqrt{p}$ -(1,2-epoksipropoksi)-fenyyli $\sqrt{p}$ -propaa-nia seoksesta, jolloin (a):n, (b):n ja (c):n summa on yhtä suuri kuin (d):n ja (e):n summa ja kaikki prosenttiarv_ot perustuvat styreenipolymeerihiukkasten painoon.

763530

25

Patentkrav:

1. Sätt att göra styrenpolymerpartiklar mindre antändbara genom impregnering av polymerpartiklarna genom upphettning i en vattenhaltig suspension i närvaro av en organisk halogenförening och ett jäsmedel vid temperaturer högre än 100°C , k ä n n e t e c k n a t därav, att före impregnering tillsättes cirka 0,2-4,0 viktprocent av ett termiskt stabiliseringsmedelssystem för den organiska halogenföreningen, vilket stabiliseringsmedelssystem väsentligen består av en blandning av

- (a) 0,06-1,2 viktprocent bariumnonylphenoxid,
- (b) 0,02-0,4 viktprocent kadmium-2-etylhexanoat,
- (c) 0,02-0,4 viktprocent trikresylfosfit,
- (d) 0,07-1,40 viktprocent epoxiderad sojabönlja, och
- (e) 0,03-0,60 viktprocent 2,2-bis-[p-(1,2-epoxipropoxi)-fenyl]-propan,

varvid summan av (a), (b) och (c) är lika med summan av (d) och (e), och samtliga procentvärden är baserade på vikten av styrenpolymerpartiklarna.

2. Styrenpolymerkomposition, som väsentligen består av styrenpolymerpartiklar impregnerade med 0,2-15,0 viktprocent av en organisk halogenförening, som gör styrenpolymerpartiklar mindre antändbara, och 3-20 viktprocent av ett organiskt jäsmedel, k ä n n e t e c k n a d därav, att styrenpolymerkompositionen ytterligare innehåller 0,2-4,0 viktprocent av ett termiskt stabiliseringsmedelssystem för den organiska halogenföreningen, vilket stabiliseringsmedelssystem väsentligen består av en blandning av

- (a) 0,06-1,2 viktprocent bariumnonylphenoxid,
- (b) 0,02-0,4 viktprocent kadmium-2-etylhexanoat,
- (c) 0,02-0,4 viktprocent trikresylfosfit,
- (d) 0,07-1,40 viktprocent epoxiderad sojabönlja, och
- (e) 0,03-0,60 viktprocent 2,2-bis-[p-(1,2-epoxipropoxi)-fenyl]-propan,

varvid summan av (a), (b) och (c) är lika med summan av (d) och (e) och samtliga procentvärden är baserade på vikten av styrenpolymerpartiklarna.

763530

HYV. BÄIT.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utläggnings- och patentskrifter:

Suomi - Finland _____

Iso-Britannia - Storbritannien _____

Norja - Norge _____

Ranska - Frankrike _____

Ruotsi - Sverige K 395 708 (C08J 9/10), K 395 902 (C08J 9/18)

Saksa - BRD - Tyskland _____

Sveitsi - Schweiz _____

Tanska - Danmark _____

USA _____

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

13.4.83 Enkki Kairinen

Allekirjoitus