

277136



15 JUN 1962 7136

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 8 de Mayo de 1962, con el Núm. 277.136

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de THE DOW CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana, establecida en Midland, Michigan, Estados Unidos de América, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA FABRICACION DE COMPOSICIONES POLIMERAS"

---

Este invento se refiere a composiciones de resina alquenilaromática resistentes a la llama y/o retardadoras de la llama en forma de gránulos espumables o en forma de espumas. El invento se refiere además a un método para la preparación de las composiciones de resina alquenilaromática.

5

Las resinas alquenilaromáticas que se han hecho resistentes a la llama o retardadoras de la llama mediante la incorporación en las mismas de los agentes ignífugos - conteniendo halógeno corrientemente usados no son comple-

10

277136

15



tamente satisfactorias a causa de que el agente ignifugante, en la cantidad en que generalmente está presente para asegurar la resistencia a la llama de los artículos resinosos, no proporciona las propiedades de resistencia a la llama o retardo de la misma para las escurriduras de polímero fundido que caen desde el artículo en combustión.

Se ha encontrado ahora que el fosfato de tris(2,3-dibromopropilo) consigue dichos mejoramientos y es capaz de hacer que las escurriduras sean auto-extinguibles, a condición de que se agregue al polímero en una proporción suficientemente de perlas espumables que contienen, por ejemplo, una resina alquenilaromática tal como poliestireno o un copolímero del mismo, un compuesto orgánico volátil como agente de expansión o hinchamiento y un agente ignifugante. Pueden obtenerse convenientemente perlas espumables de una tal composición polimerizando el monómero o la mezcla de monómero en suspensión acuosa y en presencia del agente ignifugante y del agente de hinchamiento orgánico volátil, tal como pentano o éter de petróleo.

Se ha encontrado ahora además que los agentes ignifugantes arriba mencionados a base de fosfato, si están presentes en la mezcla de polimerización en suspensión, perjudican la formación conveniente de perlas en la reacción de polimerización y se hace preciso adoptar medidas, que consumen mucho tiempo, para asegurar la producción de perlas uniformes en presencia de los fosfatos. Asimismo, los fosfatos tienen también una influencia perjudicial pronunciada sobre la estabilidad del moldeo de la espuma con la consiguiente disminución de la calidad de las espumas producidas a partir de las perlas que las contienen.

15 JUN 1954



277136

El presente invento proporciona nuevas composiciones y espumas producidas a partir de las mismas que contienen como componente termoplástico una o más resinas alquilaromáticas y que contienen como agente ignífugante un fosfonato que contiene bromo orgánico que tiene tres sustituyentes alifáticos. Uno de los sustituyentes alifáticos está directamente unido al átomo de fósforo y los dos radicales alifáticos restantes están unidos al fósforo a través de puentes de oxígeno. Preferiblemente, los sustituyentes alifáticos son alcoholes bajos, incluyendo los sustituyentes cicloalifáticos. Uno o más de los sustituyentes alifáticos pueden estar sustituidos por átomos de halógeno, de los cuales uno, por lo menos, es bromo. Los fosfonatos más preferidos para uso de acuerdo con el presente invento son aquellos en que los grupos alifáticos contienen de dos a cuatro átomos de carbono y/o en que cada uno de los radicales alifáticos contiene, por lo menos, un átomo de bromo.

Si, además del fosfonato, se emplea un peróxido orgánico como sinérgico, se necesitan menores proporciones del fosfonato para la obtención de la ignifugación o de un nivel satisfactorio de retardo de la llama de la espuma y de las escurriduras. Son sinérgicos preferidos los peróxidos orgánicos relativamente estables que tienen una vida media de por lo menos dos horas a 100° C., según se determina en benceno. Algunas veces es posible una reducción adicional de la proporción requerida del agente ignífugante de fosfonato, si la composición contiene además un agente ignífugante que contenga bromo, que esté libre de fósforo y que es de la clase normalmente empleada.

277136

15



para las resinas alquenilaromáticas, como agente ignifugante efectivo.

5 Los fosfonatos conteniendo bromo orgánico que se emplean como agentes ignifugantes de acuerdo con el presente invento no poseen una estabilidad térmica elevada. Por consiguiente, no deben usarse en composiciones de resina que están sometidas a temperaturas excesivamente altas, - tal como las que pueden presentarse en muchas de las técnicas de extrusión comúnmente usadas. Sin embargo, su estabilidad térmica es completamente satisfactoria en los -  
10 procedimientos de polimerización comúnmente usados en los que se producen resinas alquenilaromáticas a partir de -- los monómeros por polimerización en presencia del agente ignifugante de fosfonato y, si se desea, en presencia de  
15 cualquier otro ingrediente deseado, tal como agentes de hinchamiento, otros agentes ignifugantes, etc.

El agente de hinchamiento puede incorporarse también mientras se completa la polimerización (o después de completada), y las perlas espumables así producidas pueden espumarse sometiéndolas a elevadas temperaturas, p. -  
20 ej: tratando con vapor las perlas mientras están contenidas en un molde sin perjuicio apreciable para la eficacia de los fosfonatos contenidos en ellas. Otra gran ventaja es que los mencionados agentes ignifugantes de fosfonato  
25 tienen una tendencia nula o pequeña a disminuir el peso molecular del polímero obtenido en la reacción de polimerización. Tampoco tienen tendencia a la inhibición de la velocidad de polimerización.

El término "ignifugación" o "auto-extinción", tal como aquí se usa, significa que las espumas son auto-extin

30

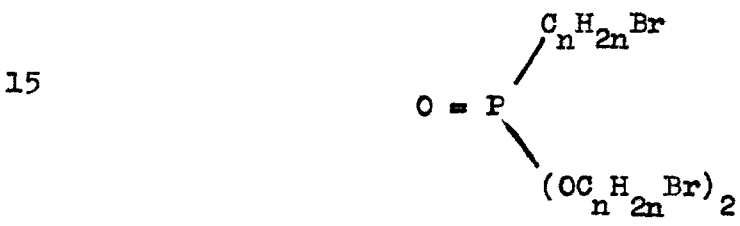
277136

15 JUL



guibles, es decir, que, cuando se inflama la espuma en llama libre, se extingue por sí sola en 20 segundos o menos cuando se retira la llama. Las escurriduras o goteos del polímero fundido o espuma que caen desde la espuma en ignición son, pues, de acuerdo con este invento, no inflamables o auto-extinguibles, y, por tanto, incapaces de sostener una llama cuando se enciende nuevamente en una llama libre durante 5 segundos y después de retirar la llama.

Los fosfonatos conteniendo bromo orgánico más preferidos para los fines del presente invento son los fosfonatos de bis(bromoalquil) bromo alcoholo que tienen la fórmula general



donde n es un número entero de 2 a 4. Como se ha dicho anteriormente, resulta sorprendente e inesperado que los fosfonatos empleados en el presente invento y particularmente los bis(bromoalcohol) bromoalcoholfosfonatos, que tienen la fórmula general arriba indicada, preferiblemente en combinación con un peróxido orgánico, sean efectivos como ignifugantes para las resinas alquenilaromáticas y espumas de las mismas, y que la combinación ignifugue las escurridoras o goteos de tales resinas o espumas inflamadas o fundidas, y que dichos fosfonatos ejerzan una disminución insignificante o nula en el peso molecular del polímero obtenido o en la inhibición de la velocidad

277136

15



de polimerización cuando se polimerizan compuestos monóme-  
ros monoalquenilaromáticos, p.ej: estireno, viniltolueno,  
dicloroestireno, etc., en presencia de tales compuestos,-  
o en mezcla con tales compuestos, el peróxido orgánico y  
5 un agente de espumado orgánico volátil tal como por ejem-  
plo en un sistema de suspensión acuosa para obtener grán-  
ulos o perlas de resina alquenilaromática, con propiedades  
latentes de espumado, adecuados para la preparación de ar-  
tículos celulares ignifugados.

10 Los bis(bromoalcohol)bromoalcoholfosfonatos que han  
de emplearse como agentes ignifugantes pueden prepararse  
fácilmente por varios métodos conocidos. Los comprendidos  
dentro de la fórmula general que acaba de mencionarse pue-  
den obtenerse fácilmente haciendo reaccionar un óxido de  
15 alquileno que contenga de 2 a 4 átomos de carbono en la -  
molécula, tal como óxido de etileno, óxido de 1,2-propile-  
no u óxido de 1,2-butileno, con tribromuro de fósforo en  
un disolvente tal como o-diclorobenceno, tolueno, xileno  
o análogo, y, elevando posteriormente la temperatura de -  
20 la mezcla de reacción a 150° C o más, para originar el --  
reajuste del fosfito a fosfonato. Los rendimientos de los  
fosfonatos cuando se preparan por este procedimiento son  
casi cuantitativos y de una pureza tal que, después de --  
eliminar el disolvente, puede emplearse el fosfonato re--  
25 sultante directamente para su incorporación con el políme-  
ro orgánico para ignifugarle. Los fosfonatos de este in--  
vento pueden emplearse en proporciones que corresponde a,  
aproximadamente, 0,5 a 8 por ciento en peso basado en el  
peso del polímero que se quiere ignifugar aunque algunas  
30 veces puede ser necesario emplear menos o más. Como se ha

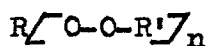
277136

154



dicho, es particularmente ventajoso emplear el fosfonato en combinación con un compuesto peroxigenado orgánico, p. ej: un peróxido orgánico, como sinérgico para el fosfonato que contiene bromo, con el fin de conseguir los resultados más satisfactorios del invento.

Los grupos preferidos de peróxidos orgánicos que pueden usarse en el invento en combinación con el fosfonato para producir una acción sinérgica para ignifugación de la resina alquenilaromática son los peróxidos más estables - que comprenden los compuestos peróxido orgánicos relativamente no volátiles que hierven a 100° C. o más, a 760 milímetros de presión absoluta, teniendo una semi-vida de - por lo menos 2 horas a 100° C tal como se determina en - benceno, y conteniendo por lo menos 6 átomos de carbono - en la molécula, con un átomo de carbono terciario, por lo menos, unido a un átomo de oxígeno del grupo peróxido. Los compuestos peróxido preferidos a emplear caen dentro de la fórmula general



donde R puede representar un radical alcoholo que contiene de 2 a 9 átomos de carbono, un radical hidrocarburo - arilo o aralcoholo de la serie bencénica, el radical acetol y el radical ftaloilo, benzoilo y ftaloilo, R' puede - representar hidrógeno, un radical alcoholo que contenga - de 2 a 9 átomos de carbono, un radical aralcoholo o arilo de la serie bencénica y n puede ser un entero de 1 a 2.

Ejemplos de los compuestos peroxigenados orgánicos de máxima eficacia son peracetato de butilo (terc.), perbenzoato de butilo (terc.), perftalato de dibutilo (diterc.)

277136

15 JUN



hidroperóxido de butilo (terc.), peróxido de butilo ---  
 (diterc.), hidroperóxido de cumeno, peróxido de dicumilo,  
 peróxido de cumil-éter, peróxido de amilo (diterc.), peró  
 xido de butilo cumilo (terc.), peróxido de octilo cumilo  
 5 (terc.), peróxido de cumil-isopropilo, peróxido de bis(al  
 fa-metilbencilo), peróxido de bis(alfa-etil-bencilo), pe  
 róxido de bis(alfa-propilbencilo) y análogos.

Con la denominación de "resina alquenilaromática" -  
 se alude a un polímero normalmente sólido de uno o más --  
 10 compuestos monoalquenilaromáticos polimerizables que com  
 prenden, en forma químicamente combinada, por lo menos 70  
 por ciento en peso de, por lo menos, un compuesto alqueni  
 laromático que tiene la fórmula general



donde Ar representa un radical aromático o un radical de  
 halohidrocarburo aromático sustituido en el núcleo, de -  
 la serie bencénica, y R es hidrógeno o el radical metilo.  
 20 Ejemplos de tales resinas alquenilaromáticas son los homo  
 polímeros sólidos y copolímeros de uno o más compuestos -  
 monoalquenilaromáticos, tal como estireno, viniltolueno,-  
 vinilxileno, isopropilestireno, p-terc.-butilestireno, --  
 ar-etil-vinilbenceno, ar-cloroestireno, ar-dicloroestire  
 25 no, ar-bromoestireno, los copolímeros sólidos de, por lo  
 menos, 70 por ciento en peso de uno o más de tales compues  
 tos monoalquenilaromáticos con no más de 30 por ciento en  
 peso de uno o más de otros compuestos copolimerizables --  
 monoetilénicamente insaturados, tal como acrilonitrilo o  
 30 metacrilato de metilo, y copolímeros de enlace cruzado de



277136

compuestos monovinilaromáticos p.ej. un copolímero de --  
99,5 - 99,999 por ciento en peso de estireno y de 0,001 -  
0,5 por ciento de divinilbenceno.

5 Los compuestos orgánicos fluidos volátiles que han  
de emplearse como agentes espumantes en las composiciones  
de resina alquenilaromática pueden ser cualquier compues-  
to orgánico volátil que se disuelve apreciablemente en el  
polímero sólido pero en el que es insoluble el polímero o  
solamente se hincha. Entre los compuestos orgánicos volá-  
10 tiles adecuados están los hidrocarburos alifáticos satura-  
dos que contienen de 4 a 7 átomos de carbono en la molécu-  
la y perclorofluorohidrocarburos que tienen un peso mole-  
cular de, por lo menos, 58 y un punto de ebullición no ma-  
yor de 95° C a 760 milímetros de presión absoluta. Ejem-  
15 plos de compuestos orgánicos volátiles convenientes son -  
pentano normal, isopentano, neopentano, butano normal, --  
isobutano, hexano, heptano, éter de petróleo, y varios --  
perclorofluorohidrocarburos. Pueden usarse mezclas de --  
cualquiera de dos o más de tales compuestos orgánicos vo-  
20 látiles. Los compuestos orgánicos volátiles se emplean --  
ventajosamente en proporciones que corresponden aproxima-  
damente a 0,05 - 0,4 gramo moléculas del compuesto (o com-  
puestos) orgánico volátil por 100 gramos del monómero que  
se quiere polimerizar.

25 Las composiciones polímeras que tienen propiedades  
espumantes latentes se preparan preferiblemente polimeri-  
zando los materiales de partida monómeros en mezcla con -  
el fosfonato o mezcla de fosfonatos y el agente espumante  
orgánico volátil en masa, es decir, en ausencia, o prácti-  
30 camente en ausencia, de diluyentes inertes o disolventes



277136

para el polímero, pero la polimerización puede realizarse también ventajosamente mientras el monómero y los ingredientes añadidos, p.ej. el agente espumante volátil y el agente ignífugante de fosfonato, están suspendidos en un medio acuoso inerte, tal como agua o salmuera. La polimerización en suspensión de los monómeros en mezcla con el agente de espumado y el agente de ignifugación permite controlar fácilmente la reacción para obtener el producto en forma de gránulos separados o perlas de un tamaño deseado. La polimerización se realiza ventajosamente en presencia de un catalizador de polimerización peroxigenado, tal como peróxido de benzoilo, peróxido de acetilo, peróxido de butilo (ditero.), peróxido de dicumilo, peróxido de butilo (terc.), diperftalato de butilo (diterc.), peracetato de butilo (terc.), perbenzoato de butilo (terc.), o análogo o una mezcla de uno o más de tales compuestos peróxido, y en cantidades desde 0,1 a 5 por ciento en peso, basadas en el peso de los monómeros inicialmente usados.

Como se ha mencionado arriba, el agente ignífugante de fosfonato del invento puede emplearse ventajosamente en combinación con los bromuros orgánicos usuales tal como 1,1,2,2-tetrabromoetano, 1,2-dibromotetracloroetano, 1,2,3,4-tetrabromobutano, monocloropentabromociclohexano, dibromuro de estireno, di(bromometil)benceno, y análogos, para proporcionar espumas auto-extinguibles ignífugas de resinas alquenilaromáticas que tienen propiedades retardadoras de la llama mejoradas, particularmente en lo que se refiere a la ignifugación de las escurriduras o goteos resultantes de tales espumas polímeras cuando se inflaman.

277136

15



Los agentes ignifugantes de fosfonato, solos o en combinación con otros bromuros orgánicos, pueden emplearse, según se ha dicho, juntos con un compuesto peróxido. Se prefieren compuestos tales como peróxido de dicumilo, --  
5 peróxido de butilo (di-terc.) hidroperóxido de butilo -- (terc.), diperftalato de butilo (ditero.), perbenzoato de butilo (terc.), hidroperóxido de cumeno y análogos, te---  
niendo ventajosamente dicho compuesto peroxigenado una se  
mi-vida de por lo menos 2 horas, según se determina en --  
10 benceno a 100° C, y en cantidades tales que el producto -  
espumado contenga de, aproximadamente, 0,01 a 2, preferi-  
blemente de 0,1 a 0,5 por ciento en peso del compuesto pe  
roxigenado. Las proporciones específicas del fosfonato y  
el compuesto peroxigenado a emplear en un caso dado varia  
15 rán en parte según sea el fosfonato y el compuesto peroxi  
genado que se empleen, dentro de los límites señalados.  
La combinación del fosfonato y el compuesto peroxigenado  
en el producto de espuma tiene una acción sinérgica en el  
mejoramiento de la acción ignifugante del fosfonato para  
20 hacer auto-extinguible la espuma inflamada.

Ejemplo 1

En cada uno de una serie de experimentos, se colo-  
có una carga de 100 partes en peso de estireno monomero,--  
25 junto con 0,04 partes de divinilbenceno, 7,67 partes de -  
pentano normal, 0,43 partes de peróxido de benzoilo como  
catalizador de polimerización y peróxido de dicumilo como  
compuesto peroxigenado y bis(2-bromoetil)2-bromoetilfosfo  
nato como agente ignifugante, en las cantidades que se in  
30 dican en la siguiente tabla, en una botella de vidrio re-



15 J

277136

sistente a la presión, en mezcla con 125 partes en peso -  
de agua conteniendo 0,125 partes de dicromato potásico, -  
0,115 partes de poliviniltolueno sulfonado, sal amónica  
como agente de dispersión y 0,385 partes de sulfato amóni  
5 co. Se ajustó el pH de la solución acuosa a 6,0. La mez--  
cla se agitó y se calentó en la botella cerrada durante -  
11 horas a 90° C., luego durante 5 horas a 103 ° C. para  
polimerizar el monómero. Posteriormente, se enfrió la mez  
cla, se abrió la botella y se separó el polímero por fil-  
10 tración, lavando y secando a temperatura ambiente. El pro  
ducto se obtuvo en forma de perlas finas de un diámetro -  
de 1 milímetro aproximadamente. El producto granular se -  
preespumó calentando en vapor a 100° C. durante tres minu  
tos, luego se colocó en un molde poroso cerrado y se ca--  
15 lentó con vapor para formar un artículo celular que tenía  
las dimensiones de 254 x 254 mm por 16 mm de grueso. Se -  
cortaron piezas de ensayo que tenían las dimensiones de 6  
x 25 mm. de sección transversal por 127 mm. de largo, del  
artículo celular moldeado. Estas piezas de ensayo se usa-  
20 ron para determinar las características de auto-extinción  
para el producto espumado. El procedimiento para determi  
nar la característica de auto-extinción para la espuma --  
consistía en mantener la pieza de ensayo de la espuma en  
una posición horizontal sobre su borde (6 mm.) y mover un  
25 micromechero que tenía una llama de 25,4 mm. por debajo -  
del extremo libre hasta que se inflamaba la espuma, y qui  
tar luego la llama. Se observaba el tiempo en segundos ne  
cesario para que la espuma inflamada se extinguiera por -  
sí sola. En otras pruebas, se quemaban completamente pie-  
30 zas de la espuma manteniéndolas en contacto continuo con

277136

15 J



la llama y observando el tiempo de combustión en segundos para el que el polímero en combustión escurriendo (gotear do) de la pieza de ensayo continuaba ardiendo. En otras -  
pruebas, los escurrimientos acumulados del polímero se in  
5 flamaban nuevamente dirigiendo la llama sobre ellos, reti  
rando luego la llama y observando el tiempo en segundos -  
transcurrido hasta que los escurrimientos re-inflamados -  
eran auto-extinguibles. La Tabla I identifica los experi  
mentos y da las proporciones en partes en peso de los in  
10 gredientes usados para su preparación. La tabla da tam---  
bién las características de combustión o auto-extinción -  
determinadas para el producto espumado.

15 J



Tabla I

Prueba Nº	Materiales de partida			Bromofosfo nato, partes	Espuma		
	Estireno, partes	Divinilben- ceno, partes	Peróxido de di- cumilo, partes		Espuma, seg.	Tiempo de combustión Espuma, seg.	Escurre- mientos, seg.
1	100	0,04	0,2	-	arde	arde	arde
2	100	0,04	0,2	2	12	3	15
3	100	0,04	0,2	3	3	0,5	8
4	100	0,04	0,2	4	1	0,5	3
5	100	0,04	0,4	1	15	4	4
6	100	0,04	0,4	2	5	5	15
7	100	0,04	0,4	3	1	0,5	3
8	100	0,04	0,4	3	0,25	0,25	1
9	100	0,04	0,4	4	0,25	0,25	1



Ejemplo 2

277136

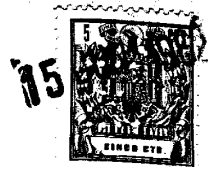
En cada uno de dos experimentos, se prepararon perlas de resina alquenilaromática espumable polimerizando una mezcla de 99,924 por ciento en peso de estireno, 0,04 por ciento de divinilbenceno y 0,036 por ciento de etilvinilbenceno en mezcla con 7,67 por ciento en peso de pentano normal basado en la suma de los pesos de los monómeros, y 4 y 5 por ciento, respectivamente, de bis(X-bromobutil) X-bromobutil fosfonato como agente ignifugante en un medio acuoso análogo al empleado en el Ejemplo 1, a excepción de que el medio acuoso contenía 6 por ciento en peso de alcohol metílico. El producto se obtuvo en forma de pequeños gránulos o perlas de tamaño sustancialmente uniforme. Se espumaron porciones del producto y se ensayaron en cuanto a sus características de auto-extinción empleando un procedimiento análogo al que se empleó en el Ejemplo 1. Se encontró que el producto espumado tenía las propiedades que se dan en la Tabla II.

Tabla II

Ensayo Nº	Bromofosfonato por ciento	Espuma, seg.	Tiempo de combustión	
			escurrimientos seg.	escurrimientos re- -inflamados, seg.
A	4	0,25	0,25	4
B	5	0,25	0,25	5

277136





Ejemplo 3

277136

En cada uno de una serie de experimentos, se prepararon perlas de resina alquenilaromática espumable polimerizando una mezcla de monómeros constituida por 99,924 --  
5 por ciento en peso de estireno, 0,04 por ciento en peso --  
de divinilbenceno, y 0,036 por ciento en peso de etilvi--  
nilbenceno en una suspensión acuosa, en mezcla con 7,67 --  
por ciento en peso de pentano normal, basado en la suma de  
los pesos de los monómeros, como agente espumante, 0,43 --  
10 por ciento de peróxido de benzoilo como catalizador de po-  
limerización y bis(2-bromoetil)2-bromoetilfosfonato y un  
compuesto orgánico peroxigenado, del tipo y en las canti-  
dades que se indican en la tabla siguiente, como sinérgi-  
co para activar las características ignifugantes del fos-  
15 fonato empleando un procedimiento análogo al empleado en  
el Ejemplo 1. El divinilbenceno empleado en el experimen-  
to era una fracción de destilación constituida de, aproxi-  
madamente, 60 por ciento en peso de una mezcla de meta- y  
para-divinilbencenos y, aproximadamente, 40 por ciento de  
20 una mezcla de meta- y para-etilvinilbencenos, en cuya --  
fracción la proporción de isómeros meta era aproximadamen-  
te 65 por ciento y los isómeros para eran aproximadamente  
35 por ciento, respectivamente, habiendo presente en la --  
mezcla una cantidad insignificante o nula de isómeros --  
25 orto. El producto de la polimerización se extrajo en for-  
ma de perlas pequeñas uniformes. Se espumaron porciones --  
del producto para formar un cuerpo celular y el producto  
espumado se ensayó en cuanto a sus características de --  
auto-extinción empleando un procedimiento análogo al em-  
30 pleado en el Ejemplo 1. La Tabla III identifica los expe-

277136

15 JUL



rimentos y nombres del compuesto peroxigenado orgánico y el bis(2-bromoetil) 2-bromoetilfosfonato en el producto es pumado y las características de auto-extinción determinadas para el producto.

Tabla III

Prueba Nº	Resina, partes	Materiales de partida		Bromofosfo- nato %	Espuma		
		Clase	Compuesto peroxigenado orgánico %		Tiempo de combustión		
					Espuma, seg.	Escurre- mientos, seg.	Escurremien- tos, re-infla- mados seg.
1	100	Peróxido de dicumilo	0,4	1	4	4	
2	100	Peróxido de dicumilo	0,4	3	0,5	2	
3	100	Peróxido de dicumilo	0,2	4	0,5	3	
4	100	Peróxido de butilo (di-terc.)	0,4	4	0,25	2	
5	100	Diperftalato de butilo (di-terc.)	0,2	4	0,5	10	

277136

15 J





15 J

277136

N O T A

277136

Los puntos de invención propia y nueva que se presenten para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Mejoras introducidas en la fabricación de composiciones polímeras o espumas producidas a partir de estas, que contienen como componente termoplástico uno o más polímeros alquenal aromáticos y como agente a prueba de llama uno o más fosfonatos orgánicos que contienen bromo que tienen tres sustituyentes alifáticos, uno de cuyos sustituyentes alifáticos está unido directamente al átomo de fósforo y los dos radicales alifáticos restantes están unidos al fósforo por medio de puentes de oxígeno.

2.- Mejoras de acuerdo con el punto 1, caracterizadas porque las composiciones contienen un fosfonato orgánico que contiene bromo, en el que los radicales alifáticos son radicales alcohilo inferior o cicloalifáticos.

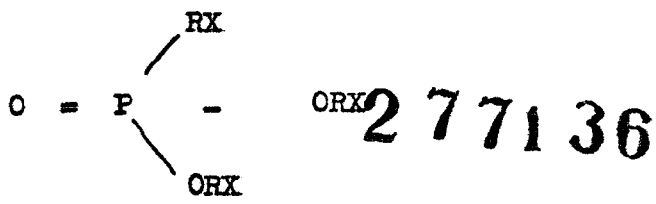
3.- Mejoras de acuerdo con los puntos 1 y/o 2, caracterizadas porque las composiciones contienen un fosfonato orgánico que contiene bromo, en el cual los radicales alifáticos o alcohílicos tienen de 2 a 4 átomos de carbono.

4.- Mejoras según cualquiera de los puntos 1 a 3, caracterizadas porque las composiciones contienen un fosfonato orgánico que contiene bromo, en el cual cada uno de los radicales alifáticos o alcohilo contienen por lo menos un átomo de bromo.

5.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 4, según las cuales el fosfonato tiene la fórmula general

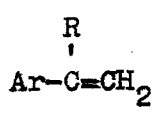


154



5        donde R es un radical alifático inferior y X representa -  
 uno o más átomos de halógeno de los cuales por lo menos -  
 uno es bromo.

6.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos  
 1 a 5, según las cuales el polímero alquénil aromático es  
 10 un polímero termoplástico que deriva de por lo menos 70%  
 en peso de uno o más compuestos alquénil aromático que --  
 tienen la fórmula general



15        donde Ar representa un radical aromático del grupo que --  
 consiste en hidrocarburo y radicales hidrocarburo halo-  
 -substituidos en el núcleo de la serie del benceno y R es  
 un miembro del grupo que consiste en hidrógeno y el radi-  
 cal metilo.

20        7.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos  
 1 a 6, caracterizadas porque las composiciones consisten  
 en una composición espumable debida al contenido de agen-  
 te de soplado o de expandido.

8.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos  
 25 1 a 7, caracterizadas porque las composiciones contienen  
 además, como agente de formación de espuma, un compuesto  
 orgánico fluido volátil en el cual el polímero es subs-  
 tancialmente insoluble, y cuyo compuesto orgánico está -  
 uniformemente dispersado en la composición polímera.

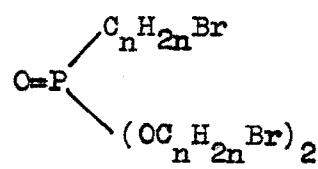
30        9.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos



# 277136

1 a 8, caracterizadas porque las composiciones contienen de 0,5 a 8% en peso de fosfonato que contiene bromo.

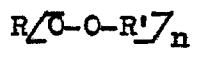
10.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 9, según las cuales el fosfonato que contiene bromo -  
5 tiene la fórmula general



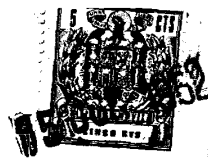
donde n es un número entero de 2 a 4.

10 11.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 10, caracterizadas porque las composiciones contienen además un peróxido orgánico como sinérgico para el agente a prueba de llama.

15 12.- Mejoras de acuerdo con el punto 11, según las cuales el peróxido orgánico tiene la fórmula general



donde R representa un miembro del grupo que consiste en -  
radicales alcohilo que contienen desde 2 a 9 átomos de --  
20 carbono, radicales hidrocarburo arilo y aralcohilo de la serie del benceno, radicales acetilo, benzoilo y ftaloilo, R' representa un miembro del grupo que consiste en hidrógeno, radicales alcohilo que contienen de 2 a 9 átomos de carbono, y radicales hidrocarburo arilo y aralcohilo de -  
25 la serie del benceno y n es un entero de 1 a 2, teniendo dicho peróxido orgánico un punto de ebullición de por lo menos 100° C a 760 mm. de presión absoluta, una media vida de por lo menos dos horas como se determina en benceno a 100° C, conteniendo por lo menos 6 átomos de carbono en  
30 la molécula y teniendo por lo menos un átomo de carbono -



277136

terciario unido a un átomo de oxígeno del grupo peróxido.

13.- Mejoras de acuerdo con los puntos 11 ó 12, según las cuales el peróxido orgánico está presente en una proporción de 0,01 a 2% en peso.

5 14.- Mejoras de acuerdo con los puntos 11 a 13, según las cuales el agente a prueba de llama constituido -- por el fosfonato que contiene bromo está presente en una proporción más pequeña de lo que se necesitaría para conseguir el mismo grado de resistencia a la llama o de propiedades autoextintoras en ausencia del peróxido orgánico.

10 15.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 14, según las cuales el fosfonato que contiene -- bromo es fosfonato de bis(2-bromoetil)2-bromoetilo.

15 16.- Mejoras de acuerdo con los puntos 1 a 15, según las cuales el fosfonato que contiene bromo es fosfonato de bis(x-bromobutil)x-bromobutilo.

17.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 16, según las cuales el peróxido orgánico es peróxido de dicumilo.

20 18.- Mejoras de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 17, según las cuales el polímero termoplástico es un copolímero de por lo menos 99,9% en peso de un hidrocarburo monovinil aromático de la serie del benceno, con no más del 0,1% en peso de divinilbenceno.

25 19.- Mejoras introducidas en la fabricación de composiciones polímeras termoplásticas espumables, capaces de ser expandidas para producir un cuerpo celular autoextintor que comprenden un copolímero termoplástico inflamable de por lo menos 99,9% en peso de un hidrocarburo monovinil aromático de la serie del benceno y no más del 0,1%

30

277136



L  
de divinil benceno, teniendo uniformemente dispersado un  
hidrocarburo alifático saturado que contiene de 4 a 7 áto  
mos de carbono como agente de formación de espuma y como  
agentes a prueba de llama, basado en el peso del polímero,  
5 de 0,5 a 8% de fosfonato de bis(2-bromoetil)2-bromoetilo  
y desde 0,01 hasta 2% de peróxido de dicumilo.

20.- Mejoras introducidas en la fabricación de com-  
posiciones polímeras.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antece-  
de y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinticuatro hojas escritas  
a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 JUN 1962

Alberto de Ezaburo  
Por Poser

G.D.S. 10