

371468

13



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: KOPPERS COMPANY, INC.

RESIDENCIA: 436 Seventh Avenue, PITTSBURGH,

Pennsylvania, EE.UU.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA

COMPOSICION DE POLIMERO EXPANSIVA"

Prioridad: Patente estadounidense n.º 488.248 del 17 stbre. 1965



1 Esta invención se refiere de manera general a ma
teriales poliméricos retardadores de la llama auto-extin-
guibles y, más particularmente, a composiciones de políme-
ros de vinilarilo retardadoras de la llama, auto-extingui-
5 bles y espumable, especialmente polímeros de estireno ex-
pansivos

 La espuma de polímero es tan ligera en peso y tie-
ne tan buenas cualidades aislantes del calor que su uso -
en la construcción de edificios es muy recomendable; pero
10 se requiere para tales usos de la espuma polimérica que -
tenga propiedades retardatrices de la llama. En el pasado,
se agregaban al polímero compuestos de alquilo inferior -
que contienen bromo para hacer la espuma auto-extinguible.
Cuando se usan alcanos bromados en cantidades suficientes
15 para hacer la composición del polímero auto-extinguible, -
tales cantidades tienden a afectar adversamente las propie-
dades de moldeo de las partículas; por ejemplo, causando
una mala fusión y encogimiento de la espuma del polímero.
Los alcanos bromados tienden también a hidrolizarse con -
20 desprendimiento de gases tóxicos y deterioro y decolora--
ción de la espuma. La presencia de un peróxido en el polí-
mero tiene una acción sinérgica con los alcanos bromados
y permite que una pequeña cantidad de ellos hagan al polí-
mero auto-extinguible.

25 De acuerdo con esta invención, una composición
de polímero de estireno expansiva auto-extinguible se ob-
tiene incorporando con un polímero de estireno expansivo,
de 0,5 a 5% en peso con respecto al polímero, de un acei-
te graso bromado elegido entre aceite de algodón bromado,
30 aceite de colza bromado, aceite de alazor bromado, aceite



13

1

de linaza bromado, aceite de cáñamo bromado, aceite de maiz bromado, aceite de amapola bromado, aceite de soya bromado aceite de perilla bromado y aceite de girasol bromado.

5

Los aceites grasos bromados precedentes, derivan de aceites grasos naturales. Los aceites se broman por procedimientos clásicos, tales como por ejemplo, el método descrito en la patente norteamericana 3.028.403. Tales aceites

10

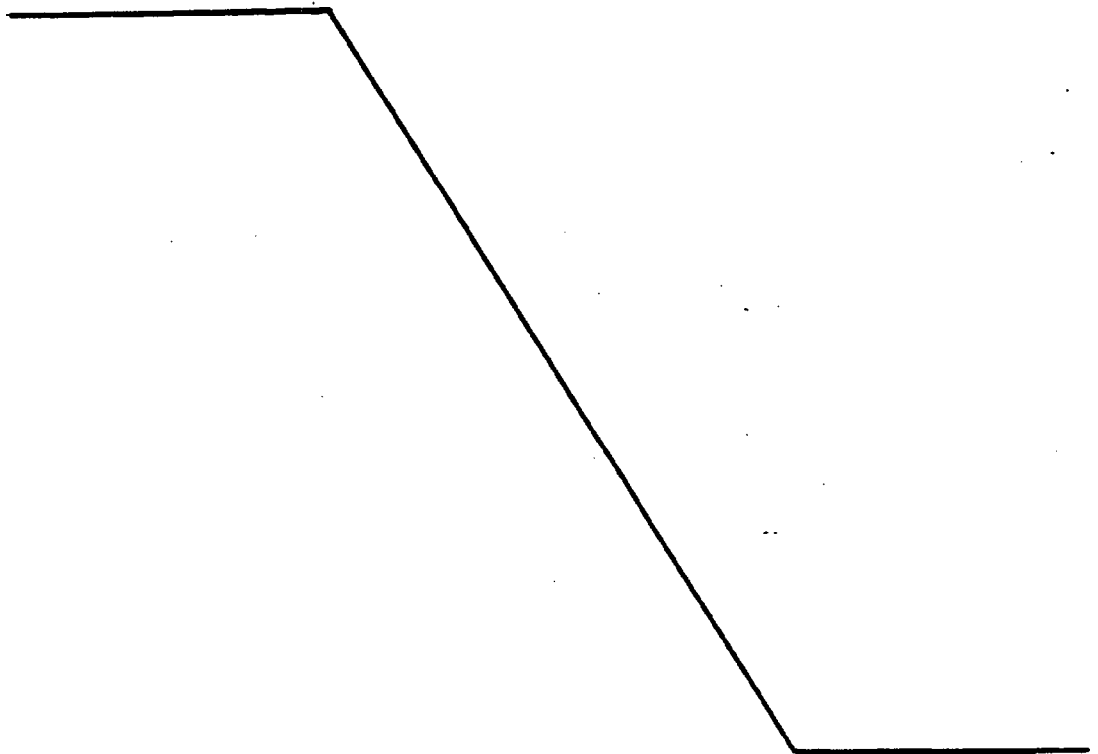
naturales son mezclas de glicéridos poliinsaturados que contienen, como grupos de ácidos grasos, ácidos tales como ácido linoleico, ácido linolénico, ácido linoleaídico, ácido elaidolinolénico, ácido araquidónico, etc. La composición aproximada de los aceites grasos típicos adecuados para usarse en la invención se enseñan en la tabla I. El resto de los aceites está compuesto por pequeñas cantidades de glicéridos de ácidos grasos saturados y otros no saturados.

15

20

25

30



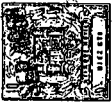


TABLA I

% EN PESO, COMPOSICION EN ACIDO GRASO NO SATURADO

| Aceite | Oleico (monoetanoico) | Linoleico | Linolénico | Indice de yodo típico del aceite base g | Contenido de bromo típico del aceite bromado |
|---------|--------------------------|-----------|------------|--|--|
| Algodón | 18 | 52 | - | 103-113 | 37% |
| Colza | 32(+34 Erucico) | 19 | 10 | 104-110 | 38% |
| Alazor | 14 | 75 | - | 138-145 | 44% |
| Linaza | 20 | 14 | 56 | 180-195 | 51% |
| Cáñamo | 13 | 53 | 24 | 160-175 | 48% |
| Trigo | 29 | 55 | 1 | 118-128 | 40% |
| Amapola | 30 | 62 | - | 130-140 | 42% |
| Soya | 25 | 53 | 7 | 125-135 | 41% |
| Perilla | 16 | 14 | 62 | 193-208 | 54% |
| Girasol | 19 | 68 | 1 | 128-138 | 42% |

Ver "Handbook of Chemistry and Physics", Edición 42ª, 1960-1961, pág. 3101.

1

5

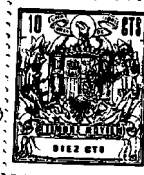
10

15

20

25

30



1

Cada aceite graso mencionado en la lista precedente contiene un total de por lo menos alrededor del 29% en peso de ácido linoléico, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$ y/o ácido linolénico $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$. Los ácidos linoléico y linolénico se caracterizan por el hecho de que tienen por lo menos 2 ligaduras etilénicas no terminales y no conjugadas, que están separadas por un grupo metileno simple.

5

10

Es conveniente bromar completamente las dobles ligaduras de los aceites grasos. En la práctica actual los aceites grasos se broman sustancialmente, aunque se agrega algo menos que la cantidad de bromo que podría esperarse, basándose en el índice de yodo, o sea alrededor del 95% del valor teórico. Esto es probablemente debido a que ocurre alguna adición de bromuro de hidrógeno en las dobles ligaduras.

15

20

Cuando las ligaduras etilénicas no conjugadas están sustancialmente bromadas para formar los agentes auto-extinguibles de la invención, se obtiene una estructura en la que la posición de los átomos de bromo en la molécula hace que estos se desprendan rápidamente como bromuro de hidrógeno cuando se calientan a una temperatura comprendida aproximadamente entre 140°C y 180°C. Los compuestos son estables a temperaturas normales de trabajo; sin embargo, una vez que se calientan hasta un punto en que se desprende un átomo de bromo y un átomo de hidrógeno de átomos de carbono adyacentes, como bromuro de hidrógeno, la estructura remanente es ampliamente alílica en naturaleza con respecto a un átomo de bromo remanente. Este tipo de estructura se activa con respecto al desprendimiento facil

25

30



1
5
10
15
20
25
30

de una molécula adicional de bromuro de hidrógeno, de modo que ocurra rápidamente el desprendimiento de todo el bromo de los compuestos. A causa de este desprendimiento del bromuro de hidrógeno, que, según se acepta generalmente, es el agente activo que termina la combustión, se necesitan - menores concentraciones de bromo en el polímero y consecuen- temente, menores cantidades de agente auto-extinguible por peso del polímero. Luego, el efecto de las propiedades de moldeo de la espuma debido a la presencia de los agentes - auto-extinguibles, disminuye en comparación con los agen- tes auto-extinguibles que han sido usados hasta ahora.

Mientras que la sorprendente efectividad de los aceites grasos bromados les permite ser efectivos en con- centraciones bajas en el polímero, la presencia del agente tiene esta tendencia a producir un efecto adverso en las propiedades del moldeo del polímero, es decir, mala fusión y encogimiento de la espuma.

Se ha encontrado ahora que la presencia en el po- límero de estireno de una pequeña cantidad de aceite de - tung obtenida por copolimerización del aceite de tung con un monómero de estireno, evita la tendencia a las dificultades en el moldeo encontradas hasta ahora. Muy sorprenden- temente, se produce una espuma de polímero que no tiende a encogerse apreciablemente por moldeo. También sorpren- dentemente, la incorporación del agente de tung tiene un - efecto sinérgico en tanto que la efectividad del agente - auto-extinguible se mejora, como se pone de manifiesto por el hecho de que la espuma de polímero puede hacerse auto- extinguible aún con cantidades menores de agente auto-ex- tinguibiles que las que se requieren cuando el aceite de -



1 tung no está presente en el polímero. El aceite de tung se
incorpora al polímero agregando el aceite de tung al monó-
mero de estireno antes de la polimerización, de modo que -
se copolimerice con el monómero de estireno. Debe emplear-
5 se un mínimo de 0,1% en peso del aceite de tung para obte-
ner una mejora sustancial de las propiedades de moldeo y -
de auto-extinción de la espuma. Por otra parte, cantidades
mayores que 0,5% de aceite de tung con respecto al peso del
polímero, son innecesarias y producen el efecto adverso de
10 retardar la velocidad de polimerización del monómero de es-
tireno.

El término "polímero de estireno" como se usa -
aquí, incluye homopolímero y copolímeros derivados de monó-
meros de vinilarilo, incluyendo estireno, isopropil, esti-
15 reno, α -metil estireno, dimetil estirenos nucleares, clo-
roestirenos, vinilnaftalenos, etc., así como copolímeros -
preparados por polimerización de un monómero aromático vi-
nílico con cantidades menores de monómeros tales como acri-
lonitrilo, metacrilato de metilo, etc.

20 Es conveniente que la polimerización del monóme-
ro de estireno y del aceite de tung se lleve a cabo en sus-
pensión acuosa, tal como se describe, por ejemplo, en la -
patente norteamericana nº 2.907.756, donde se polimeriza -
un monómero de estireno en agua en presencia de un catali-
25 zador de perbenzoato de t-butilo y peróxido de benzoilo,
en un ciclo de tiempo y temperatura determinado, usando -
un suspensor para mantener el monómero de estireno suspen-
dido en el agua en forma de partículas o glóbulos.

30 Para hacer las partículas de polímeros expansi-
vas, se incorpora el agente de soplado en las partículas



1 ya sea durante la polimerización ó después de ella. Se des-
criben procedimientos para dicha incorporación, en la paten
te norteamericana nº 3.192.169 y en la patente norteamerica
na nº 2.983.692. Entre los agentes de soplado preferidos,
5 se incluyen hidrocarburos alifáticos volátiles que contie-
nen de 1 a 7 átomos de carbono en la molécula, es decir, -
etano, metano, propano, butano, pentano, hexano, heptano,
ciclohexano, y sus derivados halogenados que hierven por
debajo del punto de ablandamiento de la resina. Habitual-
mente se incorpora de 3 a 20 % en peso con respecto al poli-
10 mero, del agente de soplado.

Es ventajoso incorporar los agentes auto-extingui-
bles en polímero agregándolos a la carga del monómero antes
de la polimerización. Sin embargo, si se desea, los agentes
15 auto-extinguibles pueden incorporarse al polímero mezclán-
dolos con el polímero plastificado por calor en un dispo-
sitivo clásico de mezclado o una extruidora.

La invención se ilustra adicionalmente pero no
se limita por los siguientes ejemplos, en los que las partes
20 son partes en peso, a menos que se indique lo contrario.

EJEMPLO I

El catalizador consiste en 0,24 parte de peróxi-
do benzoilo y 0,10 parte de perbenzoato de t-butilo y el -
agente auto-extinguible, 2,4 partes de aceite de algodón -
25 bromado (Akwilox-133, Swift & Company, Inc.) con un conte-
nido total de bromo de 37% en peso y una temperatura de des-
composición que oscila entre 160-165°C (determinada colocan-
do una muestra de agente auto-extinguible en un tubo capi-
lar y calentando el tubo en un aparato para punto de fusión
30 Mel-Temp con un reostato colocado en 40. La llama de tempe



1 ratura de descomposición es la llama de temperatura en que
ocurre un rápido desprendimiento de gas). Estas sustancias
se disuelven en una mezcla de monómero de 80 partes de mono
5 meros de estireno y 0,4 partes de aceite de tung. Esta mez-
cla se cargó en una botella de 340 g con tapa corona junto
con 120 partes de agua que contiene como agentes suspenso-
res, 0,11 parte de hidroxietilcelulosa y 0,08 parte de pi-
rofosfato tetrasódico, La botella fue cerrada y la mezcla
se calentó con agitación de extremo a extremo durante 7 ho-
10 ras en un baño de aceite a 92°C, para polimerizar la mezcla
de monómero en glóbulos duros. La mezcla se enfrió a 25/30
°C y se agregó 0,08 parte del agente dispersante monolaura-
to de ~~plioxietilmo~~ (20) sorbitan y 6,3 partes del agente de
moldeo n-pentano, agregados separadamente y en ese orden -
15 a la mezcla en la botella. El contenido de la botella se -
agitó vigorosamente después de cada adición. Se cerró la -
botella y la mezcla se recalentó durante una hora a 92°C
y luego la temperatura se aumentó a 115°C durante ½ hora
y el calentamiento continuó durante 4 horas a 115°C para
20 completar la polimerización, así como impregnar el agente
de soplado en los glóbulos. El producto se separó de la -
mezcla de reacción, se lavó bien con agua y se secó con -
aire a temperatura ambiente.

25 Los glóbulos secos se expandieron entonces en -
vapor atmosférico durante 2 a 4 minutos hasta una densidad
de aproximadamente 3,2 g/dm³. Se dejaron los glóbulos du-
rante 24 horas en la atmósfera y los glóbulos pre-expan-
didos se moldearon entonces en un bloque de 1,27 cm por
12,7 cm por 12,7 cm, adquiriendo así una estructura deés-
30 pu=ma auto-extinguible de celdas cerradas, pequeñas y uni



1 formes, entre las platinas de una prensa eléctricamente ca
lentada. El bloque de espuma tenía una densidad de 3,2 g/
dm³ y la fusión fue excelente. El bloque de espuma se cor-
5 tó en 5 listones de 2,5 cm y los listones se acondicionaron
durante la noche a 50-60°C para eliminar todo agente de so-
plado residual. Los ensayos de auto-extinción se llevaron
a cabo con los listones de espuma, suspendiéndolos vertical-
mente en una campana sin tiro y encendiéndolos colocando
una llama de 1,25 cm de un microquemador en contacto con -
10 la parte inferior de cada listón durante 3 a 5 seg. El tiem-
po medio de extinción del quemado después de que la llama
se hubo retirado de los listones, fue determinado. El tiem-
po medio de extinción para los 5 listones fue de 0,8 seg.
Un tiempo medio de extinción de 1,0 seg. o menos, se consi-
15 dera adecuado para su aceptación comercial.

EJEMPLO II

20 Se llevó a cabo una serie de ensayos en los que
un catalizador que consiste en 0,28 partes de peróxido de
benzoilo, 0,10 parte de perbenzoato de t-butilo y X parte
de aceite graso bromado (donde X es igual a la cantidad in-
dicada en la tabla II) se disolvieron en 80 partes de mono-
meros de estireno e Y parte de aceite de tung (donde Y es
igual a la cantidad indicada en la tabla II). Estas mezclas
se cargaron en botellas de 340 g con tapa corona, junto -
25 con 120 partes de agua que contiene como agentes suspenso-
res 0,64 parte de fosfato de tricalcico y 0,0048 parte de
dodecilsulfonato de sodio (Nacconol NRSF). Las botellas
se cerraron y las mezclas se calentaron con agitación de -
extremo a extremo durante 6 horas en un baño de aceite a -
30 90°C. Al final de las 6 horas, se agregaron 0,8 parte adi-



1
5
10
15
20
25
30

cional de fosfato tricálcico y 0,008 parte de dodecilben-
censulfonato de sodio (Nacconol NRSF) más 6,3 partes n-pen-
tano. Se volvió a tapar las botellas y se calentaron con -
agitación de extremo a extremo durante 4 horas en un baño
de aceite a 115°C para completar la polimerización, así -
como impregnar el n-pentano en los glóbulos. Cada producto
se separó de su mezcla de reacción, se lavó bien con agua
y secó al aire a temperatura ambiente. Los glóbulos secos
de cada ensayo se moldearon en bloques y se determinó el -
tiempo de auto-extinción de los listones, tal como se des-
cribe en el ejemplo I. Los resultados de los experimentos
figuran en la tabla II siguiente.

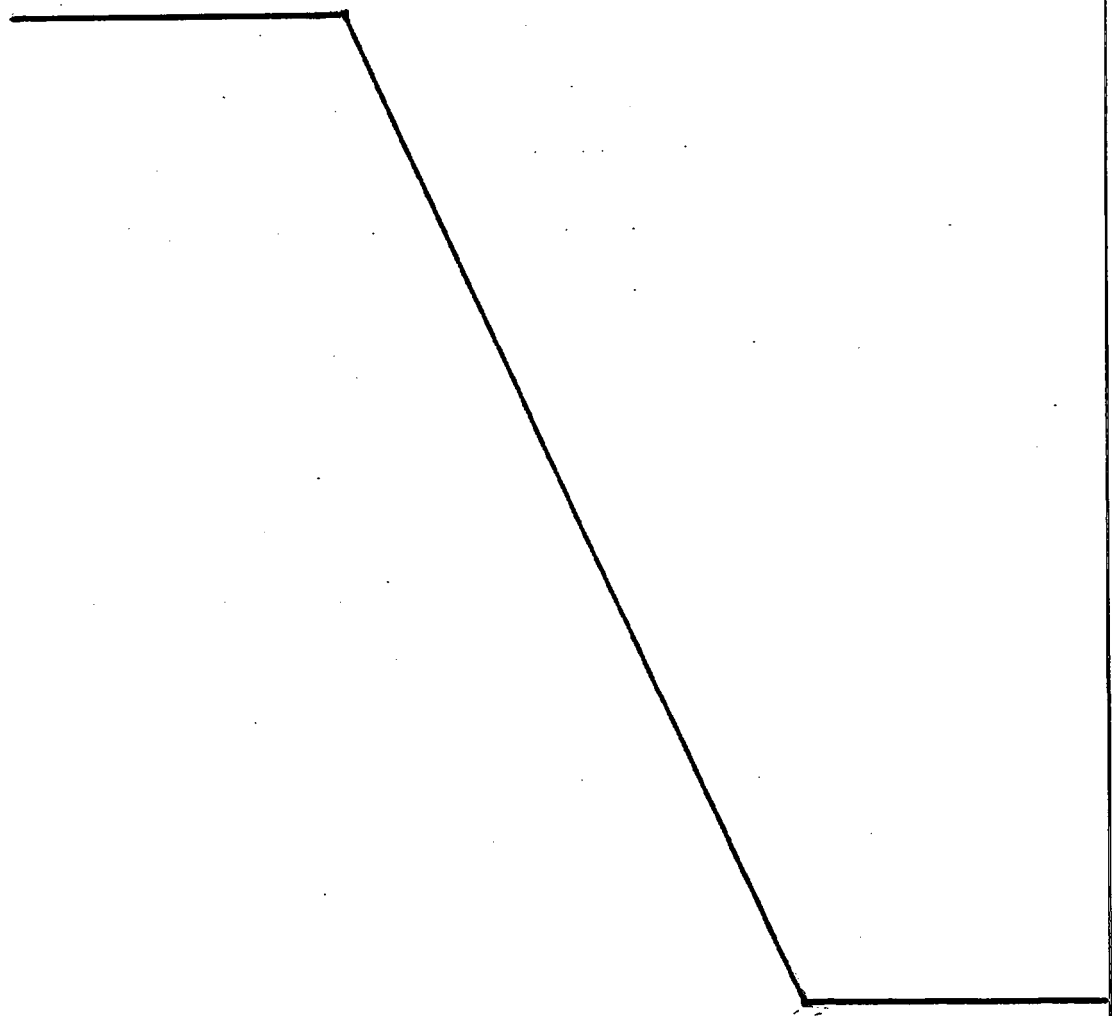


TABLA III

| | X % en peso auto-extinción en el polímero | Y % en peso aceite de tung en el polímero | Temperatura de descompo- sición de - agente de - auto-extinción | % en peso de bromo | | Tiempo A. E. Sec. | Encogimiento de la forma moldada | |
|----|--|---|---|--------------------|------------------|-------------------------|--|------------|
| | | | | En Agente A. E. | En polí- mero | | | |
| 5 | Acetite de algo- don bromado | 3,0 | 0,5 | 160-165°C | 37 | 1,1 | 0,9 | Nulo |
| | Acetite de algo- don bromado | 3,0 | 0 | 160-165°C | 37 | 1,1 | 3,1 | Apreciable |
| 10 | Acetite de colza bromado | 5,0 | 0,25 | 155-160°C | 38 | 1,9 | 0,9 | Nulo |
| | Acetite de colza bromado | 5,0 | 0 | 155-160°C | 38 | 1,9 | 1,6 | Apreciable |
| | Acetite de colza bromado | 3,0 | 0,35 | 155-160°C | 38 | 1,1 | 0,8 | Nulo |
| 15 | Acetite de colza bromado | 3,0 | 0 | 155-160°C | 38 | 1,1 | 3,0 | Apreciable |
| | Acetite de alazor bromado | 3,0 | 0,2 | 150-155°C | 44 | 1,3 | 0,8 | Nulo |
| 20 | Acetite de alazor bromado | 3,0 | 0 | 150-155°C | 44 | 1,3 | 2,2 | Apreciable |





1 Puede verse en la tabla II que la presencia de -
aceite de tung en el polímero produce espumas auto-extin-
guibles, mientras que las espumas que contiene la misma -
5 cantidad de agente auto-extinguible pero no aceite de tung
no eran auto-extinguibles. Las características de moldeo -
de las espumas se mejoraron también por la presencia del -
aceite de tung copolimerizado.

EJEMPLO III

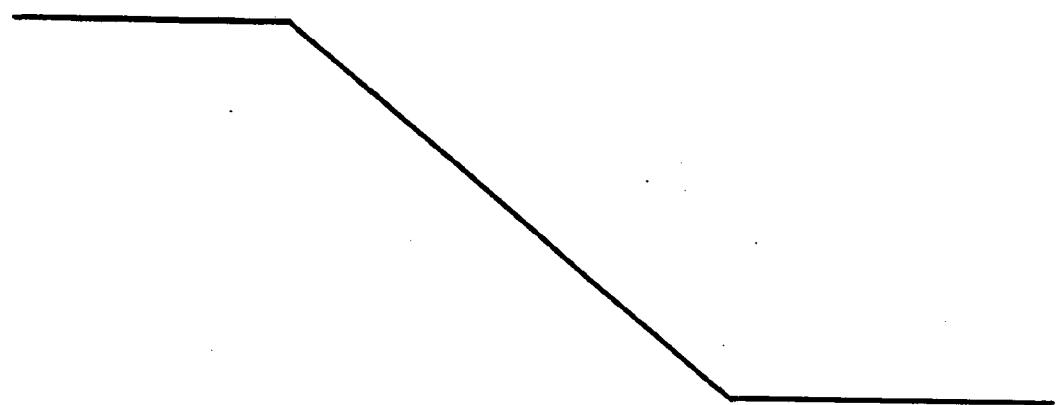
10 Para ilustrar las propiedades de las composicio-
nes de la invención, comparadas con las de las espumas de
polímero auto-extinguible preparadas con un agente auto-ex-
tinguible comercial, una serie de espumas de polímero que
contienen la combinación del aceite de tung y aceite graso
15 bromado y el retardador de llama comercial Firemaster T23P
(fosfato de tris-(2,3-dibromopropilo)) se prepararon y se
ensayaron como sigue:

20 Un catalizador que consiste en 0,10 parte de per-
benzoato de β -butilo, 0,28 parte de peróxido de benzoilo y
X parte de Firemaster T23P o aceite graso bromado (donde
X es la cantidad indicada en la tabla III siguiente) e Y
parte de aceite de tung (donde Y es la cantidad indicada
25 en la tabla III siguiente), se disolvieron en 80 partes de
monómero de estireno. Cada mezcla se cargó en una botella
de 340 g con tapa corona junto con 120 partes de agua que
contiene como agentes suspensores, 0,64 partes de fosfato
30 tricálcico y 0,0048 parte de dodecibencensulfonato de so-
dio (Nacconol NRSF). Las botellas se cerraron y las mezclas
se calentaron con agitación de extremo a extremo durante
6 horas en un baño de aceite a 90°C. Se enfriaron enton-
ces las mezclas a 25/30°C y se agregaron 0,8 parte de fos



1
5
10
15
20
25
30

fato tricálcico y 0,008 parte de dodecilsulfonato de sodio (Nacconol NRSF) más 6,7 partes de n-pentano. Se volvió a cerrar las botellas y se calentaron en el baño de aceite a 115°C con agitación de extremo a extremo durante 4 horas adicionales, para completar la polimerización de los glóbulos, así como de impregnar n-pentano en los glóbulos. El producto de cada botella se separó de su mezcla de reacción, se lavó bien con agua y se secó al aire a temperatura ambiente. El tiempo de extinción de la espuma de cada producto se determinó de la misma manera que se ilustra en el ejemplo 1, con los resultados indicados en la tabla III. Puede verse comparando las propiedades de auto-extinción de las espumas que contienen aceites grasos bromados con las espumas que contienen Firemaster T23P, que estas últimas composiciones requieren composiciones de bromo en el polímero de 2,7%, para obtener una espuma auto-extinguible mientras que con el aceite de tung y el aceite graso bromado, son suficientes concentraciones de bromo tan bajas como 1,1%. La adición del aceite de tung a la composición que contiene Firemaster T23P mejora las propiedades de moldeo de la espuma pero no parecen afectar las características de auto-extinción de la espuma.



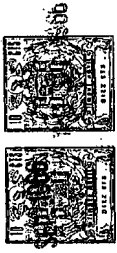


TABLA III

| Agente de auto-extinción | X % en peso auto-extinción en el polímero | Y % en peso Aceite de tung en el polímero | Temperatura de descomposición en el agente de auto-extinción | % en peso de bromo En agente A.E. | En polímero | Tiempo A.E. Sec. | Encogimiento de la forma moldeada |
|---------------------------|--|--|--|-----------------------------------|-------------|------------------|-----------------------------------|
| Aceite de linaza bromado | 3,0 | 0,15 | 150-155°C | 50 | 1,5 | 0,9 | Nulo |
| Aceite de cáñamo bromado | 3,0 | 0,25 | 165-170°C | 48 | 1,4 | 0,8 | Nulo |
| Aceite de trigo bromado | 3,0 | 0,30 | 160-165°C | 40 | 1,2 | 0,8 | Nulo |
| Aceite de amapola bromado | 3,0 | 0,50 | 165-170°C | 42 | 1,3 | 0,9 | Nulo |
| Aceite de soya bromado | 3,0 | 0,50 | 160-165°C | 37 | 1,1 | 0,9 | Nulo |
| Aceite de perilla bromado | 3,0 | 0,10 | 145-150°C | 54 | 1,6 | 1,0 | Nulo |
| Aceite de girasol bromado | 3,0 | 0,50 | 160-165°C | 42 | 1,3 | 0,9 | Nulo |
| Firemaster T23P | 5,0 | 0 | 200-205°C | 69 | 3,4 | 0,9 | Apreciable |
| Firemaster T23P | 4,0 | 0 | 200-205°C | 69 | 2,7 | 0,9 | Apreciable |
| Firemaster T23P | 3,0 | 0 | 200-205°C | 69 | 2,1 | 1,5 | Apreciable |
| Firemaster T23P | 3,0 | 0,50 | 200-205°C | 69 | 2,1 | 1,5 | Nulo |

1

5

10

15

20

25

30



EJEMPLO IV

1 El catalizador 0,28 parte de peróxido de benzoi-
lo y 0,10 parte de perbenzoato de t-butilo y el agente de
5 auto-extinción, tres partes de aceite de colza bromado (38
% de bromo, temperatura de descomposición 155/160°C), se -
disolvieron en una mezcla de monómero de 12 partes de α -me-
til estireno, 68 partes de estireno y 0,35 partes de acei-
te de tung. La mezcla se cargó en una botella de 340 g con
10 tapa corona junto con 120 partes de agua que contiene como
agentes suspensores, 0,64 parte de fosfato tricálcico y -
0,0048 parte de dodecilbencensulfonato de sodio (Nacconol
NRSF). La botella se cerró y la mezcla se calentó con agi-
tación de extremo a extremo durante 6 horas en un baño de
15 aceite a 90°C para polimerizar el monómero en glóbulos du-
ros. Se enfrió entonces la mezcla a 25/30°C y se agregaron
a la botella 0,8 parte de fosfato tricálcico, 0,008 parte
de dodecilbencensulfonato de sodio (Nacconol NRSF) y 6,7
partes de n-pentano. El contenido de la botella se agitó -
bien, se cerró la botella y la mezcla se colocó en un baño
20 de aceite durante 4 horas a 115°C para completar la poli-
merización e impregnar el n-pentano en los glóbulos. El -
producto se separó de la mezcla de reacción, se lavó bien
con agua y se secó al aire a temperatura ambiente. Los glo-
bulos resultantes se expandieron y se moldearon de acuer-
do con el procedimiento del ejemplo I. Los glóbulos tienen
25 una espuma moldeada que tenía una densidad de 3,2 g/dm³,
y cuando se ensayó de acuerdo con el procedimiento descri-
to en el ejemplo I, dió un tiempo de auto-extinción de 0,8
seg. La fusión de los glóbulos fue buena y el encogimien-
to del bloque de espuma fue nulo.
30



EJEMPLO V

1 El catalizador 0,28 parte de peróxido de benzoilo
y 0,10 parte de perbenzoato de t-butilo, el agente de auto-
extinción, 1,2 parte de aceite de algodón bromado (Akwilox-
5 133, Swift & Company, Inc., contenido de bromo 37% en peso
temperatura de descomposición 160/165°C) y 0,16 partes del
peróxido sinérgico (Lupersol-130, 2,5-dimetil-2,5-di(t-bu-
tilperoxi)hexino-3, Lucidol Division Wallace & Tiernan Inc.)
se disolvieron en 80 partes de monómero de estireno que con-
10 tenía 0,4 partes de aceite de tung. La mezcla se cargo en
una botella de 340 g con tapa corona junto con 120 partes
de agua que contiene como agente suspensor 0,64 parte de -
fosfato tricalcico, 0,0048 parte de dodecilbencensulfonato
de sodio (Nacconol NRSF). Se tapó la botella y se colocó -
15 en un baño de aceite con agitación de extremo a extremo du-
rante 6 horas a 90°C, para polimerizar el monómero en glo-
bulos duros. La mezcla se enfrió entonces a 25/30°C y se
agregaron 0,8 parte de fosfato tricálcico y 0,008 partes
de dodecilbencensulfonato de sodio (Nacconol NRSF) más 6,7-
20 de n-pentano. Se volvió a tapar la botella y se colocó en-
tonces en el baño de aceite durante 4 horas adicionales a
115°C para completar la polimerización así como impregnar
el agente de soplado de los glóbulos. El producto se sepa-
ró de la mezcla de reacción, se lavó bien con agua y se -
25 secó al aire a temperatura ambiente. El producto tenía un
contenido de bromo de alrededor de 0,56% en peso con res-
pecto al polímero. Los glóbulos se expandieron y se moldea-
ron con las propiedades retardatrices de la llama de la es-
puma determinada como en el ejemplo I. El tiempo de extin-
ción medio de los listones de 2,5 cm fue de 1,0 seg. y se
30



1

notó que las muestras eran extremadamente difíciles de que
mar.

EJEMPLO VI

5

Se preparó una espuma de polímero por el proce-
dimiento del ejemplo V, excepto que 1,2 partes de Firemas-
ter T23P (fosfato de tris(2,3-dibromo-propilo)) se usó co-
mo agente de auto-extinción en lugar del aceite de algodón
bromado. La espuma tenía un tiempo de auto-extinción de 5,5
seg. aunque la espuma contenía más bromo que la espuma pre-
parada en el ejemplo V. Esto ilustra nuevamente la superio-
ridad de las composiciones de la invención.

10

15

En lo precedente se han descrito nuevas compo-
siciones de polímero de estireno auto-extinguible. Las compo-
siciones contienen un aceite graso bromado en combinación
con aceite de tung copolimerizado, que no solo produce espu-
mas que tienen buena fusión y poca tendencia al encogimien-
to, sino que las propiedades de auto-extinción de los agen-
tes de auto-extinción, se mejoran de manera sinérgica, de
tal modo que la espuma puede hacerse auto-extinguible con
mínimas cantidades presentes de agentes de auto-extinción.

20

En resumen, la patente de invención que se soli-
cita recaerá sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

25

30

1. Un procedimiento para preparar una compo-
sición de polímero expansiva, auto-extinguible, caracteriza-
da por incorporar a un polímero de estireno que contiene
un agente de soplado, de 0,5 a 5,0% en peso de un aceite
graso elegido del grupo que comprende aceite de algodón, -
aceite de colza, aceite de alazor, aceite de linaza, aceite
de cáñamo, aceite de trigo, aceite de amapola, aceite de



1 soya, aceite de perilla y aceite de girasol, estando dicho
aceite sustancialmente bromado y conteniendo por lo menos
dos ligaduras etilénicas no terminales y no conjugadas, las
que están separadas por un grupo metileno simple, antes -
5 de la bromación.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindi-
cación 1, caracterizado porque el polímero de estireno con-
tiene de 0,1 a 0,5% en peso, con respecto al polímero, de
aceite de tung químicamente combinado.

10 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindi-
cación 1 ó 2, caracterizado porque el aceite tiene una tem-
peratura de descomposición de 140°C a 180°C.

15 4. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque
el aceite contiene un total de por lo menos 29% de ácido
linoléico o ácido linolénico.

20 5. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque
el aceite está bromado hasta un grado aproximado de 95%
con respecto a la cantidad teórica.

25 6. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la patente de invención que se solici-
ta "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE POLI-
MERO EXPANSIVA".

--

--

--

--



1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de veinte pági-
nas mecanografiadas.

Madrid, 13 setiembre 1.966

5 BERNARDO UNGRIA

p.p.

10

15

20

25

30