



19 JUL 1911

343172

PATENTE DE INVENCION

=====  
Le A 10 057-Sp.  
=====

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS  
ESPONJOSOS".

---

*Solicitante:* FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,  
entidad alemana, residente en :  
LEVERKUSEN-BAYERWERK, Alemania.

---

En la patente belga nº 615 920 se describe un procedimiento para la obtención de productos esponjosos mediante el calentamiento de materiales sintéticos, conteniendo compuestos disociadores de un fermento por descomposición térmica, empleándose como

5.



- compuestos disociadores del fermento aquellos compuestos que contienen radicales de anhídrido de éster del ácido carbónico, especialmente radicales de anhídrido de ácido carboxílico-éster del ácido carbónico. Tales
5. compuestos disocian a temperaturas más elevadas, que por regla general y según su composición, se encuentran entre unos 90°C y unos 150°C, dióxido de carbono que actúa como fermento para el material sintético. Se menciona que en la mayoría de los casos se puede disminuir la temperatura de descomposición de estos anhídridos de éster del ácido carbónico, en caso dado, mediante reducidos aditivos de, por ejemplo, aminas terciarias o sales de reacción ácida o básica.
- 10.

- La ventaja especial de este procedimiento
15. consiste en que como productos de descomposición, además del dióxido de carbono, en caso dado se forman casi exclusivamente ésteres del ácido carboxílico que, siempre que no sean ya de por sí participantes en la estructura de las moléculas del material sintético,
20. son muy compatibles con la mayoría de los materiales sintéticos, máxime cuando tales carboxilatos frecuentemente se incorporan de todas maneras como plastificantes en los materiales sintéticos.

- Este procedimiento se puede aplicar, además
25. de para el esponjamiento de materiales sintéticos termoplásticos, también en los materiales sintéticos reticulables, por ejemplo, también mediante adición de catalizador en las mezclas copolimerizables de poliésteres insaturados con compuestos de vinilo copolimerizable, monómero, llamadas brevemente resinas de
- 30.



- poliéster. Aquí se ha de seleccionar la clase y la cantidad del catalizador de polimerización, de manera que, a la temperatura a la que el anhídrido de éster del ácido carbónico disocia dióxido de carbono,
5. se efectúe simultáneamente la copolimerización, es decir, que el proceso de esponjamiento y el proceso de reticulación se realicen sincrónicamente. Como, sin embargo, ambas reacciones se inician solo después de alimentación de calor desde el exterior y la copolimerización es un proceso exotérmico, es difícil regular el proceso de manera que, dentro de la mezcla de reacción, se gradue en el momento correcto la temperatura correcta para cada caso con objeto de garantizar el sincronismo mencionado.
- 10.
15. El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento mejorado, es decir, fácilmente regulable, para la obtención de productos esponjosos mediante esponjamiento de mezclas copolimerizables de poliésteres insaturados y compuestos de vinilo copolimerizable, monómero, conteniendo catalizadores de polimerización, con ayuda de la descomposición de los anhídridos de éster del ácido carbónico contenido en las mezclas. Este procedimiento se caracteriza porque, para reducir la temperatura de descomposición del anhídrido del éster del ácido carbónico, a las mezclas se agregan compuestos solubles de metales di- y multivalentes, especialmente de metales del segundo y cuarto grupo principal y secundario y del tercero, quinto, sexto y séptimo grupo secundario del sistema periódico,
- 20.
- 25.
30. incluyendo las tierras raras, así como los metales



- de cobre, hierro y cobalto, en cantidades de (aproximadamente 0,01 hasta 50% en peso, referido a la cantidad de anhídrido de éster del ácido carbónico presente y, según la capacidad de descomposición del
5. anhídrido del éster del ácido carbónico, la clase y cantidad de los compuestos metálicos, de la capacidad de reacción del poliéster insaturado y la capacidad de reacción del compuesto de vinilo monómero y su proporción cuantitativa, se seleccionan la clase
10. y cantidad del sistema catalizador-acelerador (por ejemplo, peróxido de metiletilcetona + compuestos de vanadio) que producen el endurecimiento en frío de las resinas de poliéster insaturadas, y en caso dado la clase y cantidad de un inhibidor de la polimerización, de manera que el esponjamiento de la mezcla y
15. el endurecimiento de la misma se desarrollen sincrónicamente.

- Este procedimiento se basa en el conocimiento de que determinados compuestos metálicos, que se
20. han caracterizado anteriormente y cuyos representantes típicos se mencionarán más adelante, son adecuados para reducir la temperatura de descomposición de los anhídridos del éster del ácido carbónico a temperatura ambiente. Como, según se ha indicado más arriba,
25. de acuerdo con la presente invención, estas determinadas combinaciones de anhídrido de éster del ácido carbónico-metal se combinan con una graduación de endurecimiento en frío, en sí conocida, de las mezclas de poliéster-monómeros, no se precisa, por lo tanto,
30. en este procedimiento de una alimentación de calor



desde el exterior, con lo cual se eliminan las dificultades antes mencionadas y que se presentan en el procedimiento conocido en el que el esponjamiento y el endurecimiento sólo se efectúa a temperaturas más elevadas y, por lo tanto, sólo después de alimentación de calor desde el exterior.

Como para el desarrollo sincrónico del proceso de esponjamiento y del proceso de endurecimiento no solo es importante que ambos comiencen a igual temperatura, es decir, en el mismo momento, sino asimismo a que hasta su terminación precisen de aproximadamente el mismo tiempo, pero el tiempo del esponjamiento queda, sin embargo, determinado por la intensidad de la descomposición del anhídrido del éster del ácido carbónico, que, a su vez, depende de la constitución química del mismo y de la clase y cantidad del compuesto metálico influenciador de la descomposición, mientras que la velocidad del endurecimiento, como es sabido, es una función de la capacidad de reacción del poliéster insaturado y del compuesto de vinilo monómero y de su proporción cuantitativa, de la clase y cantidad del peróxido empleado y de la clase y cantidad del acelerador de la polimerización adecuado para ello y en caso dado de la clase y cantidad del inhibidor de la polimerización adicionalmente agregado, deberán ajustarse entre sí estos 10 o bien 12 factores.

Esto es fácilmente posible mediante simples ensayos previos. Convenientemente se determina primeramente, en un ensayo parcial, qué compuesto metálico y en qué cantidades se debe agregar dentro de los



- límites arriba indicados al anhídrido del éster del ácido carbónico arbitrariamente seleccionado, disuelto en la resina poliéster insaturada, para que la descomposición del anhídrido del éster del ácido carbónico se desarrolle dentro del plazo previsto para la obtención del producto esponjoso, por ejemplo, entre 5 hasta unos 60 minutos. Aparte se determina, en un segundo ensayo, la clase y cantidad del catalizador de polimerización - peróxido diacílico o hidroperóxido -
5. y la clase y cantidad del acelerador adecuado para ello - N,N-dialquilarilamina o bien un compuesto de metal pesado, por ejemplo, un compuesto de cobalto - y, en caso dado, la clase y cantidad de un inhibidor, que se han de agregar a una mezcla arbitrariamente seleccionada de un poliéster insaturado, de un compuesto de vinilo copolimerizable, monómero, y de un anhídrido del éster del ácido carbónico, para que esta mezcla endurezca a temperatura ambiente en aproximadamente el mismo tiempo durante el cual se desarrolla también la descomposición del anhídrido del éster del ácido carbónico, de acuerdo con el primer ensayo parcial. Después, sólo se han de reunir ambos ensayos parciales a un preparado definitivo entre sí, es decir, a la mezcla poliéster-monómeros seleccionada se le agregan las cantidades determinadas en los dos ensayos parciales de los distintos aditivos, dentro de un breve plazo y bajo mezcla íntima entre sí. Se presenta entonces el esponjamiento y el endurecimiento en forma espontánea y habrá terminado después del tiempo de desarrollo previamente graduado. Especialmente ade-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



cuadas para el esponjamiento son aquellas resinas de poliéster que, al endurecer, pasan con relativa lentitud desde el estado líquido al estado gelatinoso.

Productos esponjosos de peso específico especialmente bajo se obtienen si:

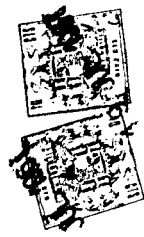
5. 1) se emplea una resina poliéster insaturada, de baja reactividad, con elevada viscosidad, por ejemplo 10.000 Centipoise y más, que en caso dado, contiene además agentes espesadores, tal como celulosa altamente eterada,
10. 2) a la resina de poliéster se le agregan estabilizadores de esponjamiento conocidos, tales como copolímeros de polisiloxano, y
15. 3) se selecciona un sistema endurecedor en frío en el que el tiempo entre gelificación y solidificación no transcurre muy rápidamente, es decir, en el que el estado gelatinoso se mantenga durante un período especialmente largo.

20. Entre el gran número de las posibles combinaciones, según la presente invención, se han resumido a continuación algunas combinaciones típicas y especialmente adecuadas para el procedimiento. (Véase Tabla 1).

POOR  
QUALITY

- 2 -

- 8 - 1941



T A B L A 1.

30 g de una resina poliéster de baja reactividad usual en el mercado, con una viscosidad de 10 000 Centipoise a 20°C,  
 0,39 g de copolímero de polisiloxano-oxialquilen,  
 0,67 g de una solución al 50 % de la sal sódica del aceite de ricino sulfonizado en H<sub>2</sub>O,  
 3 g de agente esponjador (tipos IM y MA)  
 Distintas cantidades de distintos catalizadores  
 endurecedores y aceleradores.

Agente esponjador	Catalizador de descomposición del agente esponjador	Contenido en metal de la solución	Cantidad de la solución	Endurecedor Tipo	Endurecedor Cantidad	Acelerador Tipo	Acelerador Cantidad	Inhibidor Cantidad	Peso específico de la espuma (g/cm <sup>3</sup> )	Observaciones
1.a MA 1)	Co-Naph.	2,2 %	1,8 g	BP	3,0 g	Amin	0,9 g	-	k. Sch.	Endurecimiento demasiado rápido
b "	"	"	"	"	1,2 g	"	0,2 g	0,2 g	"	"
c "	"	"	"	"	0,75 g	"	0,15 g	-	0,24	Endurecimiento demasiado lento
2.a MA	Ia-Naph.	14 %	2,0 g	BP	3,0 g	Amin	0,9 g	-	k. Sch.	Endurecimiento demasiado rápido
b "	"	"	"	"	1,2 g	"	0,2 g	0,1 g	"	"
c "	"	"	"	"	1,2 g	"	0,15 g	-	0,19	Endurecimiento demasiado lento
3.a IM <sup>2</sup> )	Co-Naph.	2,2 %	0,9 g	BP	3,0 g	Amin	0,9 g	-	k. Sch.	Endurecimiento demasiado rápido
b "	"	"	"	"	1,2 g	"	0,2 g	0,2 g	"	Endurecimiento demasiado lento
c "	"	"	"	"	0,75 g	"	0,2 g	-	0,21	Endurecimiento demasiado lento
4.a IM	Ia-Naph.	14 %	0,9 g	BP	3,0 g	Amin	0,9 g	-	k. Sch.	Endurecimiento demasiado rápido
b "	"	"	"	"	1,2 g	"	0,2 g	0,1 g	"	Endurecimiento demasiado lento
c "	"	"	"	"	1,2 g	"	0,2 g	-	0,21	Endurecimiento demasiado lento

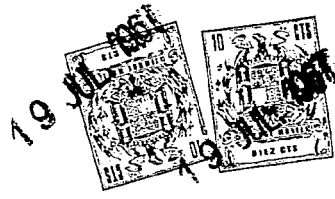
-8-

T A B I

30 g de una resina poliéster de baja reactividad usual e  
 0,39 g de copolímero de polisiloxano-oxialquilen  
 0,67 g de una solución al 50 % de la sal sódica del ace  
 3 g de agente esponjador (tipos IM y MA)  
 Distintas cantidades de distintos catalizadores de desc  
 endurecedores y aceleradores.

Agente es- ponjador		Catalizador de descomposición del agente esponjador		Cantid de la soluci
Tipo.		Tipo	Contenido en metal de la solución	
1.a	MA <sup>1)</sup>	Co-Naph.	2,2 %	1,8
b	"	"	"	"
c	"	"	"	"
2.a	MA	La-Naph.	14 %	2,0
b	"	"	"	"
c	"	"	"	"
3.a	IM <sup>2)</sup>	Co-Naph.	2,2 %	0,9
b	"	"	"	"
c	"	"	"	"
4.a	IM	La-Naph.	14 %	0,9
b	"	"	"	"
c	"	"	"	"

POOR  
QUALITY



T A B L A 1.

usual en el mercado, con una viscosidad de 10 000 Centipoise a 20°C,

el aceite de ricino sulfonizado en H<sub>2</sub>O,

de descomposición de agentes esponjadores y distintas cantidades de

Cantidad de la solución	Endurecedor Tipo	Endurecedor Cantidad	Acelerador Tipo	Acelerador Cantidad	Inhibidor +) Cantidad	Peso específico de la espuma (g/cm <sup>3</sup> )	Observaciones
1,8 g	BP	3,0 g	Amin	0,9 g	-	k. Sch.	Endurecimiento demasiado rápido
"	"	1,2 g	"	0,2 g	0,2 g	"	Endurecimiento demasiado lento
"	"	0,75 g	"	0,15 g	-	0,24	
2,0 g	BP	3,0 g	Amin	0,9 g	-	k.Sch.	Endurecimiento demasiado rápido
"	"	1,2 g	"	0,2 g	0,1 g	"	Endurecimiento demasiado lento
"	"	1,2 g	"	0,15 g	-	0,19	
0,9 g	BP	3,0 g	Amin	0,9 g	-	k.Sch.	Endurecimiento demasiado rápido
"	"	1,2 g	"	0,2 g	0,2 g	"	Endurecimiento demasiado lento
"	"	0,75 g	"	0,2 g	-	0,21	
0,9 g	BP	3,0 g	Amin	0,9 g	-	k.Sch.	Endurecimiento demasiado rápido
"	"	1,2 g	"	0,2 g	0,1 g	"	Endurecimiento demasiado lento
"	"	1,2 g	"	0,2 g	-	0,21	

POOR QUALITY

- 9 -

T A B L A 1 (Continuación)

Agente esponjador	Catalizador de descomposición del agente esponjador	Contenido en metal de la solución	Caridad de la solución	Endurecedor	Acelerador	Inhibidor	Peso específico de la espuma (g/cm <sup>3</sup> )	Observaciones
Tipo	Tipo	%	Tipo	Cantidad	Cantidad	Cantidad	k.Sch.	
5.a IM	Ca-Naph.	4	AP	0,9 g	0,3 g	0,1 g	0,17	Endurecimiento demasiado lento
b "	"	"	"	1,5 g	0,6 g	-	0,19	
6. IM	Co-Naph.	2,2	AP	0,3 g		0,1 g	k.Sch.	Endurecimiento demasiado lento
IM	"	"	"	0,6 g			0,19	
7. MA	Co-Naph.	2,2	AP	0,3 g		0,1 g	k.Sch.	Endurecimiento demasiado lento
"	"	"	"	0,6 g		-	0,21	

+) Solución al 10% de toluhidroquinona en resina poliéster saturada, véase los ejemplos 1 y 4.

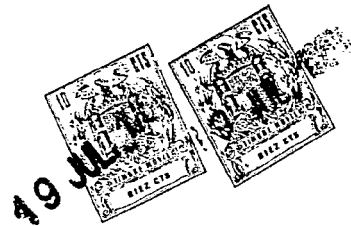
- 1) MA = Anhídrido metacrílico-carbonato de etilo
- 2) IM = Anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo)
- Co-Naph = Solución de cobalto-naftenato en estireno
- La-Naph = Solución de lantano-naftenato en estireno
- Ca-Naph = Solución de calcio-naftenato en estireno
- Amin - acelerador = Solución al 10% de N,N-dimetilparatolamina en di-éster del ácido o-ftálico
- Co - acelerador = Solución de cobalto-naftenato en estireno (contenido en metal 1%)
- BP - pasta = Peróxido benzofílico, al 50%, en plastificante de ftalato.
- AP - Pasta = Pasta de peróxido ciclohexanónico, al 50%, en plastificante de ftalato.
- k. Sch = Ningún producto esponjoso.



T A B L A 1 ( Cor

	Agente esponjador		Catalizador de descomposición del agente esponjador		Cant de solu
	Tipo		Tipo	Contenido en metal de la solución	
5.a	IM		Ca-Naph.	4 %	1,
b	"		"	"	1
6.	IM		Co-Naph.	2,2 %	0,9
	IM		"	"	1,5
7.	MA		Co-Naph.	2,2 %	0,9
	"		"	"	1,5

- 4) Solución al 10% de toluhidroquinona en resina poliéster insatu
- 1) MA = Anhídrido metacrílico-carbonato de etilo
- 2) IM = Anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo)
- Co-Naph = Solución de cobalto-naftenato en estireno
- La-Naph = Solución de lantano-naftenato en estireno
- Ca-Naph = Solución de calcio-naftenato en estireno
- Amin - acelerador = Solución al 10% de N,N-dimetilparatolmina en
- Co - acelerador = Solución de cobalto-naftenato en estireno (con
- BP - pasta = Peróxido benzóico, al 50%, en plastificante d
- AP - Pasta = Pasta de peróxido ciclohexanónico, al 50%, en
- k. Sch = Ningún producto esponjoso.



(Continuación)

Cantidad de la solución	Endurecedor Tipo	Endurecedor Cantidad	Acelerador Tipo	Acelerador Cantidad	Inhibidor +) cantidad	Peso específico de la espuma (g/cm <sup>3</sup> )	Observaciones
1,2 g	AP	0,9 g	Co-Be-schl.	0,3 g	0,1 g	k.Sch.	Endurecimiento demasiado lento
"	"	1,5 g	"	0,6 g	-	0,17	
0,9 g	AP	0,3 g			0,1 g	k.Sch.	Endurecimiento demasiado lento
1,5 g	"	0,6 g				0,19	
0,9 g	AP	0,3 g			0,1 g	k.Sch.	Endurecimiento demasiado lento
1,5 g	"	0,6 g			-	0,21	

insaturada, véanse los ejemplos 1 y 4.

na en di-éster del ácido o-ftálico

(contenido en metal 1 %)

ante de ftalato.

0%, en plastificante de ftalato.



Los poliésteres insaturados se obtienen en forma en sí conocida (véase, por ejemplo, el libro de I. Bjöcksten "Polyesters and their Application", Reinhold Pattishins Corp., New York, 1956), mediante

5. policondensación de alcoholes multivalentes, especialmente di-valentes con ácidos etilen-1,2-dicarboxílicos o sus anhídridos, tales como el ácido fumárico o el anhídrido del ácido maleico, en caso dado bajo adición de ácidos dicarboxílicos saturados, tales como ácido ftálico o su anhídrido, ácido isoftálico, ácido hexa-cloroendometilen-tetrahidroftálico o su anhídrido, ácido succínico, ácido adípico o ácido sebácico. Para la preparación de espumas elásticas se emplean ventajosamente ácidos dicarboxílicos alifáticos de cadena más
10. larga, tales como los ácidos grasos dimerizados, o los dioles de cadena más larga, tales como el trietilen-glicol.
- 15.

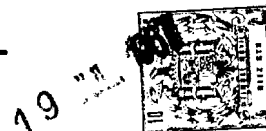
Como monómeros copolimerizables se pueden emplear, por ejemplo, el estireno, el mono- y dicloroes-tireno, el divinilbenceno, el viniltolueno, además el éster vinílico, tal como el acetato vinílico y el benzoato vinílico, además los ácidos carboxílicos insaturados y sus derivados, tales como el ácido acrílico éster acrílico y nitrilo acrílico, además el ácido meta-crílico y sus derivados correspondientes, tales como el metacrilato de metilo, finalmente el éster alílico, tal como el acrilato alílico, el ftalato de dialilo, el cianurato de trialilo y el fosfato de trialilo.

- 20.
- 25.
30. Las mezclas de poliéster - monómeros, denomina-das a continuación como resinas poliéster insaturadas,



deberán contener 10 hasta 70% en peso, preferentemente 20 hasta 50% en peso de los compuestos monómeros etilénicamente insaturados, copolimerizables, referido al peso total de la mezcla.

5. Ejemplos de los anhídridos de los ésteres del ácido carbónico a emplear, que se pueden obtener, por ejemplo, según uno de los procedimientos indicados en las patentes alemanas 1.133.727 y 1.210.853 son :
10. el piro-carbonato de dietilo, el anhídrido acético-carbonato de etilo, el anhídrido propiónico-carbonato de etilo, el anhídrido sebácico-bis-(carbonato de metilo), el anhídrido adípico-bis-(carbonato de metilo), el anhídrido crotoico-carbonato de metilo, el anhídrido sórbico-carbonato de etilo y el 1,6-hexan-diol-poli-
15. (anhídrido del éster del ácido carbónico-ácido isoftálico). Especialmente adecuados son los anhídridos del ácido carboxílico-éster del ácido carbónico, los más estables posible a temperatura ambiente, tal como el anhídrido benzoico-carbonato de metilo, el anhídrido
20. benzoico-carbonato de etilo, el dietilenglicol-bis-(anhídrido del ácido carbónico-ácido benzoico), el ácido isoftálico-bis-(anhídrido de carbonato de metilo), el ácido isoftálico-bis-(anhídrido de carbonato de etilo) y el tereftalato de monometilo-(anhídrido de carbonato
25. de etilo). En caso dado, se emplean también mezclas de dos o más anhídridos de ácido carboxílico-éster del ácido carbónico, por ejemplo, una mezcla de 70% en peso de ácido isoftálico-bis-(anhídrido de carbonato de metilo) y 30% en peso de ácido tereftálico-bis-(anhídrido de carbonato de metilo.
- 30.



- Empleando aquellos anhídridos del éster del ácido carbónico, que contienen restos copolimerizables etilénicamente insaturados, se incorporan en los productos esponjosos los ésteres correspondientes que se forman como productos de disociación. Como ejemplos sean mencionados: el anhídrido acrílico-carbonato de etilo, el anhídrido metacrílico-carbonato de metilo y el ácido isoftálico-bis-(anhídrido de carbonato de alilo). Las masas esponjables y endurecibles deberán
5. contener 1 hasta 50 % en peso, preferentemente 5 hasta 10. 20 % en peso de los anhídridos del éster del ácido carbónico, referido al peso total de la mezcla.

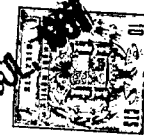
- Los siguientes compuestos metálicos muestran, por ejemplo, un efecto como catalizadores de descomposición en los anhídridos del éster del ácido carbónico:
15. decanato de calcio, acetilacetato de magnesio, octoato de cinc, naftenato de lantano, naftenato de cerio, naftenato de circonio, octoato de plomo, resinato de vanadio, naftenato de cromo, naftenato de manganeso, naftenato de cobre, naftenato de hierro, naftenato de cobalto, octoato de cobalto.
- 20.

Especialmente eficaces son los mencionados compuestos de calcio-magnesio y cobalto.

- Como catalizadores de endurecimiento entran fundamentalmente en consideración todas las combinaciones de catalizador-acelerador empleados usualmente para la polimerización a temperatura ambiente, de mezclas de poliéster insaturado y de compuestos copolimerizables, insaturados, por ejemplo, el peróxido de benzoilo como catalizador y la dimetil-p-toluidina como acelerador o
- 25.
- 30.



- el peróxido de metiletilcetona como catalizador y el naftenato de cobalto como acelerador de la polimerización. El compuesto de cobalto actúa en este caso también simultáneamente como catalizador de descomposición para el anhídrido del éster del ácido carbónico.
5. Como inhibidores, a emplear en caso dado simultáneamente, sean mencionados, por ejemplo, la quinona, la hidroquinona, la toluhidroquinona, la 2,5-di-terc.-butilquinona y el 2,6-di-ter.-butil-p-cresol en cantidades de 0,005 hasta 1,0% en peso, preferentemente de 0,01 hasta 0,1% en peso.
10. El peso específico de los productos esponjosos se puede variar entre amplios márgenes mediante incremento o disminución de la cantidad del anhídrido del éster del ácido carbónico y/o del compuesto metálico de descomposición o mediante acortamiento o prolongación del tiempo de gelatinación de las masas esponjables.
15. La estructura de la espuma se puede mejorar, en caso dado, mediante adición de estabilizadores de espuma, tales como copolímeros de polisiloxano, y/o de reticuladores, tal como por ejemplo, aceite de ricino sulfonado.
20. La cantidad a emplear de los mencionados materiales auxiliares ascenderá por lo general, entre 0,1 y 5 % en peso, referido al peso total de la masa.
25. Como más arriba se ha mencionado, se puede influenciar la estructura de la espuma adicionalmente mediante adición de agentes espesadores. Para ello resultan adecuados, además de los éteres de celulosa ya
- 30.



mencionados, los poliisocianatos y el dióxido de silicio altamente disperso. Ventajosamente, se pueden emplear también resinas de poliéster insaturadas previamente espesadas con óxido de magnesio.

5. A las masas moldeadas de poliéster esponjables se les pueden agregar también materiales de carga inorgánicos u orgánicos, por ejemplo, fibras. Preferentemente se emplean materiales de relleno granulados con un peso específico aparente inferior a 1, por ejemplo, arcilla hinchable, escoria o piedra pómez que, referido a las partes en volumen de la masa moldeable de poliéster, pueden ascender a un múltiplo de ésta. Se obtienen así cuerpos moldeados muy ligeros, sólidos e indeformables de buena resistencia térmica con una
10. proporción en resina de poliéster entre 5 - 80% en peso, que son adecuados como placas de construcción, elementos de construcción prefabricados, tales como paredes de separación, placas para pretilas y balaustradas, revestimientos de paredes para la amortiguación del
15. ruido y del calor, así como para aislamientos.

En caso dado, es adecuado agregar productos inhibidores de las llamas o emplear tipos de poliéster autoextintores.

25. Mediante la adición de poliisocianatos en cantidades de, por ejemplo, 5 - 25 % en peso, referido a la masa esponjable y endurecible, se puede mejorar, en caso dado, la estructura y resistencia del cuerpo de espuma de poliéster.

EJEMPLO 1 -

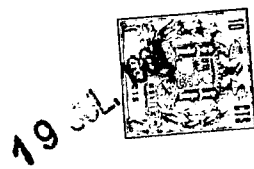
30. Un poliéster insaturado, obtenido por conden-



- sación de 11 350 partes en peso de anhídrido maléico, 31 840 partes en peso de anhídrido ftálico, 14 900 partes en peso de 1,3-butandiol, 17 540 partes en peso de diglicol y 15 390 partes en peso de aceite de ricino bajo adición de 13,2 partes en peso de hidroquinona, con un índice de áidez de 30, se disuelven en tantas partes en peso de estireno de manera que se forme una solución conteniendo un 80% en peso de producto sólido, cuya viscosidad ascienda a 11 970 Centipoise a 20°C.
- 5.
10. 360 g de esta resina poliéster se mezclan intensamente con 28,8 g de anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo), 10,3 g de pasta AP (peróxido de ciclohexanona), al 50% en plastificante) y 10,8 g de acelerador de cobalto (solución al 20% de naftenato de cobalto en estireno; el contenido en metal de cobalto asciende al 2,2%) en la secuencia indicada en un vaso de polietileno de 2000 cc, mediante un agitador rápido. Después de agitar se desarrolla lentamente la espuma y alcanza después de unos 15 minutos su altura máxima.
- 15.
20. El peso específico del material esponjoso obtenido asciende a 0,22 g/cm<sup>3</sup>.

EJEMPLO 2 -

- 360 g de la resina de poliéster preparada, según el ejemplo 1 se mezclan intensamente, como descrito en dicho ejemplo, con 28,8 g de solución de trisocianato, (Producto de reacción de 2 moles de toluilen-2,5-diisocianato y 1 mol de toluilen-2,6-diisocianato con 1 mol de trimetilolpropano, solución al 66% en estireno) 28,8 g de anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo), 10,8 g de pasta AP y 10,8 g de acele-
- 25.
- 30.



rador de cobalto (contenido en cobalto 2,2%). El material esponjoso formado tiene un peso específico de 0,24 g/cm<sup>3</sup> y muestra una estructura mejor y resistencia mayor que el producto obtenido, según el ejemplo 1.

5. EJEMPLO 3 -

En las instrucciones dadas en el Ejemplo 1, se sustituye el anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo) por la misma cantidad de anhídrido metacrílico-carbonato de metilo. La espuma así obtenida tiene un peso específico de 0,24 g/cm<sup>3</sup>.

10. EJEMPLO 4 -

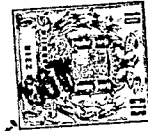
En la secuencia indicada se mezclan bien, con ayuda de un agitador rápido, 360 g de una resina poliéster insaturada, de baja reactividad, usual en el mercado, con una viscosidad de unos 10 000 Centipoise a 20°C., 36 g de solución de triisocianato, 28,8 g de anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo), 10,8 g de pasta AP, 10,8 g de acelerador de cobalto (como en el ejemplo 1) y 1,0 g de solución de inhibidor (solución al 10% de toluhidroquinona en resina poliéster insaturada (véase ejemplo 1)).

El peso específico del producto esponjoso obtenido asciende a 0,16 g/cm<sup>3</sup>.

20. EJEMPLO 5 -

25. 1.200 g de resina de poliéster insaturado obtenido, según el ejemplo 1), 100 g de solución de triisocianato, 96 g de anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo), 24 g de pasta AP y 36 g de acelerador de cobalto (contenido en cobalto 2,2%), se mezclan intensamente, en la secuencia indicada, y se vierte en

30.



- un molde cúbico de acero con una longitud de arista de 20 cm. Después se llena el molde con unos 3 kg de arcilla hinchable con una granulación de 10-15 mm y se cubre con una tela de alambre, que se carga con los pesos correspondientes. La espuma de arcilla hinchable-poliéster así obtenida tiene un peso específico de 0,55 g/cm<sup>3</sup>.
- 5.

EJEMPLO 6 -

- 300 g. de resina de poliéster insaturado (obtención, según el ejemplo 1), 30 g de solución de trisocianato, 24 g de anhídrido ftálico-bis-(carbonato de metilo), 12 g de pasta de peróxido benzóilico, 6 g de solución de naftenato de manganeso (contenido en manganeso 6%) y 1,5 g de dimetil-p-toluidina, se agitan intensamente en un vaso de polietileno de 2 litros mediante un agitador rápido. Se forma una espuma con un peso específico de 0,22 g/cm<sup>3</sup>.
- 10.
- 15.

EJEMPLO 7 -

- 100 g de resina de poliéster insaturado (obtención según el ejemplo 1), 10 g de anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo), 0,62 g de una solución al 10% de dimetil-p-toluidina en estireno, 1,16 g de copolímero de polisiloxano-oxialquileno y 2,03 g de una solución al 50% de la sal sódica de aceite de ricino sulfonizado en agua destilada, se mezclan intensamente mediante un agitador rápido. A continuación se introducen y agitan 3,0 g de pasta de peróxido benzóilico y cada vez uno de los compuestos de metal solubles mencionados en la tabla 2 y en la cantidad allí indicada.
- 20.
- 25.
- 30.

T A B L A 2.



Canti dad	Compuesto metálico	Contenido en metal	Peso específico del producto esponjado.
4 g	Solución de naftenato de calcio	4 % Ca	unos 0,15 g/cm <sup>3</sup>
4 g	Solución de naftenato de hierro	6 % Fe	" 0,40 g/cm <sup>3</sup>
2 g	Solución de naftenato de cromo	8 % Cr	" 0,36 g/cm <sup>3</sup>
4 g	Solución de decanato de calcio	4 % Ca	" 0,15 g/cm <sup>3</sup>
4 g	Solución de naftenato de cobre	1 % Cu	" 0,40 g/cm <sup>3</sup>

EJEMPLO 8 -

En las indicaciones señaladas en el Ejemplo 7 se sustituye la solución de dimetil-p-toluidina, por la mezcla siguiente:

15.

0,5 g de solución al 10% de dimetil-p-toluidina en estireno y

0,5 g de solución de dimetilaminilina en estireno.

20.

Como esponjador se agrega a los preparados, cada vez, una de las sales metálicas solubles mencionadas en la tabla 3 y en las cantidades allí señaladas:

T A B L A 3.

Canti dad	Compuesto metálico	Contenido en metal	Peso específico del producto esponjado.
3 g	Solución de naftenato de circonio	6 % Zr	unos 0,36 g/cm <sup>3</sup>
3 g	Solución de naftenato de lantano	14 % La	" 0,20 g/cm <sup>3</sup>
4 g	Solución de naftenato de cerio	6 % Ce	" 0,55 g/cm <sup>3</sup>
4 g	Solución de octoato de plomo	24 % Pb	" 0,28 g/cm <sup>3</sup>
4 g	Solución de octoato de cinc	8 % Zn	" 0,24 g/cm <sup>3</sup>



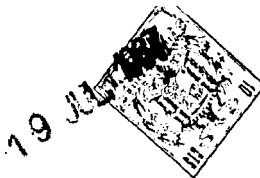
EJEMPLO 9 -

- 3 g de anhídrido isoftálico-bis-(carbonato de metilo) se disuelven en 30 g de la resina de poliéster obtenida, según el ejemplo 1. Se agregan los siguientes aditivos en la secuencia indicada y con ayuda de un agitador rápido se introduce y agita en un vaso:
5. 0,39 g de copolímero de polisiloxano-oxialquileno,  
0,67 g de una solución al 50% de la sal sódica de aceite de ricino sulfonizado en agua destilada,
10. 0,04 g de toluhidroquinona,  
1,2 g de pasta de peróxido benzoílico,  
1,0 g de solución de dimetilanilina (al 20% en estireno) y  
2,3 g de una solución al 20% de acetilacetato de magnesio en estireno: dimetilformamida 1:1.
- 15.

La espuma resultante, tiene un peso específico de 0,15 g/cm<sup>3</sup>.

EJEMPLO 10 -

- 30 partes en peso de la resina poliéster insaturado descrita en el ejemplo 1 se mezclan intensamente en un vaso de cartón, en la secuencia indicada, con 35 partes en peso de pirocarbonato de dietilo,
20. 0,39 partes en peso de copolímero de polisiloxano,  
0,67 partes en peso de una solución al 50% de la sal sódica de aceite de ricino sulfonizado en agua destilada, 2,5 partes en peso de una solución de decanato de calcio conteniendo un 4% en peso de calcio, 1 parte en peso de una solución de dimetilanilina al 20% en estireno y 1,2 partes en peso de pasta de peróxido benzoílico (al 50%). Se desarrolla un producto esponjoso
- 25.
- 30.



de poros finos, cuyo peso específico asciende a 0,19 g/cm<sup>3</sup>.

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del
5. invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento
10. corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania, con fecha 21 de julio de 1966, bajo el número F 49 750 IVc/39b, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia
15. del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS ESPONJOSOS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1ª.- Procedimiento para la obtención de
20. productos esponjosos, mediante esponjamiento de mezclas copolimerizables de poliésteres insaturados y compuestos de vinilo copolimerizable, monómero, conteniendo catalizadores de polimerización, con ayuda de la descomposición de los anhídridos de éster del ácido
25. carbónico contenido en las mezclas, caracterizado porque, para reducir la temperatura de descomposición del anhídrido del éster del ácido carbónico, a las mezclas se agregan compuestos solubles de metales di- y multi-
30. valentes, especialmente del segundo y cuarto grupo principal y secundario y del tercero, quinto, sexto y séptimo

19 JUL 1967



- grupo secundario del sistema periódico, incluyendo las tierras raras, así como los metales de cobre, hierro y cobalto, en cantidades de aproximadamente, 0,01 hasta 50 % en peso, referido a la cantidad de anhídrido del éster del ácido carbónico presente y,
5. según la capacidad de descomposición del anhídrido del éster del ácido carbónico, la clase y cantidad de los compuestos metálicos, de la capacidad de reacción del poliéster insaturado y la capacidad de reacción del compuesto de vinilo monómero y su proporción
10. cuantitativa, se selecciona la clase y cantidad del sistema catalizador-acelerador, que produce el endurecimiento en frío de las resinas de poliéster insaturadas, y en caso dado, la clase y cantidad de un
15. inhibidor de la polimerización, de manera que el esponjamiento de la mezcla y el endurecimiento de la misma se desarrollen sincrónicamente.

20. 2ª.- Procedimiento para la obtención de productos esponjosos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veintiuna hojas, escritas a máquina por una sola cara,

Madrid,

FARBENFABRIKON BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,

19 JUL 1967

J. GOMEZ ACEBO Y MODER  
p. p. Firmado: F. Hernández Kull