



Int. : Co 8 J

469020

M E M O R I A        D E S C R I P T I V A  
de una Patente de Invención a nombre de:  
SCHERING AKTIENGESELLSCHAFT, de naciona-  
lidad alemana, domiciliada en 1 BERLIN  
65, Müllerstrasse 170-172 y en 4619  
BERGKAMEN, Waldstrasse 14 (ALEMANIA); por:  
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MA-  
SAS DE RESINA SINTETICA".

-----ooo000ooo-----

Objeto del invento es un procedimiento para la  
preparación de masas de resina sintética a base de

20 - 80% en volumen (referido al volumen total) de  
una resina sintética endurecible y un agen  
te endurecedor;

80 - 20% en volumen (referido al volumen total) de  
un material de carga inorgánico;

1 - 30% en volumen (referido al volumen total) de  
un micromaterial de carga que tiene un ta-  
maño medio de granos de  $< 5 \mu$  y posee por  
lo menos parcialmente una forma de esferoides,

5

10



complementándose hasta 100% en volumen las porciones de los componentes individuales.

El procedimiento para la preparación de las masas de resina sintética de acuerdo con el invento está caracterizado porque el micromaterial de carga es

1. antes de la preparación de la mezcla total es dispersado en la resina sintética endurecible, o
2. antes de la preparación de la mezcla global es dispersado en el agente endurecedor, o
3. es dispersado en la mezcla de la resina sintética endurecible y del agente endurecedor; o
4. es mezclado con la mezcla de resina endurecible, agente endurecedor y materiales de carga;

y porque las mezclas mencionadas en 1 hasta 3 son mezcladas con los otros componentes que todavía faltan.

Otra forma de realización adicional del procedimiento de acuerdo con el invento está caracterizada porque el micromaterial de carga es secado antes de la preparación de la masa de resina sintética.

Las masas de resina sintética obtenidas por el procedimiento de acuerdo con el invento son utilizadas para la preparación de piezas moldeadas, masas de recubrimiento, emplastecidos adhesivos, masas de obturación, etc.

Desde hace largo tiempo las resinas sintéticas se han acreditado como aglutinantes para masas con material de carga, que son empleadas como morteros de recubrimiento, emplastecidos adhesivos, masas de obturación y formulaciones



similares. Sirven por ejemplo para efectuar reparaciones o para el recubrimiento de hormigón de cemento o para la obtu-  
ración y hermetización de elementos eléctricos.

5 Para que dichas combinaciones se acrediten en la  
práctica es importante que la dilatación térmica de los mate-  
riales unidos coincida lo más ampliamente que sea posible. El  
coeficiente de dilatación lineal del hormigón de cemento ( $\alpha$ =  
aproximadamente  $10 \times 10^{-6}$ ) es aproximadamente 10 a 20 veces  
menor que el de resinas sintéticas puras, no provistas con  
10 material de carga. Pequeñas oscilaciones de temperatura son  
suficientes para constituir una tensión muy grande en la ca-  
pa de adherencia debido a los diversos comportamientos de con-  
tracción y de dilatación. Mediante relleno de resinas sinté-  
ticas con materiales de carga inorgánicos, la mayor parte de  
15 las veces minerales, se logra una considerable disminución  
de la dilatación térmica de la masa de resina sintética. Por  
ejemplo para un recubrimiento digno de confianza de hormigón  
de cemento, que está sometido a los cambios naturales de tem-  
peratura, sólo son apropiados morteros de resina sintética  
20 con un contenido de material de carga mayor de 85% en peso,  
o con menos de 15% de agente aglutinante. Con una porción de  
resina tan pequeña el coeficiente de dilatación lineal del  
mortero de resina sintética sólo es 2 a 3 veces mayor que el  
del hormigón de cemento. De acuerdo con la experiencia las  
25 tensiones resultantes no son críticas para el sistema.

Tales morteros de resina sintética con alta propor-  
ción de material de carga tienen la desventaja de que sólo



pueden ser aplicados incurriendo en un elevado gasto en transformación y tratamiento. Deben ser transformados ampliamente de modo manual, con la paleta.

5 En el caso de aplicaciones de masas de resina sintética provistas con material de carga en condiciones en que se pueden esperar menores diferencias de temperaturas se pueden disminuir las proporciones de material de carga de las masas de resina sintética. En efecto, la menor diferencia de temperaturas provoca menor formación de tensiones debido a menor movimiento térmico.

10

Tales morteros con baja proporción de material de carga son muy ventajosos para su transformación, ya que se igualan nivelándose después de haber sido distribuidos de modo aproximado o basto. No obstante, dado que se debe aumentar considerablemente el contenido de aglutinante, con el fin de lograr el efecto de igualación espontánea, el consumo de material para morteros de igualación espontánea es esencialmente mayor que para el caso de morteros susceptibles de ser aplicados con paleta.

15

20 Las mismas dificultades que en el caso de utilizar se masas de resina sintética provistas de material de carga aparecen de manera análoga también en otros sectores de empleo.

25 Se ha encontrado ahora que mediante empleo de micromateriales de carga con tamaños medios de granos de  $< 5 \mu$  se reduce el contenido de aglutinante en masas de resina sintética provistas de material de carga y se puede mejorar la



transformación de las mismas.

5 Morteros susceptibles de ser aplicados con paleta pueden ser transformados con mayor facilidad mediante la adición, efectuada según el invento, de micromateriales de carga, tales como dióxido de titanio, calcita, espato pesado, etc., ya que el mortero se adhiere menos a la paleta y puede ser sometido a transformación con menor consumo de energía y fuerzas. De esta manera se hace posible disminuir el contenido de agente aglutinante a igualdad de aptitud del mortero para ser transformado. El procedimiento de acuerdo con el invento permite por lo tanto, como consecuencia de que la más fácil aptitud para la transformación y debido al menor contenido de aglutinante, un empleo económico de masas de resina sintética con alta proporción de material de carga.

15 Se ha encontrado además que se produce una mejora adicional cuando el micromaterial de carga es secado antes de su utilización. De acuerdo con el procedimiento del invento se pueden producir masas de resina sintética de igualación espontánea con un contenido de agente aglutinante menor de 15% en peso. Debido a la pequeña dilatación térmica de dichas masas es también posible aplicar sobre hormigón de cemento morteros de resina sintética de igualación espontánea. El procedimiento de acuerdo con el invento hace posible la utilización de tecnologías con las que se ahorra trabajo, mediante el empleo de masas de resina sintética con contenido reducido de agente aglutinante. Se puede reconocer la especial rentabilidad de estos morteros.



El secado previo de los micromateriales de carga se efectúa favorablemente de modo inmediato antes de la utilización. En el caso de almacenamiento en aire del micromaterial de carga seco se establece de nuevo en efecto con rapidez la humedad de equilibrio del micromaterial de carga. Un procedimiento ventajoso para impedir la absorción de agua consiste en dispersar el micromaterial de carga secado en uno o varios componentes de resina sintética. La utilización de una pasta de base facilita además de ello la dosificación del micromaterial de carga. La dispersión del micromaterial de carga se puede efectuar en estado caliente y también en una resina sintética caliente.

Micromateriales de carga apropiados en el sentido del invento son materiales inorgánicos, naturales o sintéticos, con un tamaño medio de granos menor de  $5 \mu$  y por lo menos parcialmente con forma de esferoides. Micromateriales de carga apropiados son por ejemplo dióxido de titanio, óxido de hierro, espato pesado, óxido de zinc, sulfuro de zinc, calcita.

La cantidad necesaria de adición de micromaterial de carga o de una mezcla de micromateriales de carga depende de la distribución de tamaños de granos del material de carga y de la proporción de agente aglutinante.

La clase de los materiales de carga y la distribución de tamaños de grano de los mismos, la clase y la cantidad de los micromateriales de carga, así como la clase y la cantidad de los aglutinantes deben ser acomodadas a las uti



lizaciones individuales y a las propiedades deseadas. Márgenes adecuados para las cantidades añadidas de micromateriales de carga se encuentran entre 1 y 30% del volumen total de la masa de resina sintética, y para los aglutinantes se encuentra entre 20 y 80% del volumen total de las masas de resina sintética. Referido a la densidad relativa del cuarzo ( $d = 2,6$ ) las proporciones en volumen indicadas de la resina sintética corresponden a aproximadamente 9 a 60% en peso y las proporciones en volumen del micromaterial de carga corresponden a aproximadamente 2 a 60% en peso.

Como resinas sintéticas pueden encontrar utilización todos los aglutinantes orgánicos endurecibles en frío y en caliente, que en el transcurso de la preparación o de la utilización de las masas de resina sintética pasan por la fase líquida. Aglutinantes especialmente apropiados son resinas epoxídicas, resinas de poliéster, resinas de poliuretano, resinas de poliacrilato.

Las resinas epoxídicas a utilizar de acuerdo con el invento pueden ser endurecidas en caliente y en frío con agentes endurecedores o mezclas de agentes endurecedores contienen en promedio más de un grupo epóxido en la molécula y pueden ser glicidiléteres de alcoholes polivalentes, tales como por ejemplo glicerina, difenilolpropano hidrogenado o de fenóles polivalentes, tales como por ejemplo resorcina, difenilolpropano o condensados de fenol y aldehído. Pueden utilizarse también los ésteres glicidílicos de ácidos carboxílicos polivalentes, tales como ácido hexahidroftálico o



ácidos grasos dimerizados.

Se prefiere especialmente el empleo de resinas epoxídicas líquidas a base de epiclorhidrina y difenilolpropano con un peso molecular de 340 a 450.

5                   Eventualmente se puede disminuir la viscosidad de la mezcla con compuestos epoxídicos monofuncionales y de este modo se puede mejorar la aptitud para la transformación. Ejemplos de éstos son glicidiléteres alifáticos y aromáticos, tales como butilglicidiléter, fenilglicidiléter, o ésteres glicidilicos, tales como acrilato de glicidilo, o epóxido, 10                   tales como óxido de estireno.

Ejemplos de agentes endurecedores amínicos usuales son aminas alifáticas, por ejemplo polietilenpoliaminas y polipropilenpoliaminas, por ejemplo dietilentriamina y dipropilentriamina, 15                   diaminas cicloalifáticas, tales como isoforón diamina, 3,3'-dimetil-4,4'-diamino-diciclohexil-metano; aminas heterociclicas, tales como piperazina; poliéteraminas de cadena larga, tales como 1,12-diamino-4,8-dioxadodecano; aminas aromáticas, tales como fenilendiamina, diamino-difenilmetano; 20                   poliamidoaminas obtenidas a partir de ácidos grasos naturales o sintéticos y de poliaminas; aductos amínicos, condensados de fenol, aldehido y amino.

Los agentes endurecedores amínicos pueden ser formulados con agentes reguladores de la viscosidad, agentes aceleradores - tales como aminas terciarias, fosfito de trifeni- 25                   lo, alcoholfenoles - o con agentes endurecedores rápidos, tales como bases de Munich.



5 Como resinas sintéticas a base de ésteres insaturados de ácidos carboxílicos capaces de polimerización, a utilizar de acuerdo con el invento, pueden servir por un lado los llamados poliésteres insaturados, es decir productos de condensación de ácidos policarboxílicos insaturados y alcoholes polivalentes, disueltos en monómeros insaturados.

10 Los ácidos policarboxílicos insaturados más importantes en la técnica son ácidos dicarboxílicos  $\alpha, \beta$ -insaturados o anhídridos de éstos, tales como ácido maleico, ácido fumarico, ácido itacónico, ácido citracónico, ácido cloromaleico. Los ácidos dicarboxílicos insaturados pueden ser complementados por ácidos policarboxílicos insaturados no conjugados o anhídridos de éstos, tales como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido tetrabromoftálico, o  
15 productos de reacción de adición de dienos con ácido maleico tales como anhídrido de ácido tetrahydroftálico, anhídrido de ácido endo-metilen-tetrahydro-ftálico o también por ácidos policarboxílicos saturados tales como anhídrido de ácido succínico, ácido adipico, anhídrido de ácido hexahydroftálico.  
20

25 Como alcoholes polivalentes se emplean preferiblemente dioles tales como etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol-1,2, butandiol-1,3, neopentilglicol, 1,4-ciclohexandimetanol, difenilolpropano hidrogenado, buten-2-diol-1,4 o alcoholes polifuncionales tales como glicerina, trimetilolpropano, sorbita, tris-(hidroxi-etil)-isocianurato.

Los poliésteres insaturados son empleados en pre-



sencia de monómeros insaturados, que tienen una influencia esencial sobre las propiedades de transformación y como durómero del aglutinante. Encuentran utilización compuestos vinílicos tales como estireno y derivados de éste, derivados acrílicos tales como éster metílico de ácido metacrílico, acrilato de metilo, ésteres vinílicos tales como acetato de vinilo, compuestos vinílicos nitrogenados tales como vinilpiridina, y compuestos alílicos tales como ésteres alílicos, ftalato de dialilo y como aliléteres a base de por ejemplo, alcohol alílico y pentacritrita.

Los poliésteres insaturados y los monómeros se polimerizan lentamente por si mismos, de manera que se les puede mezclar con inhibidores, para aumentar la estabilidad en almacenamiento. Inhibidores eficaces son sobre todo fenoles y quinonas tales como hidroquinona, ter-butilpirocatequina y para benzoquinona.

Para el endurecimiento de los poliésteres insaturados se utilizan agentes endurecedores formadores de radicales y eventualmente en el caso de endurecimiento en frío además agentes aceleradores.

Clases importantes de agentes endurecedores son alcoholperóxidos tales como ter-butilhidroperóxido, perésteres tales como perbenzoato de ter-butilo, peracetales y peracetales tales como 2,2-bis-(terbutilperoxi)-butano, diacilperácidos y perácidos tales como benzoilperóxido, aldehido-peróxidos y cetón-peróxidos, tales como metiletilcetón-peróxido, compuestos azoicos tales como azo-isobutirodinitrilo.



El endurecimiento puede efectuarse también por fotoactivación, con ayuda de rayos gamma de elevada energía o rayos electrónicos.

5 Para la aceleración de agentes endurecedores que desprenden radicales se emplean sobre todo en el caso de endurecimiento en frío sales metálicas de ácidos orgánicos del cobalto tales como naftenato de cobalto, del vanadio o de otros metales y también aminas terciarias tales como dimetilamino, mercaptanos, ácidos sulfúricos, etc.

10 Combinaciones apropiadas y principios importantes en la formulación de todos los componentes individuales, se describen en el Kunststoff-Handbuch (Manual de materiales sintéticos) Volumen VIII, Carl Hauser Verlag, Munich, 1973.

15 Como ésteres insaturados para las masas de resina sintética a utilizar se pueden utilizar también ésteres monómeros del ácido acrílico y del ácido metacrílico con alcoholes monovalentes o polivalentes, mezclas de varios de estos ésteres y también mezclas con polímeros de metacrilato de alcohol.

20 Para la selección disponible de los componentes de alcohol entran en consideración los tipos de polialcohol ya mencionados. Se prefieren especialmente los ésteres metílicos y los ésteres de trietilenglicol de ácido dimetacrílico. Como polímeros pueden emplearse homopolímeros y copolímeros de ésteres de ácido metacrílico con otros metacrilatos y/o  
25 monómeros insaturados tales como estireno, derivados de ácido acrílico tales como éster etílico de ácido acrílico, acrilonitrilo, que ya han sido descritos en su principio.



Los acrilatos y metacrilatos pueden ser hechos variar en sus propiedades, tal como de manera general los poliésteres insaturados, por medio de los monómeros insaturados ya especificados. Las cantidades añadidas de monómeros son menores que en el caso de resinas de poliésteres insaturados, a saber con aproximadamente 10 a 20%, en peso del aglutinante total.

Para el endurecimiento de los acrilatos encuentran utilización los agentes formadores de radicales ya mencionados, por ejemplo peróxidos orgánicos tales como peróxido de benzoilo y agentes aceleradores tales como por ejemplo sales metálicas tales como naftenato de cobalto.

Como otros aglutinantes a utilizar de acuerdo con el invento pueden utilizarse también resinas de poliuretano, que se forman a temperatura normal o a temperatura elevada a partir de polialcoholes por reacción con poliisocianatos.

Los polialcoholes pueden ser polioles alifáticos tales como etilenglicol, glicerina, o polímeros o copolímeros de alcoholenglicoles o aralcoholenglicoles, tales como propilenglicol. Estos polímeros y copolímeros pueden ser preparados según procedimientos habituales también a partir de los correspondientes compuestos de oxirano, tales como óxido de propileno, epiclorhidrina, óxido de estireno. En este caso resultan poliésteres con grupos hidroxilo situados en posición terminal, cuya cadena fundamental puede ser líneal o ramificada. Polialcoholes ramificados pueden ser preparados por eterificación de la cadena polímera con



polioles de bajo peso molecular tales como glicerina. Son apropiados especialmente polipropilenglicoles, lineales o ramificados, a base de glicerina, con pesos moleculares medios de 300 a 6.000, preferiblemente 1000 - 4000.

5 El poliol de bajo peso molecular puede ser reemplazado también por ácidos carboxílicos polivalentes de bajo peso molecular tales como ácido adípico, ácido succínico, ácido ftálico, de manera que las cadenas de polialcoholenglicol están unidas a través de grupos éster y resulta por ejemplo dipolipropilenglicol-adipato.

10 El componente de poliisocianato puede ser alifático, tal como hexametilendiisocianato, 2,2,4-trimetilhexametilendiisocianato, o cicloalifático, tal como isoforóndiisocianato, o aromático tal como toluilendiisocianato, bis-(4-isocianato-fenil)-metano, o aralifático tal como xililendiisocianato.

15 Para acelerar la reacción del poliol con el poliisocianato puede ser conveniente añadir al aglutinante un catalizador, por ejemplo compuestos orgánicos de estaño divalente tales como dilaurato de dibutilestaño.

20 Es útil recoger el contenido de agua del componente de polialcohol en un agente de absorción de agua, con el fin de evitar la reacción del isocianato con agua. Para este fin se encuentran en el comercio determinadas zeolitas.

25 Como materiales de carga pueden utilizarse todos los materiales inorgánicos con tamaños de granos apropiados. Preferiblemente se emplean arena de cuarzo, pero también son



ventajosos basalto, bauxita, arena metalúrgica, greda, etc.

Dentro del marco del presente invento se pueden utilizar aditivos tales como agentes humectantes, pigmentos, lubricantes, estabilizadores, agentes reguladores de la viscosidad y similares, sin perjudicar al efecto obtenido de acuerdo con el invento.

Las masas de resina sintética descritas encuentran utilización para piezas moldeadas, masas de recubrimiento, emplastecidos adhesivos, masas de obturación, etc.

En los siguientes ejemplos se utilizaron resinas epoxídicas a base de bisfenol A y epiclorhidrina con una viscosidad de aproximadamente 100 poises/25°C y un peso equivalente de epóxido de 0,53, y de un agente endurecedor de poliaminoimidazolina a base de ácidos grasos de aceite de tall y trietilentetramina con una viscosidad de aproximadamente 5 poises/25°C y un índice de amina de aproximadamente 400 (proporción de mezcla resina epoxídica: agente endurecedor 100/50).

	Micromateriales de carga	Tamaño de granos $\mu\text{m}$
20	Rutilo	0,2 - 1
	Éspato pesado	98% < 10 tamaño medio de granos 2,2
	Calcita	100% < 4 tamaño medio de granos 0,8

EJEMPLOS 1 a 7:

Formulación de morteros de resina epoxídica de igualación espontánea con 15% en peso de contenido de agen



te aglutinante.

	<u>Tamaño de granos(mm)</u>	<u>Cantidad (g)</u>	
	< 0,1	552	
	0,1 - 0,3	1200	
5	Arena de cuarzo II	0,7 - 1,2	520
	Grava de cuarzo	1 - 2	840
	Micromaterial de carga	< 0,005	288
	Agente aglutinantes		<u>600</u>
			4000

Preparación de las masas de resina sintética

10 EJEMPLO 1:

El material de carga fue dispuesto previamente en un mezclador forzado, se agregó rutilo, luego se añadió el aglutinante previamente mezclado y se mezcló y amasó durante 5 minutos.

15 EJEMPLO 2:

El material de carga fue dispuesto previamente como en el Ejemplo 1. Se dispersó rutilo en la resina epoxídica con un aparato disolvedor. La mezcla de agente endurecedor con pasta de base de rutilo/resina epoxídica fue añadida al material de carga, y mezclada y amasada durante 5 minutos.

20

EJEMPLO 3:

Se procedió igual que en el Ejemplo 2, con la ex-



cepción de que el rutilo fue secado durante 2 horas a 150°C, fue incorporado con agitación en caliente en la resina epoxídica y luego se dispersó en el aparato disolvedor.

EJEMPLO 4:

5                   Se procedió como en el Ejemplo 1, con la diferencia de que el rutilo había sido secado previamente durante 2 horas a 150°C.

EJEMPLO 5:

10                   En este ensayo se procedió como en el Ejemplo 2, pero en lugar de rutilo se utilizó espato pesado.

EJEMPLO 6:

En este ensayo se empleó calcita como micromaterial de carga y se procedió como en el Ejemplo 2.

EJEMPLO 7:

15                   Este ensayo sirvió como comparación. Una masa de resina sintética sin micromaterial de carga, en donde la cantidad del micromaterial de carga había sido reemplazada por polvo fino de cuarzo adicional, fue preparada como en el Ejemplo 1.

20                   Los Ejemplos 1 a 7 están recopilados en la Tabla 1. Como criterios de calidad sirvieron:

1.- Determinación de la viscosidad con un viscosímetro (fabricante: firma Brookfield, husillo de medición



número 7).

2.- Evaluación de las propiedades de igualación:

300 g de masa de resina sintética fueron apilados sobre una placa de hierro provista con cera separadora. Después de haberse igualado y endurecido totalmente la masa a 23°C la superficie de base del mortero fue calcada sobre papel de diagrama y pesada. El peso del papel sirvió como índice de medición de la propiedad de igualación.

3.- Evaluación de la aptitud de transformación con

la paleta:

Aproximadamente 1.000 g de resina sintética fueron aplicados y transformados sobre una placa de hierro con una paleta de albañil. Se evaluaron la pegajosidad a la paleta y el consumo de energía durante la aplicación. Las sucesiones de calificaciones "apenas pegajosa", "pegajosa", "fuertemente pegajosa" y "fácilmente transformable", "medianamente transformable" y "difícilmente transformable" fueron asociadas con las cifras 1 a 3.

4.- Resistencia mecánica del mortero totalmente

endurecido:

En moldes de acero se produjeron en cada caso 5 prismas con las dimensiones 4 x 4 x 16 cm ayudándose de la norma DIN 1.164, se endurecieron durante 90 minutos a 120°C y se ensayaron en cuanto a la resistencia a la tracción por flexión (RTF) y a la resistencia a la compresión (RC). Se formaron los valores medios en cada caso de 5 probetas (RTF) o de 10 probetas (RC), y se calculó la desviación típica (D).

Tabla 1

Masas de resina sintética de igualación espontánea

	Micromaterial de carga				Igualación	Aptitud para la transformación		Resistencia mecánica (kp/cm <sup>2</sup> )			
	Secado	No secado	En resina	En material de carga		Pegajosi- dad	Fuerza	RTF	D	RC	D
Ejemplo 1 rutilo	-	X	-	X	61	1	1	435	8	1360	23
Ejemplo 2 rutilo	-	X	X	-	82	1	1	441	10	1320	37
Ejemplo 3 rutilo	X	-	X	-	205	2	1	472	26	1464	27
Ejemplo 4 rutilo	X	-	-	X	76	2	1	453	23	1407	24
Ejemplo 5 espato pe- sado	-	X	X	-	140	2	1	464	19	1439	11
Ejemplo 6 calcita	-	X	X	-	88	2	1	450	12	1466	17
Ejemplo 7 comparación	-	-	-	-	112	3	2	449	18	1422	17

Leyendas: Aptitud para la transformación 1 = buena  
2 = media  
3 = mala





EJEMPLOS 8 a 12:

Formulación de morteros de resina epoxídica susceptibles de ser aplicados con paleta, con 10% en peso de contenido de agente aglutinante.

	<u>Tamaño de granos(mm)</u>	<u>Cantidad (g)</u>	
5	Polvo fino de cuarzo	< 0,1	707
	Arena de cuarzo I	0,1 - 0,3	1260
	Arena de cuarzo II	0,7 - 1,2	540
	Grava de cuarzo	1 - 2	900
10	Micromaterial de carga	< 0,005	193
	Agente aglutinante		400
			<u>4000</u>

EJEMPLO 8:

El material de carga fue dispuesto previamente en un mezclador forzado, se agregó rutilo, luego se añadió el aglutinante previamente mezclado y se mezcló y amasó durante 5 minutos.

EJEMPLO 9:

Se dispuso previamente material de carga igual que en el Ejemplo 8, se mezcló con rutilo previamente secado( durante 2 horas a 150°C) luego con aglutinante, y luego se mezcló y amasó durante 5 minutos.

EJEMPLO 10:

En lugar de rutilo se empleó calcita y se procedió igual que en el Ejemplo 8.



EJEMPLO 11:

En lugar de rutilo previamente secado se utilizó calcita previamente secada y se procedió como en el Ejemplo 8.

5

EJEMPLO 12:

Este ejemplo sirvió para fines comparativos. Una masa de resina sintética sin micromaterial de carga, en que la cantidad de micromaterial de carga había sido reemplazada por polvo fino de cuarzo adicional, fue preparada igual que en el Ejemplo 8.

10

Los Ejemplos 8 a 12 están recopilados en la Tabla 2. Como criterios de calidad sirvieron:

1. Evaluación de la aptitud para la transformación con la paleta.

15

Igual que en los Ejemplos 1 a 7.

2. Resistencia mecánica del mortero totalmente endurecido.

Igual que en los Ejemplos 1 a 7.

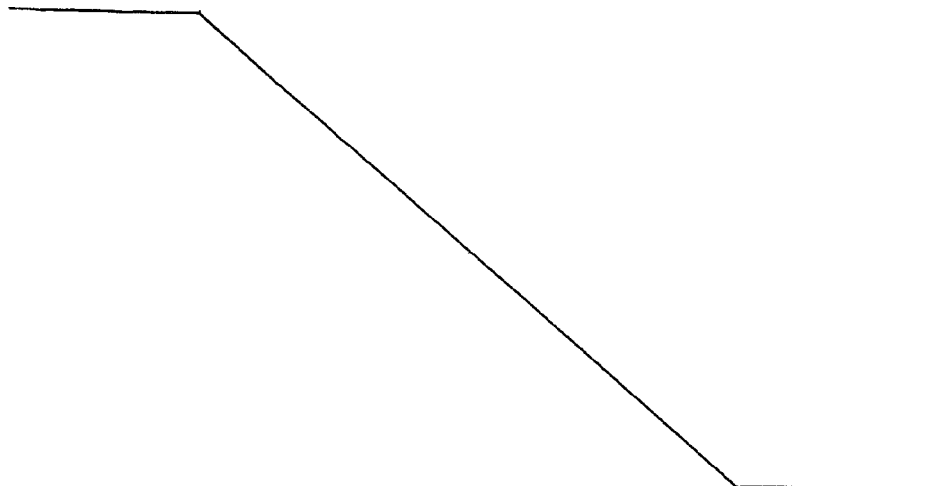




Tabla 2

Morteros susceptibles de ser aplicados con paleta

	Micromaterial de carga		Aptitud para la transformación		Resistencia kp/cm <sup>2</sup>		
	Secado	No secado	Pegajosidad	Fuerza	RTF	RC	D
Ejemplo 8 rutilo	-	x	1	2	464	1530	37
Ejemplo 9 rutilo	x	-	1	1	473	1552	53
Ejemplo 10 calcita	-	x	1	2	479	1530	37
Ejemplo 11 calcita	x	-	1	1	493	1472	82
Ejemplo 12 comparativo	-	-	2	3	444	1529	25

Leyendas: Aptitud para la transformación  
 1 = buena  
 2 = media  
 3 = mala



En los siguientes Ejemplos se emplearon poliésteres insaturados disueltos en estireno, a base de ácido orto-ftálico con un contenido de estireno de 43,3% en peso, (viscosidad/25°C aproximadamente 3 poises, densidad/20°C 1,07 g/cm<sup>3</sup>). Se endureció con un sistema de hidroperóxido de cumeno/acelerador de cobalto. Como ~~micromaterial~~ material de carga se empleó rutilo.

<u>EJEMPLO 13:</u>	<u>Cantidad (g)</u>
Poliéster insaturado	406 )
Endurecedor	21 ) = 18,9% en peso
10 Acelerador	21 )
Rutilo	195
Polvo fino de cuarzo(0,04-0,1 mm)	906
Arena de cuarzo (0,1-0,3 mm)	604

El material de carga fue dispuesto previamente en un mezclador forzado. El rutilo secado durante 2 horas a 150°C fue dispersado en un molino de bolas en la resina de poliéster insaturado. La mezcla de la pasta de base de rutilo-poliéster insaturado-resina con agente endurecedor y agente acelerador fue añadida al material de carga y fue mezclada durante 5 minutos.

<u>EJEMPLO 14:</u>	<u>Cantidad (g)</u>
Poliéster insaturado	406 )
Endurecedor	21 ) = 19,4% en peso
Acelerador	21 )
25 Polvo fino de cuarzo	986
Arena de cuarzo	657



El material de carga fue dispuesto previamente en un mezclador forzado, se agregó el aglutinante previamente mezclado y se agitó durante 5 minutos.

	<u>EJEMPLO 15:</u>	<u>Cantidad (g)</u>	
5	Poliéster insaturado	481	)
	Endurecedor	24	) = 23,5% en peso
	Acelerador	24	)
	Rutilo	195	
	Polvo fino de cuarzo	795	
10	Arena de cuarzo	530	

Se procedió como en el Ejemplo 13.

	<u>EJEMPLO 16:</u>	<u>Cantidad (g)</u>	
	Poliéster insaturado	481	= 24,2% en peso
	Endurecedor	24	
15	Acelerador	24	
	Polvo fino de cuarzo	874	
	Arena de cuarzo	583	

Se procedió como en el Ejemplo 14.

Se comprobaron las siguientes propiedades para transformación y de durómeros:

- 1) Determinación de la viscosidad de la resina reactiva con material de carga por medio de un viscosímetro de rotación (fabricante: Firma Brookfield, husillo de medición nº 7).
- 2) Evaluación de las propiedades de igualación como se ha descrito.



6-9-74

Tabla 3

	Micromaterial de carga En la resina	En el material de carga	% en volumen de aglutinante	Viscosidad 23°C., poises	Igualación/cm <sup>2</sup> 23°C/50% hr <sup>*</sup>	23°C/80% hr <sup>*</sup>
Ejemplo 13	+	-	36	750	325	-
Ejemplo 14	-	-	36	1200	280	-
Ejemplo 15	+	-	43	200	530	540
Ejemplo 16	-	-	43	360	490	500

10 \* )hr = humedad relativa del aire.

En los siguientes Ejemplos se emplearon mezclas de ésteres de los ácidos acrílico y metacrílico con una porción volátil, según la norma DIN 16945, de aproximadamente 66%, viscosidad/25°C aproximadamente 3 poises, densidad/20°C aproximadamente 0,995 g/cm<sup>3</sup>. Se endureció con peróxido de benzoylo (al 50%).

Preparación de las masas de resina sintética

EJEMPLO 17:

	Cantidad (g)
Resina acrílica	407 = 19,3% en peso
Endurecedor	2
Rutilo	195
Polvo fino de cuarzo	906
Arena de cuarzo I	604

Se secó rutilo durante 2 horas a 150°C, se incor-



poró con agitación en la resina y se dispersó en el aparato disolventador.

5 El material de carga fue dispuesto previamente en un mezclador forzado, se agregó la mezcla de la pasta de base de rutilo-resina acrílica con el agente endurecedor y se mezcló durante 5 minutos.

EJEMPLO 18:

	<u>Cantidad (g)</u>	
Resina acrílica	407	= 19,8% en peso
Endurecedor	2	
10 Polvo fino de cuarzo	986	
Arena de cuarzo I	657	

El material de carga fue dispuesto previamente en un mezclador forzado, se agregó la mezcla de aglutinantes y se mezcló durante 5 minutos.

15 EJEMPLO 19:

	<u>Cantidad (g)</u>	
Resina acrílica	471	= 23,3% en peso
Endurecedor	2,3	
Rutilo	195	
Polvo fino de cuarzo	810	
20 Arena de cuarzo I	540	

Se procedió como en el Ejemplo 17.

EJEMPLO 20:

	<u>Cantidad (g)</u>	
Resina acrílica	471	= 23,9% en peso
Endurecedor	2,3	



Polvo fino de cuarzo 905

Arena de cuarzo I 593

Se procedió como en el Ejemplo 18.

Las propiedades para transformación, análogamente a los Ejemplos 13-16 están recopiladas en la Tabla 4.

Tabla 4

Ejemplo	Micromaterial de carga		% en volumen de aglutinante,	Viscosidad 23°C., poises	Igualación (cm <sup>2</sup> )	
	En la resina	En el material de carga			23°C/50% hr <sup>+</sup>	23°C/80% hr <sup>+</sup>
Ejemplo 17	+	-	38	2100	133	128
Ejemplo 18	-	-	38	1800	104	99
Ejemplo 19	+	-	44	400	350	339
Ejemplo 20	-	-	44	1000	298	287

+ humedad relativa del aire.

En los siguientes Ejemplos se empleó un poliisocianato aromático con un contenido de NCO de aproximadamente 30%, una viscosidad/25°C de aproximadamente 110 poises y una densidad/20°C de aproximadamente 1,22 g/cm<sup>3</sup>.

Se hizo reaccionar con un polialcohol ramificado con grupos éter y éster, cuyo contenido de hidróxilo era de aproximadamente 5%, índice de acidez era < 2, viscosidad/25°C era de aproximadamente 55 poises, densidad/20°C era de alrededor



de  $1,03 \text{ g/cm}^3$  y contenido de agua era  $< 0,2\%$ . La proporción de mezcla era de 48,5 partes en peso de isocianato por 100 partes en peso de polioli.

Preparación de las masas de resina sintética

5 EJEMPLO 21:

	<u>Cantidad (g)</u>	
Poliisocianato	135 )	19,6% en peso
Polialcohol	278 )	
Pasta de tamiz molecular zeolita	28	
Rutilo	184	
10 Polvo fino de cuarzo	890	
Arena de cuarzo I	592	

Se secó rutilo durante 2 horas a  $150^{\circ}\text{C}$ , se incorporó con agitación en el componente de polialcohol, se agregó pasta de tamiz molecular zeolita y se dispersó.

15. En un mezclador forzado se dispuso previamente el material de carga, se añadió la mezcla de poliisocianato y pasta de base de polialcohol y se agitó durante 5 minutos.

EJEMPLO 22:

	<u>Cantidad (g)</u>	
Poliisocianato	135 )	= 20% en peso
20 Polialcohol	278 )	
Pasta de tamiz molecular zeolita	29	
Polvo fino de cuarzo	970	
Arena de cuarzo I	646	

La pasta de tamiz molecular zeolita fue incorporada



con agitación en el componente de polialcohol.

El material de carga fue dispuesto previamente en un mezclador forzado, se agregó la mezcla de aglutinantes y luego se agitó durante 5 minutos.

5

EJEMPLO 23:

	<u>Cantidad (g)</u>	
Poliisocianato	155)	23,2% en peso
Polialcohol	319)	
Pasta de tamiz molecular zeolita	32	
Rutilo	211	
10 Polvo fino de cuarzo	795	
Arena de cuarzo I	530	

Se procedió como en el Ejemplo 21.

EJEMPLO 24:

	<u>Cantidad (g)</u>	
Poliisocianato	155 )	24,2% en peso
15 Polialcohol	320 )	
Pasta de tamiz molecular zeolita	32	
Polvo fino de cuarzo	874	
Arena de cuarzo I	583	

Se procedió como en el Ejemplo 22.

20

Las propiedades para transformación análogamente a los Ejemplos 12-16 están recopiladas en la Tabla 5.



Tabla 5

Ejemplo	Micromaterial de carga		% en volumen de aglutinante	Viscosidad 23°C., poises	Igualación 23°C/50% hr*	(cm <sup>2</sup> ) 23°C/80% hr*
	En la resina	En el material de carga				
5 21	+	-	38	4900	230	230
22	-	-	38	37200	70	60
23	+	-	43	1300	380	360
10 24	-	-	43	3600	240	240

\* = humedad relativa del aire.

N O T A

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

- 1.- Procedimiento para la preparación de masas de resina sintética, caracterizado porque se mezclan
- 15 20 - 80 % en volumen (referido al volumen total) de una resina sintética endurecible y un agente endurecedor
  - 80 - 20 % en volumen (referido al volumen total) de un material de carga inorgánica
  - 20 1 - 30 % en volumen (referido al volumen total) de un micromaterial de carga que tiene un tamaño medio de granos de  $\leq 5 \mu$  y posee por lo menos parcialmente una forma de esferoides, complementándose las porciones de los componentes individuales hasta llegar a 100% en volumen
  - 25 dispersándose el micromaterial de carga



- 1º antes de la preparación de la mezcla total en la resina sintética endurecible, o
- 2º antes de la preparación de la mezcla total en el agente endurecedor, o
- 5 3º en la mezcla de la resina sintética endurecible y el agente endurecedor, o
- 4º siendo mezclado en la mezcla de resina sintética endurecible, agente endurecedor y materiales de carga
- y mezclándose las mezclas mencionadas en 1 hasta 3 con los otros
- 10 componentes que todavía faltan.

2.- Procedimiento, según la reivindicación anterior, caracterizado porque el micromaterial de carga es secado antes de la preparación de la masa de resina sintética.

15 3.- PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MASAS DE RESINA SINTETICA.

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de treinta hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 6 de septiembre de 1.974

*Juan*

*[Handwritten mark]*