



CO8F

PATENTE DE INVENCION

Ref. Le A 15 331-Sp.

434098

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE MATERIALES
SINTETICOS ALTAMENTE RETICULADOS.

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad ale
mana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Repúbli
ca Federal Alemana.

La invención se refiere a un procedimien
to para la obtención de materiales sintéticos alta
mente reticulados a partir de poliepóxidos especia
les, líquidos a temperatura ambiente, monómeros lí
quidos α , β -monoolefínicamente insaturados, co-

5



- 2 -

polimerizables, y anhídridos de ácidos dicarboxílicos cíclicos, monoolefínicamente insaturados.

5 Ya se conoce el endurecer las mezclas de poliepó-
xidos fusibles de fenoles polivalentes con pesos molecula-
res de como mínimo 1.500, anhídridos de ácidos policarboxí-
licos insaturados y monómeros, líquidos, monoolefínicamente
insaturados, copolimerizables, en caso dado en presencia de
un catalizador de polimerización, a productos insolubles, -
reticulados, que se pueden emplear como materiales de reves-
10 timiento y para la obtención de cuerpos moldeados (véase pa-
tente US 2.848.433). Una desventaja de tales composiciones
consiste en que, debido a los altos puntos de fusión de las
resinas epóxido, las temperaturas de mezcla ascienden como
mínimo a 90° C. Una ulterior desventaja es la alta viscosi-
15 dad de la mezcla que no permite emplear materiales de carga
pulverulentos. Además, la duración de uso de las mezclas -
(pot life, procesabilidad) es extraordinariamente baja. Fi-
nalmente, los productos endurecidos no están altamente reti-
culados debido a la gran longitud de cadena de la resina -
20 epóxido y del contenido en epóxido relativamente reducido,
teniendo por lo tanto, unas resistencias térmicas (grados -
Martens) mas reducidas que los productos obtenidos según la
presente invención.

25 El cometido de la presente invención era hallar -
un procedimiento para la obtención de materiales sintéticos
altamente reticulados que partieran de mezclas de resinas -
epóxido-endurecedor líquidas a temperatura ambiente con una
larga duración de uso (pot life). También la mezcla de resi-
na de epóxido-endurecedor debiera ser endurecible a tempera-
30 tura ambiente.



Los productos endurecidos deben tener una alta estabilidad dimensional bajo calor y al mismo tiempo buenos valores mecánicos.

5 Este cometido se solucionó partiendo de poliepóxi-
dos especiales, líquidos a temperatura ambiente, de determi-
nados anhídridos de ácidos dicarboxílicos cíclicos, monoole-
fínicamente insaturados y de monómeros especiales líquidos
 α , β -monoolefínicamente insaturados, y endureciendo la -
mezcla a temperatura ambiente, ó a temperaturas elevadas, -
10 en presencia de catalizadores de polimerización.

El objeto de la invención es, por lo tanto, un -
procedimiento para la obtención de materiales sintéticos al-
tamente reticulados de poliepóxidos aromáticos ó cicloalifá-
ticos, ó poliepóxidos de ácidos inorgánicos con mas de un -
15 grupo epóxido por molécula, anhídridos de ácidos dicarboxí-
licos cíclicos, monoolefínicamente insaturados y monómeros
líquidos, α , β -monoolefínicamente insaturados, en presen-
cia de catalizadores de polimerización, a temperatura am-
biente, ó a temperatura mas elevada, caracterizado porque -
20 se emplean poliepóxidos líquidos que, a 20° C, poseen visco-
sidades de aproximadamente 1 a 1.000 P y donde, en el caso
de emplear o-ftalato de diglicidilo, éste posee un conteni-
do de mas de 5,5 equivalentes epóxido por kilogramo.

Las mezclas a emplear según la presente invención
25 tienen la ventaja de una viscosidad muy baja a temperatura
ambiente. Otra ventaja es la posibilidad de poder emplear -
simultáneamente altas proporciones de materiales de carga -
pulverulentos sin que por ello se aumente la viscosidad de
colada a una medida perturbadora.

30 Otra ventaja es la larga duración de uso (pot-life)



de las mezclas. De esta manera es, por ejemplo, posible --
prescindir del empleo de bombas dosificadoras de mezclado-
res de paso que debido a la abrasibilidad de los materiales
de carga tienen una duración de vida breve. Otra ventaja del
5 procedimiento es el elevado grado de reticulación de los -
materiales sintéticos obtenidos según el presente procedi-
miento lo que conduce a una alta estabilidad dimensional ba
jo calor y a una estabilidad química.

Como poliepóxidos se denominan en la presente so-
10 licitud los compuestos cicloalifáticos ó aromáticos que en
promedio contienen mas de un grupo epóxido por molécula. -
Los poliepóxidos pueden ser también compuestos glicidílicos
que se deriven de ácidos inorgánicos. Los poliepóxidos de-
ben ser líquidos a temperatura ambiente, es decir, tener, -
15 con $t = 20^{\circ} \text{C.}$, una viscosidad de aproximadamente 1 a 1.000
Poises.

Los compuestos poliepóxido a emplear pueden ser -
poliglicidiléteres de fenoles polivalentes ó alcoholes (es
decir, ó de productos de reacción de fenoles mono- ó poliva
20 lentes con aldehídos, especialmente formaldehído, en presen
cia de catalizadores ácidos), de difenoles que se obtienen
por esterificación de 2 moles de la sal sódica de un ácido
oxicarboxílico aromático con 1 mol de un dihalógeno alcano
ó dihalógeno dialquiléter (véase patente británica 1.017.612),
25 de polifenoles, que se obtienen por condensación de fenoles
y halógeno-parafinas que contienen como mínimo 2 átomos de
halógeno (véase patente británica 1.024.288). Además sean -
mencionados: los compuestos poliepóxido a base de aminas -
aromáticas y epiclorhidrina, por ejemplo, N-di-(2,3-epoxipro
30 pil)-anilina, N,N'-dimetil-N,N'-diepoxipropil-4,4'-diamino-



-difenilmetano, N,N'-tetraepoxipropil-4,4'-diaminodifenilmetano, N-diepoxipropil-4-aminofenilglicid-éter (véase las patentes británicas 772.830 y 816.923). Entran asimismo en consideración: los ésteres de glicidilo de ácidos carboxílicos polivalentes aromáticos y cicloalifáticos, por ejemplo, ftalato de diglicidilo con mas de 5,5 equivalentes epóxido por Kg. y ésteres de glicidilo de los productos de reacción de 1 mol de un anhídrido de ácido dicarboxílico aromático ó cicloalifático y 1/2 mol de un diol, ó bien 1/n moles de un poliol con n grupos hidroxilo ó hexahidroftalato de diglicidilo, que en caso dado pueden estar sustituidos por grupos metilo.

Asimismo sean mencionados los compuestos de glicidilo a base de ácidos inorgánicos, tales como por ejemplo, fosfato de triglicidilo, glicidiléter de hidroxifenilfosfato, carbonato de diglicidilo, titanato de tetraglicidilo.

Preferentemente se emplean para el procedimiento de la presente invención los siguientes compuestos poliepóxido líquidos ó sus mezclas:

Poliglicidiléteres de fenoles polivalentes, especialmente de bisfenil A; compuestos poliepóxido a base de aminas aromáticas, especialmente bis(N-epoxipropil)-anilina, N,N'-dimetil-N,N'-diepoxipropil-4,4'-diamino-difenilmetano y N-diepoxipropil-4-amino-fenilglicidiléter; los ésteres de poliglicidilo de ácidos dicarboxílicos aromáticos ó cicloalifáticos, especialmente hexahidroftalato de diglicidilo ó bien ftalato de diglicidilo con mas de 5,5 equivalentes epóxido/kg., así como fosfato de triglicidilo.

Tienen especial preferencia el hexahidroftalato de diglicidilo.



Como monómeros copolimerizables de baja viscosidad, como mínimo con un enlace doble etilénico por molécula, entran por ejemplo, en consideración:

5 Diisobutileno, estireno, alquilestirenos, con 1 -
- 4 átomos de carbono en el grupo alquilo, α -metilestireno, cloruro de vinilo, acetato de vinilo, éster del ácido -
acrílico ó bien metacrílico con 1 - 8 átomos de carbono en
el componente alcohol, acrilonitrilo, ftalato dialílico y -
otros. Preferentemente se emplea estireno.

10 Como anhídridos de ácidos dicarboxílicos cíclicos, monocolefínicamente insaturados, sean mencionados:

15 Anhídrido de ácido maléico, anhídrido de ácido ita
cónico, anhídrido de ácido aconítico, anhídridos de ácido -
ciclohexendicarboxílico, anhídrido de ácido endometilentetra
hidroftálico, preferentemente el anhídrido de ácido maléi-
co.

20 También es posible emplear mezclas de monómeros -
copolimerizables con un doble enlace etilénico como mínimo,
mezclas de monómeros copolimerizables con un enlace doble -
etilénico y un grupo de anhídrido de ácido dicarboxílico -
por molécula, así como las mezclas de poliepóxidos líquidos
que contienen mas de un grupo epóxido por molécula. Asímis-
mo es posible emplear mezclas de monómeros copolimerizables,
25 como mínimo con un doble enlace etilénico y un grupo anhídri
do de ácido dicarboxílico por molécula con otros anhídridos
de ácidos dicarboxílicos, tales como por ejemplo, anhídrido
de ácido hexahidroftálico, anhídrido de ácido metilhexahi-
droftálico, anhídrido de ácido succínico. Son especialmente
ventajosas aquellas mezclas que a temperatura ambiente son
30 líquidas y de reducida viscosidad.



Las proporciones cuantitativas bajo las cuales se pueden emplear los compuestos poliepóxido, los anhídridos de ácido dicarboxílicos y los monómeros α , β -monoolefínicamente insaturados en las mezclas de baja viscosidad a temperatura ambiente, pueden oscilar entre amplios márgenes.

Es especialmente ventajoso si por un grupo anhídrido de ácido dicarboxílico corresponden 0,3 a 2,0 , preferentemente 0,5 a 1,5 grupos epóxido, así como 0,3 a 4,0 , - preferentemente 0,4 a 2,0 enlaces dobles etilénicos de los monómeros copolimerizables de baja viscosidad.

Según la reactividad de los compuestos, así como para influenciar la duración de uso y tiempo de endurecimiento, puede ser ventajoso agregar materiales auxiliares - en cantidades de un 0,001 - 5 % en peso referido a los monómeros monoolefínicamente insaturados + anhídrido de ácido carboxílico. Como tales sean mencionados: catalizadores de polimerización, tales como por ejemplo, peróxido benzoílico, peróxido dicumílico, peróxido terc.-butilcumílico, peróxido metiletilcetónico, aceleradores de la polimerización, tales como aminas terciarias, sales de cobalto ó vanadio, por ejemplo, naftenato de cobalto ú octoato de cobalto, inhibidores, tales como por ejemplo, hidroquinona, terc.-butilpírocatequina, catalizadores de poliadición, tales como por ejemplo, dimetilbencilamina, naftenato de zinc, compuestos orgánicos de estaño.

A las mezclas de baja viscosidad de poliepóxido, anhídrido de ácido dicarboxílico y monómeros polimerizables se les pueden agregar materiales de carga, tales como harina de cuarzo, creta, óxido de aluminio, pigmentos tales como dióxido de titanio, óxido de hierro, pigmentos orgánicos,



tales como pigmentos de ftalocianina en cantidades de 0,1 a 400 % en peso, referido a la mezcla de arriba, además flexibilizadores tales como poliglicoles, poliéterglicol, poliésteres con grupos hidroxilo y/ó carboxilo en posición final, preferentemente aquellos poliésteres que están constituidos de di- ó polioles alifáticos y/ó aralifáticos y ácidos dicarboxílicos insaturados copolimerizables, tales como ácido maléico, ácido fumárico, y otros, en caso dado empleando simultáneamente ácidos saturados, tales como por ejemplo, ácido adípico ó ácido ftálico, polisulfuros, colorantes solubles, materiales de refuerzo, tales como por ejemplo, fibras de vidrio, tejidos ó plastificantes, así como mezclas de los aditivos antes mencionados, para influenciar así las propiedades de los productos endurecidos.

Además se pueden agregar líquidos inertes evaporables, tales como por ejemplo hidrocarburos fluor-clorados ó agentes de propulsión cededores de nitrógeno, tales como - por ejemplo azodicarbonamida, para obtener así materiales - espumados celulares, similares a la espuma.

Además se pueden agregar termoplásticos, disueltos en disolventes orgánicos, ó pulverulentos, tal como por ejemplo, una solución de acetato de polivinilo en estireno ó polvos de polietileno, para obtener así estructuras de poros extraordinariamente finos y contrarrestar el encogimiento por reacción.

La transformación de los líquidos de baja viscosidad en materiales sintéticos altamente reticulados se puede efectuar dejando reposar durante largo tiempo, por ejemplo, durante 15 horas, a temperatura ambiente, ó mas rápidamente mediante calentamiento a temperaturas mas elevadas, por -



ejemplo 2 horas a una temperatura de 120° C. Si se deja desarrollar la solidificación a temperatura ambiente pudiera ser conveniente tratar el material sintético térmicamente a temperaturas mas altas. Bajo temperaturas mas altas se entienden aquí a aquellas de 80° C., a unos 280° C., preferentemente hasta 240° C. Los tiempos necesarios serán por lo general mas cortos cuanto mas alta sea la temperatura seleccionada.

5
10 Durante la solidificación así como también durante el tratamiento térmico, se puede aplicar la presión atmosférica normal.

Sin embargo, también es posible aplicar sobre presión ó depresión así como variar la composición química del medio gaseoso que rodea el material sintético.

15 Además es posible interrumpir la transformación de los líquidos de baja viscosidad a materiales sintéticos altamente reticulados en cualquier momento arbitrario para continuarla en un momento posterior, en caso dado bajo ulterior moldeamiento. Una interrupción se puede realizar, por ejemplo, en aquel estado de la reacción en el que se obtiene un producto de reacción sólido a temperatura ambiente, pero aún deformable bajo calor y presión.

20 Este modo de trabajo es especialmente recomendable para la técnica de fabricación de masas de prensado y para la fabricación de materiales prensados laminares. La interrupción de la reacción se puede efectuar, por ejemplo por enfriamiento.

25 Las mezclas a emplear según la presente invención son adecuadas para muchas aplicaciones prácticas. Por ejemplo, se pueden obtener piezas moldeadas mediante colada en
30



molde. Además se pueden realizar encamados de los distintos materiales tales como por ejemplo, metal, vidrio, material sintético. Se puede realizar asimismo adhesiones, recubrimientos y revestimientos. Debido a las buenas propiedades de aislamiento eléctrico se pueden fabricar materiales aislantes y elementos de construcción para la electrotécnica, tales como por ejemplo aisladores, piezas de conmutador.

Según el procedimiento de la presente invención se pueden fabricar además, empleando al mismo tiempo, por ejemplo, tejidos de vidrio, esferas de vidrio ó papel, materiales prensados de capas. Asimismo se pueden fabricar masas de prensado que contengan materiales de carga minerales y en caso dado materiales fibrosos, tales como fibras de vidrio ó amianto.

Especialmente favorable es endurecer las resinas de colada por el procedimiento de colada por inyección según la publicación alemana DOS 2.017.506, siendo posibles tiempos de residencia en el molde breves y obtenerse colados libres de burbujas y rechupes. Para ello se traslada la masa de resina de colada bajo depresión mediante un gas, tal como nitrógeno ó aire, a través de una tubería hacia un molde que tiene una temperatura superior a la de la masa de resina de colada y donde se queda en el molde hasta solidificar bajo la presión transmitida a través de la tubería ó una presión superior.

Las indicaciones de porcentos en los ejemplos se refieren al peso siempre que no se indique otra cosa.

EJEMPLO 1

104 partes en peso de estireno se mezclan a tempe



5 ratura ambiente, con 168 partes en peso de hexahidroftalato de diglicidilo (viscosidad 600 cP a 25° C., 5,9 equivalentes epóxido por kg.), después se agregan 4 partes en peso de una solución al 1 % de terc.-butilpirocatequina en estireno. A 55° C. se funden 98 g. de anhídrido de ácido maléico y bajo agitación se vierte en la solución antes preparada. Después de enfriar a temperatura ambiente, se obtiene un líquido claro, de baja viscosidad que, medida a 25° C., tiene un valor de 5,9 cP. Después de reposar durante 2 días
10 a temperatura ambiente la viscosidad sigue invariable.

El líquido de baja viscosidad contenido se mezcla con 750 partes en peso de harina de cuarzo, 6 partes en peso de una pasta de 3 partes en peso de peróxido benzoílico y 3 partes en peso de ftalato dibutílico y finalmente con
15 2,5 partes en peso de dimetilbencilamina bajo agitación y a temperatura ambiente.

Se obtiene un líquido de buena fluidez con una viscosidad de 2,100 cP a 25° C. La mezcla se vierte sobre un molde de placa de metal ligero que, a su vez, tienen así
20 mismo temperatura ambiente. El molde de placa se introduce en un armario calentador con una temperatura de 60° C. y después de 15 horas se extrae y se moldea. Se obtiene una placa de material sintético dura, libre de burbujas, que con ayuda de un disco separador de diamante se puede cortar
25 a barras normalizadas. Después de distintos tiempos de tratamiento ulterior a distintas temperaturas se midieron los valores de estabilidad térmica según Martens indicados en la tabla dada a continuación.



T A B L A 1

Temperatura del tratamiento térmico ulterior (° C.)	Tiempo	Estabilidad dimensional bajo calor según Martens (° C.)	Resistencia a la flexión a temperatura ambiente en Kp/cm ²
120	1 horas	85	1130
120	5 "	115	1230
120	8 "	127	1400
120	24 "	132	1340
120	3 días	141	1360
140	1 horas	120	1330
140	5 "	148	1330
140	8 "	150	1330
140	24 "	162	1440
140	3 días	168	1370
160	1 horas	132	1330
160	5 "	167	1390
160	8 "	167	1330
160	24 "	175	1330
160	3 días	193	1320
180	1 horas	144	1350
180	5 "	180	1290
180	8 "	190	1360
180	24 "	210	1300
180	3 días	224	1310
230	15 horas	248	1300

T A B L A 1

Temperatura del tratamiento térmico ulterior (° C.)	Tiempo	Estabilidad bajo calor (°
120	1 horas	.
120	5 "	1
120	8 "	1
120	24 "	1
120	3 días	1
140	1 horas	1
140	5 "	1
140	8 "	1
140	24 "	1
140	3 días	1
160	1 horas	1
160	5 "	1
160	8 "	1
160	24 "	1
160	3 días	1
180	1 horas	1
180	5 "	1
180	8 "	1
180	24 "	1
180	3 días	1
230	15 horas	1



Tiempo	Estabilidad dimensional bajo calor según Martens (° C.)	Resistencia a la flexión a temperatura ambiente en Kp/cm ²
1 horas	85	1130
5 "	115	1230
8 "	127	1400
24 "	132	1340
3 días	141	1360
1 horas	120	1330
5 "	148	1330
8 "	150	1330
24 "	162	1440
3 días	168	1370
1 horas	132	1330
5 "	167	1390
8 "	167	1330
24 "	175	1330
3 días	193	1320
1 horas	144	1350
5 "	180	1290
8 "	190	1360
24 "	210	1300
3 días	224	1310
15 horas	248	1300



5 Como se puede apreciar por las resistencias a la flexión indicadas en la última columna de la tabla, las resistencias mecánicas de los materiales sintéticos obtenidos a temperatura ambiente no varían por el proceso de tratamiento térmico ulterior. En especial no se presenta ninguna fragilización por las solicitudes térmicas. Por lo tanto, - el procedimiento de la presente invención permite variar en forma sencilla, mediante selección de las condiciones de -
10 temperatura adecuadas, la estabilidad dimensional bajo calor dentro de amplios límites y adaptarlas al caso de aplicación. Asimismo es posible no aplicar el calor necesario - para el tratamiento térmico desde el exterior, sino aprovechar el propio calor de reacción del sistema para esta finalidad como se describe en el ejemplo dado a continuación.

15

EJEMPLO 2

Se prepara la mezcla descrita en el ejemplo 1 de estireno, hexahidroftalato de diglicidilo, anhídrido de ácido maléico, solución al 1 % de terc.-butilpirocatequina, harina de cuarzo y dimetilbencilamina mediante mezclado a temperatura ambiente y, en lugar de la pasta de peróxido benzoílico y ftalato de dibutilo, se agregan 6 partes en peso de peróxido de metiletilcetona y, después de agitar este último, se agregan 2 partes en peso de una solución de nafte-
20 nato de cobalto en estireno, conteniendo un 1 % de Co. Se vierte entonces la masa en un molde de acero a temperatura ambiente para la fabricación de un aislador de 10 kV. La masa endurece en pocos minutos y se calienta a temperaturas -
25 superiores a 100° C.

30

Se obtiene un aislador de 10 kV que presenta un -



buen aislamiento eléctrico y a una temperatura de 120° C. -
tiene aún alta estabilidad contra solicitudes de fracciona-
miento.

5

EJEMPLO 3

104 partes en peso de estireno, 120 partes en pe-
so de bis-(2,3-epoxipropil)-anilina (viscosidad 180 cP a -
t = 20° C., 8 equivalentes epóxido por kg.) y 98 partes en
peso de anhídrido de ácido maléico se mezclan entre sí a -
10 temperatura ambiente y después, bajo agitación, se agregan
6 partes en peso de una solución al 1 % de terc.-butilpiroca
tequina en estireno, 2,2 partes en peso de dimetilbencilami
na y 6 partes en peso de peróxido terc.-butilcumílico.

15 Se obtiene un líquido claro, de baja viscosidad -
que, a 25° C., tiene una viscosidad de 5 cP.

Después de reposar durante 24 horas la viscosidad
ha subido sólo ligeramente. El líquido se vierte en un mol-
de de placa y éste se coloca en el armario calentador a una
temperatura de 80° C. Después de 15 horas se aumenta la tem-
20 peratura a 130° C. y después de otras 5 horas se extrae el
molde. Después de desmoldear se obtiene una placa de mate-
rial sintético, clara, dura, en la que se midieron las si-
guientes propiedades:

- estabilidad dimensional bajo calor según Martens: 140° C.
- 25 - resistencia a la flexión: 1.480 kp/cm².

EJEMPLO 4

104 partes en peso de estireno, 98 partes en peso
de anhídrido de ácido maléico, 400 partes en peso de un di-
30 glicidiléter del 4,4'-dihidroxifenil-dimetilmetano con un -



5 peso equivalente epóxido de 190 (= 5,25 equivalentes epóxi-
do por kg.) y una viscosidad de 27.000 cP a 20° C. así como
174 g. de anhídrido de ácido hexahidroftálico se mezclan a
temperatura ambiente y seguidamente con 0,06 partes en peso
de hidroquinona, 0,6 partes en peso de peróxido terc.-butil
cumílico y 3 partes en peso de dimetilbencilamina.

Se obtiene un líquido claro de baja viscosidad cu
ya viscosidad después de almacenar durante 10 días a tempe-
ratura ambiente no ha variado.

10 El líquido de baja viscosidad (120 cP a 20° C.) -
se vierte en un molde de placas y se endurece durante 15 -
horas a 80° C. y a continuación durante 24 horas a 120° C.
Se obtiene un material sintético tenaz-duro, transparente -

15 en el que se midieron las siguientes propiedades:
- resistencia a la flexión en kp/cm^2 : 1.480
- estabilidad dimensional bajo calor según Martens: 135° C.

EJEMPLO 5

20 130 partes en peso de estireno, 100 partes en pe-
so de anhídrido de ácido maléico y 160 partes en peso de -
ftalato de diglicidilo (viscosidad 650 cP a 20° C., peso -
equivalente 160 = 6,25 equivalentes epóxido/kg.) se mezclan
entre sí a temperatura ambiente y se mezcla con 1,2 partes
en peso de diazabicyclooctano y 4 partes en peso de peróxi-
do de metil-etilcetona.

25 Se obtiene un líquido que en su viscosidad (visco-
sidad 4 cP a 20° C.) recuerda al agua. Este se aplica con -
ayuda de un dispositivo pulverizador, tal y como es usual -
en la industria de las lacas para el lacado por pulveriza-
ción, igualmente sobre tejido de seda de vidrio que pré-
30



viamente se impregnó con una solución toluénica al 2 % de naftenato de cobalto y de vanadio y a continuación se seca. El líquido impregna el tejido de vidrio y solidifica después de breve tiempo a un producto resinoso.

5 Se superponen varios tejidos de seda de vidrio en resinados y en una prensa calentada se prensa a 180° C. durante 30 minutos a una presión de 70 kp/cm². Se obtiene un material prensado en capas en forma de placas que también - por encima de 200° C. está aún duro.

10

EJEMPLO 6

15 100 partes en peso de metacrilato de metilo, 98 - partes en peso de anhídrido de ácido maléico, 170 partes en peso de hexahidroftalato de diglicidilo, 1 parte en peso de dimetilbencilamina, 850 partes en peso de harina de cuarzo y 3 partes en peso de negro de óxido de hierro se mezclan a temperatura ambiente y a continuación se agita el vacío a 2 Torr durante 10 minutos.

20 Se obtiene un líquido negro con una viscosidad - que, a temperatura ambiente, asciende a unos 4.000 cP y que no varía después de reposar durante 2 días. La mezcla se - vierte en un molde de placas y se endurece durante 8 horas a 100° C. y durante 4 horas a 150° C. Se obtiene un mate- rial sintético duro, libre de burbujas, que tiene una resis- 25 tencia a la flexión de 1.650 kp/cm².

Después de calentar a 80° C. la resistencia a la flexión sigue invariable.

EJEMPLO 7

30

El líquido de buena fluidez descrito en el ejemplo



1, con una viscosidad de 2.100 cP a 25° C. se vierte en una caldera de presión que, a través de una tubería flexible, - está conectada con una tobera de inyección dotada de válvula. La caldera de presión se coloca, a través de una válvula dispuesta en la tapa, bajo aire comprimido de 5 atmósferas. La tobera de inyección se mueve hacia un molde de abertura y cerrado hidráulico, autocalentado en su extremo inferior, que se calienta a una temperatura de 140° C. y cuya cavidad representa una pieza en forma de disco para el elemento de una cámara de extinción de un interruptor de potencia de 20 kV cargado de aceite. Después de abrir la válvula por la tobera de inyección pasa el líquido alimentado a la caldera de presión hacia a la herramienta de acero caliente mientras el aire se fuga a través del estrecho intersticio entre las mitades de la herramienta. Después de 10 minutos se cierra primeramente la válvula en la tobera de inyección, el sistema hidráulico abre la herramienta y se seca la pieza moldeada de 170 g. de peso que se trata térmicamente fuera del molde en un armario calentador durante 15 horas a - 200° C. El modo de trabajo descrito para la obtención de cuerpos moldeados se caracteriza por su alta economía u mínimas molestias al ambiente. En especial no se liberan prácticamente vapores ó gases perjudiciales como en la usual elaboración de resinas de colada.

25

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del 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 cuan-

30



to no alteren su principio fundamental. También se hace -
constar que el invento corresponde a una Solicitud de Paten-
te presentada en Alemania, con fecha 18 de Octubre de 1.973,
bajo el número P 23 52 244.3, acogiéndose por lo tanto a -
5 los beneficios que conceden los Convenios Internacionales -
en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido
invento y por lo que se solicita Patente de Invención por -
20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION -
DE MATERIALES SINTETICOS ALTAMENTE RETICULADOS; caracteri-
zándose por lo siguiente:

10 1ª.- Procedimiento para la obtención de materia-
les sintéticos altamente reticulados, a partir de poliepóxi-
dos aromáticos ó cicloalifáticos ó poliepóxidos de ácidos -
inorgánicos con mas de un grupo epóxido por molécula, anhí-
15 dridos de ácidos dicarboxílicos cíclicos, monoolefínicamen-
te insaturados y monómeros líquidos α , β -monoolefínicamen-
te insaturados, en presencia de catalizadores de polimeriza-
ción, a temperatura ambiente ó temperaturas mas elevadas, -
caracterizado porque se emplean poliepóxidos líquidos que,
20 a 20º C., tienen viscosidades desde 1 a 1.000 Poises aproxi-
madamente y donde, en el caso de emplearse o-ftalato de di-
glicidilo, éste posee un contenido de mas de 5,5 equivalen-
tes epóxido por kilogramo.

25 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque la mezcla líquida se pasa bajo sobrepresión a través de una tubería hacia un molde que tiene una -
temperatura superior a la de la mezcla líquida y en el mol-
de se mantiene bajo la presión transmitida por la mezcla lí-
quida en la tubería ó una presión mayor hasta solidificar.





3ª.- Procedimiento para la obtención de materiales sintéticos altamente reticulados, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid 15 ENE 1975

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

V. TORRES AGUDO Y MUÑOZ
p. p. Firmados L. Gaeta Fernández