



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

208396

por "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UN MATERIAL DE RESINA ARTIFICIAL ENDURECIDO", a favor de la firma suiza, CIBA, Soci t  Anonyme, de Basilea (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es sabido que las sustancias poli-epoxi, pueden ser convertidas en materiales endurecidos, infusibles e insolubles, de peso molecular relativamente elevado, por reacci n con ciertas otras sustancias que contienen grupos qu micos aptos para la acci n rec proca con los grupos activos de los poli-ep xidos.

5.

Estas otras sustancias, o endurecedores, pueden ser de tipos qu micos que var an  mpliamente, y comprenden, entre otros,  cidos policarbox licos org nicos y sus derivados funcionales, aminas y poliaminas org nicas,  cidos  norg nicos y catalizadores

10.

Friedel-Crafts.

El presente invento se refiere a un procedimiento para la fabricaci n de un material de resina artificial endurecido, que comprende la reacci n de (a) un compuesto conteniendo m s de un grupo de ep xido por mol, con (b) un compuesto conteniendo, a lo menos, un enlace etil nico copolimerizable y, a lo menos, un gru

15.

208396



5. po carboxilo, en cuyo compuesto, cada cadena de carbono presente contiene, a lo sumo, diez átomos de carbono, y con (c) un compuesto conteniendo, a lo menos, un enlace etilénico copolimerizable y estando libre de grupos aptos para reaccionar con grupos epoxi, bajo la influencia de calor y, en caso deseado, de un catalizador, en cuyo procedimiento los componentes (a) y (b) se utilizan en tales cantidades que están presentes más de un grupo epoxi por cada dos grupos carboxilo. La invención abarca, asimismo, un método, en el cual, en una primera fase, se hace reaccionar los
10. componentes (a) y (b), haciendo seguidamente, en una segunda fase, reaccionar el producto así obtenido, con el componente (c).

15. Los productos endurecidos obtenidos de acuerdo con el presente invento, presentan muy buenas propiedades mecánicas, tales como dureza, tenacidad y considerable resistencia a la tracción, como asimismo, una buena resistencia al calor. En caso deseado pueden ser mecanizados para darles forma.

20. Mediante conveniente determinación de los componentes (a), (b), y (c) y variando sus proporciones, resulta posible obtener mezclas homogéneas que antes del endurecimiento varían desde líquidos muy fluidos, utilizables como resinas de moldeo, o laminado, a materiales viscosos que pueden servir como adhesivos. Debido a su buena adherencia y resistencia química, pueden emplearse los productos, igualmente, para la formulación de lacas.
25. Dichas composiciones resinosas, en las cuales pueden estar presentes los componentes (a) y (b) en una forma previamente sometida a reacción y que resultan apropiadas para la fabricación de materiales de resina artificial endurecidos, quedan también dentro del alcance del presente invento.

30. Como componentes (a), conteniendo más que un grupo epóxi



208396

do por mol, pueden utilizarse, no solamente compuestos químicos como tales, sino también mezclas de compuestos, por ejemplo, poli-epóxidos complejos, obtenibles por la reacción de un fenol polihídrico, o un alcohol polihidróxido, con una epihalohidrina,

5. o una dihalohidrina, conforme a métodos conocidos. Alternativamente éstos pueden ser los productos obtenidos por la oxidación de sustancias que contienen más de un enlace etilénico, con un reactivo conveniente, tal como ácido perbenzoico. Pueden emplearse, asimismo, mezclas de cualquiera de dichos tipos de epóxidos con mono-epóxidos como éter fenilglicídílico u óxido de estireno.

15. Los componentes (b) pueden ser ácidos no saturados y sus derivados, como ácido maleico, anhídrido maleico, maleatos de hidrógeno alquílicos, ácido metacrílico, ácido sórbico, o ftalato de hidrógeno alílico, lo mismo que ácidos más complejos, por ejemplo, aquellos que son preparados mediante acción intermedia de un ácido policarboxílico no saturado, o su anhídrido, con un alcohol polihidróxido, consistiendo el producto en poliésteres no saturados con grupos carboxilo terminales. En lugar de dichos poliésteres no saturados puede utilizarse mezclas correspondientes de ácidos policarboxílicos no saturados o sus anhídridos con alcoholes polihidróxidos, siendo dichas mezclas aptas para producir tales poliésteres no saturados. Un ejemplo de material de esta índole es el producto obtenido por esterificación de un mol de
20. etilenglicol con dos moles de anhídrido maleico. También pueden ser utilizadas mezclas de cualquiera de dichos ácidos dentro de
25. amplios límites.

30. Como compuesto (c) puede emplearse, por ejemplo, estireno, alfa-metilestireno, divinilbenceno, metacrilato de metilo, ftalato de dialilo, sebazato de dialilo, cianurato de trialilo y



208396

condensados de formaldehído-melamina conteniendo un grupo metilol eterificado con alcohol alílico. También pueden ser utilizadas mezclas de dichos materiales dentro de amplios límites.

5. Las proporciones relativas de los tres componentes pueden ser variadas dentro de vastos límites, si bien los componentes (a) y (b), tienen que usarse en tales cantidades que estén presentes más de un grupo epoxi por cada dos grupos carboxilo.

10. Debiera observarse que el enlace etilénico en los compuestos (b) y (c), tiene que ser copolimerizable, pudiendo asimismo ser polimerizable por sí mismo. Por lo tanto, de los ejemplos ya citados, el ácido maleico, normalmente no es por sí mismo polimerizable, pero entrará en copolimerización con otras substancias etilénicas. Por otra parte, el ácido metacrílico resulta tanto polimerizable, como copolimerizable. La reacción de endurecido puede ser acelerada, en caso deseado, por la adición de los catalizadores usuales, como peróxidos orgánicos.
- 15.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención; partes y porcentajes se entienden en peso, y los componentes (a) empleados en los mismos son preparados como sigue:

20. Epoxirresina A: Una mezcla de 228 partes de 4,4'-dihidroxi-difenilpropano (1 mol) y 148 partes de epíclorhidrina (1,6 moles) fué tratada con una solución de 72 partes de hidróxido sódico (1,8 mol) en 350 partes de agua a 90-100°C. El producto que, separado de la solución acuosa, fué lavado y secado, rindió una resina que
25. bradiza, conteniendo alrededor de 2,4 equivalentes de epóxido por kilogramo.
- Epoxirresina B: Por la acción intermedia de un gran exceso de epíclorhidrina con 4,4'-dihidroxi-difenilpropano, de una manera análoga a la indicada para la epoxirresina A, fué preparado un
30. epoxicompuesto que, a temperatura ambiente, aún era fluido. Re



208396

sultó con un peso molecular más bajo que la epoxirresina A, presentando un contenido epoxi de aproximadamente 5,0 equivalentes por kilogramo.

EJEMPLO 1.

5. 35 partes del maleato, obtenido como se describe más adelante, y 85 partes de epoxirresina A son mezcladas calentándolas juntamente a 100°C. Después del enfriamiento a 50°C., se adiciona 20 partes de estireno y, seguidamente, 1 parte de peróxido de di-butilo terc. La mezcla es endurecida durante 4 horas a 100°C y, seguidamente, durante 16 horas a 160°C. Se obtiene una resina dura, clara, infusible, que presenta una resistencia a la tracción de 11.600 libras por pulgada cuadrada. Una probeta cilíndrica (de 1" de diámetro y 2" de largo), fué sumergida en agua hirviendo durante 4 horas y experimentó un aumento de peso de 0,5%.
10. Si se usa 1 parte de peróxido de benzoilo, en lugar del peróxido de butilo en el primer ejemplo, se obtiene una resina tenaz infusible, que presenta una resistencia a la tracción de 11.600 libras por pulgada cuadrada y una absorción de agua de un 0,5 por ciento.
15. Si se utiliza 25 partes de sebazato de dialilo en lugar del estireno del primer ejemplo, y se hace endurecer la mezcla durante 4 horas a 100°C., seguidas por 4 horas a 160°C., se obtiene un producto claro, tenaz, algo más flexible que aquél de los productos antes citados.
20. Si se emplea en el primer ejemplo 16 partes de cianurato de trialilo, 16 partes de estireno y 0,1 parte de perbenzoato de butilo terc., en vez de 20 partes de estireno y 1 parte de peróxido de di-butilo terc., y si se vierte la solución homogénea en un molde, calentándola durante 2 horas a 80°C., seguidamente durante 1 hora a 120°C., y, finalmente, durante 2 horas a 180°C.,
- 25.
- 30.



208396

es obtenida una colada dura y tenaz que presenta una resistencia a la tracción de 9,300 libras por pulgada cuadrada y una absorción de agua de un 0,63 por ciento.

El maleato utilizado en el ejemplo anterior puede obtenerse como sigue:

Una mezcla de 196 partes de anhídrido maleico y 150 partes de un polipropilenglicol, con un peso molecular medio de 150, fué calentada paulatinamente a 100°C. se aumentó la temperatura a 110-115°C., manteniéndose así durante 5 horas. El producto, después del enfriamiento, era un líquido viscoso y diáfano, que se oscureció después de un reposo de 10 días a temperatura ambiente. Presentó un valor de acidez de 5,87 equivalentes por kilogramo.

EJEMPLO 2.

Una mezcla de 150 partes de epoxirresina A y 56 partes de maleato de trietilenglicol, obtenido como se describe más adelante, es agitada a 80°C., hasta que se obtiene una solución homogénea. Esta es enfriada seguidamente a alrededor de 50°C., y se le mezclan 35 partes de estireno y 1 parte de perbenzoato de butilo terc. La mezcla es calentada durante 6 horas a 90°C. y, seguidamente, durante 6 horas a 150°C. Se obtiene una colada tenaz ligeramente oscura, que presenta una absorción de agua de un 0,69 por ciento después de 4 horas en agua hirviendo.

Si se emplea 35 partes de ftalato de dialilo en lugar del estireno, se obtiene una colada clara, tenaz, que presenta una absorción de agua de un 0,65 por ciento.

Si se utiliza una mezcla de 17,5 partes de estireno y 17,5 partes de ftalato de dialilo, se obtiene una colada clara, tenaz, con una absorción de agua de un 1,23 por ciento.

El maleato de trietilenglicol, usado en el ejemplo ante-



rior, puede obtenerse como sigue:

208396

5. Una mezcla de 150 partes de trietilenglicol y 196 partes de anhídrido maleico, fué calentada despacio a 100°C. bajo agitación constante. Después de una hora a 100°C., se elevó la temperatura a 120°C y mantenida así durante 5 horas. Después del enfriamiento a temperatura ambiente, se obtuvo un jarabe viscoso presentando un valor de acidez de 5,9 equivalentes por kilogramo.

EJEMPLO 3.

10. Una mezcla de 100 partes de epoxirresina B y 15 partes de monoclorhidrina de glicerol, es calentada a 90°C. y se le adicionan 10 partes de anhídrido ftálico y 30 partes de anhídrido maleico. Se agita la mezcla durante una hora, a 80°C., enfriando seguidamente a temperatura ambiente, después de haber añadido 15 partes de estireno. Luego el producto fluido es vertido en un molde y endurecido durante 2 horas a 80°C. y, seguidamente, durante 7 horas a 160°C. El producto es una resina dura, tenaz, infusible. Cuando una pieza de colada de la resina endurecida de una pulgada de diámetro y dos pulgadas de largo fué sumergida durante una hora en agua hirviendo, aumentó en peso un 0,16 por ciento.
- 15.
- 20.

Una pieza de colada similar de la resina endurecida sin estireno, fué sumergida en agua hirviendo, siendo su aumento en peso de un 0,25 por ciento.

EJEMPLO 4.

25. 65 partes del maleato de etilenglicol descrito a continuación son disueltas en 100 partes de epoxirresina B, por calentamiento a 60°C. Seguidamente se adicionan 50 partes de ftalato de dialilo y la mezcla es enfriada a temperatura ambiente, después de haber incorporado agitando 0,5 partes de perbenzoato de butilo terc. Después de endurecer durante 6 horas a 80°C, seguida
- 30.



208396

mente por 7 horas a 160°C., se obtiene una resina dura infusible que presentó una resistencia a la tracción de 9,600 libras.

El maleato de etilenglicol citado fué obtenido como sigue:

5. Una mezcla de 62 partes de etilenglicol y 196 partes de anhídrido maleico fué calentada paulatinamente a 100°C. bajo constante agitación. Después de una hora a 100°C., se aumenta la temperatura a 120°C. y mantenida así durante tres horas. Al enfriar a temperatura ambiente se obtuvo un producto siruposo espeso, que se solidificó paulatinamente. Dicho producto presentaba un valor de acidez de 8,3 equivalentes por kilogramo.
- 10.

EJEMPLO 5.

15. 85 partes del maleato de trietilenglicol descrito en el ejemplo 2 y 100 partes de epoxirresina B, son mezcladas y, en seguida, diluidas con 50 partes de estireno. Se agrega 2 partes de perbenzoato de butilo terc. y la mezcla es vertida en un molde y endurecida durante 8 horas a 80°C., seguidas por 7 horas a 160°C. El producto es una resina dura clara con una resistencia a tracción de 7.100 libras por pulgada cuadrada y una absorción de agua de un 0,72 por ciento.

EJEMPLO 6.

20. 60 partes de un poliéster, descrito más adelante, y 11,4 partes de anhídrido maleico son disueltas en 40 partes de estireno, por cuidadoso calentamiento a 50°C., seguida por inmediato enfriamiento a 20°C., cuando la disolución es completa.
25. A esta solución se le adicionan 20 partes de una metilolmelamina alilada (con una cifra de hidróxido de 21,7 y absorbiendo 1602 miligramos de bromuro por gramo, correspondiendo, por lo tanto, a cinco grupos alilo por anillo de triacina), 1 parte de hidróperóxido de hidroxiclohexilo, y 28,6 partes de epoxirresina.B.
30. La solución resultante es tratada con 1,5 partes de una solución



208396

de cobalto a 1 por ciento (en la forma del naftenato disuelto en estireno monómero). Al cabo de un breve tiempo (5 a 10 minutos), a temperatura ambiente, tiene lugar la formación de gel acompañada de una reacción exotérmica. Cuando la última se ha calmado, se completa el endurecimiento por calentamiento durante dos horas a 105°C., Se obtiene una colada clara, dura y tenaz. El endurecimiento también puede llevarse a cabo en ausencia de cobalto, por ejemplo, calentando a 105°C. durante 2 1/2 a 4 horas.

5.

El poliéster utilizado en el ejemplo anterior fué obtenido como sigue:

10.

Una mezcla de 98 partes (1 mol) de anhídrido maleico, 148 partes (1 mol) de anhídrido ftálico, 146 partes (2,36 moles) de etilenglicol y 25 partes (0,43 mol) de alcohol bencílico fué agitada a 200°C. durante 7 horas en atmósfera de anhídrido carbónico. El producto resultante fué una resina de poliéster ligeramente amarilla de viscosidad media y cifra de acidez de 27.

15.

EJEMPLO 7.

100 partes de epoxirresina B y 84 partes del maleato de polipropilenglicol, descrito en el ejemplo 1, son agitadas juntamente a 40°C., hasta que se obtiene una mezcla homogénea.

20.

Entonces se adicionan 50 partes de ftalato de dialilo y 2 partes de perbenzoato de butilo terc. y se endurece la mezcla durante 2 horas a 120°C. seguidas por 7 horas a 140°C. Se obtiene una colada dura, clara, que presenta una resistencia a la tracción de 12.100 libras por pulgada cuadrada. Una pieza de colada cilíndrica, midiendo 2" de largo y 1" de diámetro, aumentó un 0,67 por ciento en peso, después de una inmersión de cuatro horas en agua hirviendo.

25.

Si se substituye en el ejemplo anterior las 50 partes de ftalato de dialilo por una mezcla de 40 partes de estireno y 40

30.



208396

partes de ftalato de dialilo, endureciendo la mezcla durante 6 horas a 80°C. y seguidamente durante 7 horas a 160°C., se obtiene una resina dura, infusible, que presenta una resistencia a la tracción de 7,050 libras por pulgada cuadrada y una absorción de agua de un 0,47 por ciento, después de una inmersión de 4 horas a 100°C.

5.

Si se utiliza en el ejemplo anterior 50 partes de estireno y 2 partes de peróxido de dibutilo terc., y si se endurece la mezcla fluida durante 24 horas a 100-110°C., se obtiene una resina clara, dura, que presenta una resistencia a la tracción de 4.400 libras por pulgada cuadrada y una absorción de agua de un 0,59 por ciento.

10.

Si se emplea, como tercer componente una mezcla de 25 partes de estireno y 25 partes de ftalato de dialilo con 2 partes de perbenzoato de butilo terc., se obtiene una colada clara, dura, que presenta una resistencia a la tracción de 9.300 libras por pulgada cuadrada y una absorción de agua de un 0,74 por ciento.

15.

EJEMPLO 8.

100 partes de epoxirresina B y 65 partes del maleato de etilenglicol descrito en el ejemplo 4, son mezcladas calentándose juntas a 60°C. Seguidamente se incorporan bajo agitación 25 partes de ftalato de dialilo, seguidas, después del enfriamiento a temperatura ambiente, por 25 partes de estireno y 0,5 partes de perbenzoato de butilo terc. La mezcla fluida es endurecida por calentamiento durante 6 horas a 80°C. y, seguidamente, durante siete horas a 160°C. Se obtiene una resina dura infusible que presenta una resistencia a la tracción de 5.300 libras por pulgada cuadrada.

20.

25.

EJEMPLO 9.

100 partes de epoxirresina B y 85 partes del maleato de

30.



208396

trietilenglicol descrito en el ejemplo 2, son mezcladas a 40°C. Seguidamente se adiciona 40 partes de ftalato de alilo, 40 partes de estireno y 2 partes de perbenzoato de butilo terc. y la mezcla es endurecida durante 8 horas a 80°C. y seguidamente durante siete horas a 160°C. La resina endurecida presenta una resistencia a la tracción de 6.700 libras por pulgada cuadrada y una absorción de agua de un 0,56 por ciento.

5.

EJEMPLO 10.

Una mezcla de 100 partes de epoxirresina B, 40 partes de anhídrido maleico y 15 partes de etilenglicol, es calentada a 80°C. y agitada hasta que se obtiene una solución homogénea. Se deja enfriar ésta a temperatura ambiente, dejando luego reposar durante 15 horas. Seguidamente se adicionan 40 partes de estireno, y la mezcla fluida es vertida en un molde y endurecida durante 2 horas a 120°C. seguidas por siete horas a 150°C. Se obtiene una resina dura, infusible.

10.

15.

Si se substituye las 15 partes de etilenglicol en el ejemplo anterior por 25 partes de monoclorhidrina de glicerol, se obtiene una resina clara, dura e infusible.

20.

Si se usa 30 partes de dipropilenglicol en lugar del etilenglicol, se obtiene una colada clara y tenaz.

25.

Si se emplea, en lugar del estireno, 45 partes de alfa-metilestireno y 2 partes de peróxido de dibutilo terc., y si se calienta la mezcla durante 6 horas a 120°C. y, seguidamente, durante 6 horas a 160°C., se obtiene un producto duro e infusible.

Si se utiliza 40 partes de metacrilato de metilo y 1 parte de peróxido de benzoilo y se endurece la mezcla durante 24 horas a 70°C. y, seguidamente, dos horas a 160°C., se obtiene un producto claro y duro.

30.

EJEMPLO 11.

208396



100 partes de epoxirresina **B**, 15 partes de etilenglicol y 40 partes de anhídrido maleico son calentadas a 80°C. y agitadas hasta que se obtiene una solución homogénea, que entonces es enfriada a temperatura ambiente y dejada reposar durante 15 horas.

5. Seguidamente se incorporan, agitando, 33 partes de ácido metacrílico y 1 parte de perbenzoato de butilo terc., y se endurece la mezcla fluida durante 12 horas a 120°C., resultando un material tenaz e infusible.

EJEMPLO 12.

10. Una mezcla de 100 partes de epoxirresina **B**, 15 partes de etilenglicol y 40 partes de anhídrido maleico es tratada como en el ejemplo 11. Después de reposar durante 24 horas a temperatura ambiente, para permitir que el anhídrido maleico se combine, a lo menos parcialmente, se adicionan 40 partes de éster n-butil-vinílico, 15. 1 parte de hidroperóxido de hidrox ciclohexilo, y una parte de una solución de cobalto a un 1 por ciento (en forma de naftenato en estireno). Se deja reposar la mezcla durante 24 horas a temperatura ambiente, calentándola seguidamente durante 8 horas a 50°C., seguidas por 16 horas a 120°C. Se obtiene una resina dura e infusible.
20. ble.

EJEMPLO 13.

100 partes de epoxirresina **B** son calentadas a 120°C. y adicionadas de 56 partes de ácido sórbico. Seguidamente se enfría la mezcla a 40°C. y se incorpora agitando 1 parte de perbenzoato de butilo terc. Después de calentar la mezcla durante 4 horas a 25. 80°C. y seguidamente durante 8 horas a 140°C., es obtenida una resina dura, clara e infusible.

30. Si se adiciona 50 partes de estireno a los demás componentes del ejemplo anterior, se obtiene una resina semejante dura, clara e infusible.



EJEMPLO 14.

208396

100 partes de epoxirresina B, 15 partes de etilenglicol y 40 partes de anhídrido maleico, son agitadas juntamente a 80°C. La solución homogénea obtenida se deja reposar durante 20 horas a temperatura ambiente y, seguidamente, se introducen, agitando, 38 partes de estireno, 2 partes de divinilbenceno, y 1 parte de perbenzoato de butilo terc. La mezcla fluida es endurecida durante 1 hora a 120°C. y, seguidamente, durante 1 hora a 180°C. Se obtiene una resina dura e infusible.

5.

10.

EJEMPLO 15.

40 partes de epoxiresina B, 35 partes de maleato de polipropilenglicol descrito en el ejemplo 1, y 16 partes de cianurato de trialilo, son mezcladas agitándolas juntamente a 40°C. y, seguidamente, enfriadas a temperatura ambiente, en cuyo momento se añaden 0,5 partes de hidroperóxido de butilo terc. La mezcla homogénea, fluida, es vertida en un molde y endurecida durante 24 horas a 80°C seguidas de 30 minutos a 180°C. Se obtiene un producto claro, duro y tenaz.

15.

20.

Si se omite el peróxido en la formulación anterior, el producto obtenido es algo más blando.

EJEMPLO 16.

Una mezcla de 70 partes de epoxirresina B, 30 partes de éter fenilglicidílico y 85 partes del maleato de polipropilenglicol, descrito en el ejemplo 1, son agitadas juntamente a 40°C., hasta que se obtiene una solución homogénea. Se adiciona 40 partes de estireno, y una parte de peróxido de ciclohexanona y la mezcla fluida es vertida en un molde y endurecida durante 1 hora a 70-100°C., seguidamente durante 1 hora a 150°C. y, finalmente, durante una hora a 180°C. Se obtiene una resina clara, dura, infusible, que presenta una resistencia a la tracción de 5.500 libras

25.

30.



208396

por pulgada cuadrada y una absorción de agua de un 0,65 por ciento.

EJEMPLO 17.

5. 100 partes de la epoxirresina descrita a continuación, 96 partes de éster de trietilenglicol del ácido maleico, descrito en el ejemplo 2, y 60 partes de estírol, son agitadas juntamente a temperatura ambiente, hasta que se haya formado una solución homogénea. Seguidamente se adicionan 2 partes de peróxido de ciclohexanona y 0,4 partes de una solución al 1 por ciento de naftanato de cobalto en estírol, después de lo cual la mezcla es endurecida durante 1 hora a 60°C., 1 hora a 100°C y, finalmente, 5 horas a 160°C. Se obtiene una colada dura, clara e infusible.

15. Si se calienta una mezcla de 100 partes de la epoxirresina descrita a continuación, 96 partes de éster polipropilenglicólico del ácido maleico, descrito en el ejemplo 2, 60 partes del éster dialílico del ácido ftálico, y 2 partes de perbenzoato de butilo terc. durante 2 1/2 horas a 100°C y 5 horas a 160°C., se origina una resina tenaz e infusible.

20. Se obtiene un producto final relativamente más blando, si se calienta una mezcla de 100 partes de la epoxirresina, descrita a continuación, 96 partes del éster polipropilenglicólico del ácido maleico, arriba citada, 40 partes de estírol, 40 partes de éster dialílico del ácido ftálico, 3 partes de peróxido de ciclohexanona, y 0,4 partes de solución de naftanato de cobalto, durante una hora a 60°C., seguidamente una hora a 100°C. y, finalmente, 5 horas a 160°C.

25. La epoxirresina, arriba utilizada, fué preparada del modo análogo a la epoxirresina A, pero empleando resorcina como fenol polivalente. Presentó un punto de fusión más bajo que la epoxirresina A y un contenido epoxi de 5,7 equivalentes por kilogramo.

EJEMPLO 18

30.

208396



100 partes del poliepóxido alifático, descrito más adelante, 76 partes del éster polipropilenglicólico del ácido maleico, descrito en el ejemplo 1, y 44 partes de estireol son agitadas juntamente a temperatura ambiente, hasta que se haya formado una solución homogénea. Se adiciona 2 partes de peróxido de ciclohexanona y 0,4 partes de una solución al 1 por ciento de naptanato de cobalto en estireol. Seguidamente se calienta la mezcla durante dos horas a 60°C., seguidamente 1 hora a 100°C. y, finalmente, 5 horas a 160°C. Se obtiene una colada clara, relativamente blanda.

El poliepóxido alifático, arriba mencionado, fué preparado por transposición de etilenglicol con epiclorhidrina en presencia de fluoruro de boro como catalizador. Después del tratamiento de este producto en un medio alcalino, con la finalidad de separar el ácido clorhídrico, se obtiene una epoxirresina líquida con un contenido epoxi, de 4,4 equivalentes por kilogramo.

La invención, dentro de su esencialidad, podrá llevarse a la práctica en otras variantes de realización que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, empleando los medios, proporciones y temperaturas más adecuados a cada caso: por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.



N O T A

Hecha la descripción del presente invento, se hace constatar que la presente solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la demanda de patente inglesa nº 6322, del 11 de marzo de 1952, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

- 5.
- 1ª.- Procedimiento para la fabricación de un material de resina artificial endurecido, que comprende el hacer reaccionar (a) un compuesto, conteniendo más de un grupo epóxido por mol, con (b) un compuesto conteniendo, a lo menos, un enlace etilénico copolimerizable y, a lo menos, un grupo carboxilo, en cuyo compuesto, cada cadena de carbono presente contiene, a lo sumo, diez átomos de carbono, y con (c) un compuesto conteniendo, a lo menos, un enlace etilénico copolimerizable y estando libre de grupos aptos para reaccionar con grupos epoxi, bajo la influencia de calor y, en caso deseado, de un catalizador, en cuyo procedimiento son utilizados los componentes (a) y (b), en tales cantidades que están presentes más de un grupo epoxi por cada dos grupos carboxilo.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual, en una primera fase, se hace reaccionar los componentes (a) y (b), y, seguidamente, se hace reaccionar en una segunda fase, el producto así obtenido, con el componente (c).
- 3ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª o 2ª, en el cual se utiliza como componente (b) un poliéster no saturado, o una mezcla de un ácido policarboxílico no saturado, o de su

208 396



anhídrido con un alcohol polihídrico, siendo dicha mezcla adecuada para producir tal poliéster no saturado.

4ª.- Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 3ª, en el cual el componente (b) es usado en la forma de un anhídrido.

5.

5ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 4ª, en el cual, como componente (c) se emplea estireno.

6ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 5ª, en el cual, como componente (a) se usa el producto de condensación de epíclorhidrina con un fenol/dihídrico en un medio alcalino.

10.

7ª.- Procedimiento para la fabricación de un material de resina artificial endurecido.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de diecisiete hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

15.

Madrid, a 10 de marzo de 1953.-

CIBA, Sociéte Anonyme.

p.a.