

22 JUN 1961



268979

P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I Ó N

a favor de Don Angel HERNÁNDEZ LÓPEZ, de nacionalidad española, residente en Barcelona, Calle Farigola, 20, por "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE RESINAS ARTIFICIALES DE POLIÉSTER"

- . . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de resinas artificiales de poliéster partiendo de uno o más ácidos policarboxílicos o de uno o más derivados de los mismos y de uno o más alcoholes polivalentes mediante calentamiento..

5.

Ya se han efectuado muchos ensayos para fabricar resinas artificiales susceptibles de resistir las elevadísimas sollicitaciones mecánicas, químicas, eléctricas y térmicas. Un factor muy importante en

10.



26 8979

- cualquier obtención de resinas artificiales radica en el coste, dado que resultaría antieconómico un excesivo dispendio en esta clase de resinas sin tener en cuenta sus propiedades para la utilización práctica. Se producen elevados costes de producción de un material resinoso de la clase mencionada ante todo por alguno de los siguientes tres factores; El primero es el precio del material en bruto para la resina artificial, con la cual ha de recubrirse el conductor. El segundo depende de la facultad de tal material de poderse disolver en los disolventes usuales y baratos. Dado que los materiales de resina artificial se almacenan y transportan preferentemente en forma disuelta, juega un gran papel la cantidad y el peso del disolvente en la parte de coste que ha de satisfacerse para tener preparada la resina artificial en el instante de su utilización en el punto de empleo. En la práctica ha resultado muy conveniente, para muchos fines de utilización, el emplear aquellos materiales que pueden mantenerse en disoluciones que, como mínimo, contengan de 30 a 50 por ciento en peso de componentes sólidos. Como sea que los disolventes en las soluciones de resina artificial no pueden recuperarse en general al procederse al recubrimiento de un material, el coste de tales disolventes juega un importante papel en el importe del esmaltado endurecido. El tercer factor, que influye necesariamente
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.



26 8979

en el coste de un objeto recubierto con resina artificial, lo constituye el tiempo necesario para endurecer la capa aplicada. Cuando dicho tiempo es excesivamente largo, se emplea un horno de endurecimiento muy grande o bien la velocidad de circulación a través del mismo ha de reducirse notablemente y de forma antieconómica.

- 5.
- Una resina artificial de poliéster muy económica en su utilización, con cualidades mejoradas mecánicas, químicas, eléctricas y térmicas, lo que permite cumplir todas las exigencias, se obtiene, de acuerdo con la invención, al hacer reaccionar entre sí los tres siguientes componentes; 1) 25 --56% de equivalente, de preferencia 26- 50, de ácido tereftálico o isoftálico o un derivado de estos ácidos con un radical fijado en el o en los grupos carbonilo, radical que fácilmente puede substituirse por el grupo alcoxi de un alcohol, siendo, de preferencia el correspondiente derivado un éster bajo de dialquilo; 2) aproximadamente 15 - 46% de equivalente de preferencia 25-40- de etilenglicol; y 3) aproximadamente 13 - 44 % en equivalente, de preferencia 20 - 32 -, de un alcohol polivalente alifático saturado, poseedor, al menos, de tres grupos hidroxilo.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- Una resina artificial de poliéster preferida, obtenida según la invención, consta del producto de reacción de un 45% de equivalente de tereftalato de dimetilo con un 33% de equivalente de eti-

26 3979

22 JUN



lenglicol y un 22% de equivalente de glicerina.

(El término "equivalente indica la cantidad de moles por el número de grupos funcionales. Las indicaciones de tantos por ciento se refieren al número total de equivalentes que tiene lugar en la correspondiente combinación).

5.

Cuando se utilizan ácidos o derivados de los mismos diferentes del ácido tereftálico o isoftálico, o bien cuando se emplean glicoles distintos del etilenglicol para las resinas artificiales según la invención, el producto obtenido resulta, de

10.

menos valor, al menos en una de las múltiples cualidades exigidas. Cuando los elementos de las resinas artificiales de poliéster se emplean en ámbitos de concentración fuera de los previstos por la presente invención, también resulta la resina resultante de inferior calidad, como mínimo, igualmente en lo que atañe a una de las propiedades requeridas.

15.

20.

Entre los ésteres bajos de dialquilo del ácido tereftálico o isoftálico, utilizables en los poliésteres según la invención, se encuentran aquellos ésteres que contienen radicales alquilo de 1 a 8, de preferencia de 1 a 4 átomos de carbono. A estos ésteres de dialquilo bajos pertenecen, por ejemplo, el éster de dimetilo, el éster de dietilo, el éster de dipropilo, el éster de dibutilo y otros.

25.

La utilización de un éster bajo de dialquilo del

26 8979



5. ácido tereftálico da lugar a masas de recubrimien-
to similares al esmalte, las cuales presentan, an-
te todo, una resistencia a los disolventes superior
a la de las resinas obtenidas con ésteres bajos de
dialquilo del ácido isoftálico. Cuando se preparan
masas similares a los esmaltes, partiendo de ácido
isofáltico o de sus derivados, tiene lugar una pe-
queña sublimación de los elementos resinosos duran-
te la cocción, y el producto de reacción resultan-
te es más fácilmente soluble en los disolventes del
comercio que las masas de esmaltes conseguidas a ba-
se de ésteres del ácido tereftálico.

- Las expresiones "alcoholes polivalente"
y "alcohol polivalente saturado con tres grupos hi-
droxilo como mínimo" comprenden, según la invención,
tanto aquellos alcoholes polivalentes en los que los
grupos hidroxilo se hallan enlazados mediante varios
miembros intermedios C-C, sino como también los al-
coholes de éter con tres grupos hidroxilo como mí-
nimo. Entre los alcoholes polivalentes alifáticos
saturados que reúnen las características indicadas
cabe citar, por ejemplo, la glicerina, el 1,1,1-tri-
metiloleetano, el 1,1,1-trimetilolpropano, la pentaer-
trita, la sorbita, la manita, la diglicerina, la
dipentaertrita y otros. También pueden emplearse
más de un alcohol polivalente para la preparación
de una misma resina artificial.

Los alcoholes polivalentes se distinguen

20 8979



- entre sí los unos de los otros tanto según el peso molecular como también por el número de grupos hidroxilo primarios existentes. Dado que tales grupos son más aptos de reaccionar que los secundarios o terciarios, se pueden preparar y endurecer materiales de tipo esmalte en algunas difíciles condiciones cuando se hallan presentes más de dos grupos hidroxilo en el alcohol polivalente utilizado, que cuando sólo están presentes uno o dos de tales grupos hidroxilo primarios. También se ha encontrado que los alcoholes polivalentes que sólo ofrecen grupos hidroxilo primarios poseen una facultad de resistencia ante elevadas temperaturas mayor que aquéllos que tienen en su estructura grupos hidroxilo secundarios o terciarios. Asimismo se ha comprobado que los alcoholes polivalentes de bajo peso molecular son más resistentes que los que lo tienen elevado. Igualmente se ha averiguado que los alcoholes polivalentes poseedores sólo de grupos hidroxilo primarios, proporcionan resinas que tienen una resistencia hidrolítica superior a la de las resinas formadas partiendo de alcoholes que poseen tanto grupos hidroxilo primarios como secundarios. Así, una resina de poliéster obtenida de tereftalado de dimetilo, de etilenglicol, y de 1,1, 1-trimetilol-etano, en corriente de vapor a 175°C, ofrece una pérdida en peso que es inferior en 1/2 a 1/4 al de una resina de poliéster con similar
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



26 8979 JUN 22

constitución, en la que, sin embargo, se utiliza glicerina en lugar del contenido total en 1,1,1-trimetilol-etano.

5. Las resinas artificiales sintéticas de poliéster de acuerdo con la invención pueden prepararse según los métodos usuales. Así, el éster bajo de dialquilo del ácido tereftálico y del isoftálico, el etilenglicol y el alcohol polivalente pueden prepararse conjuntamente en cualquier recipiente de reacción adecuado. Tal recipiente puede estar formado de un material apropiado, tal como vidrio, acero inoxidable o de otro metal, tal como se emplea en la formación de las resinas de poliéster. Dado que la reacción que se presenta en
10. la formación de las resinas de poliéster según la invención es una reacción alcoholítica, el efecto final de dicha reacción da lugar a un alcohol polivalente o un glicol en vez de los inferiores radicales alquilo del isoftalado o tereftalato de
15. dialquilo bajo, quedando entonces aquel alcohol bajo, simultáneamente en libertad. A consecuencia de ello, en lugar de los ésteres de dialquilo inferior pueden emplearse o los correspondiente ácidos mismos o sus clorhidratos o semiésteres. El empleo de
20. los ésteres de dialquilo inferior, es sin embargo, preferible, debido a la mayor solubilidad o facultad de reacción de los diésteres.
- 25.

Si se emplean los ésteres de metilo el



28 22 79

- alcohol que queda libre es el metanol. Es necesario tomar precauciones para separar el alcohol de metilo u otros alcoholes bajos que quedan libres durante el proceso de la reacción. En general, la mezcla de reacción se calienta y el alcohol bajo liberado se deja escapar al aire ambiente o se acumula en un sistema condensador. Dado que los ésteres de dialquilo inferior, del ácido tereftálico tienen tendencia a sublimarse cuando el calentamiento tiene lugar demasiado deprisa, es preferible tomar precauciones para condensar tal producto sublimado, haciendo escapar, sin embargo, al mismo tiempo los alcoholes bajos del sistema, lo cual puede conseguir con ayuda de un condensador montado sobre el recipiente de reacción, condensador que actúa a una temperatura apropiada para retener el producto sublimado, pero, para dejar pasar a los vapores del alcohol.
- Debido a que la reacción alcoholítica tiene efecto muy lentamente cuando se lleva a cabo sin catalizadores, es preferible el empleo de catalizadores de alcoholisis cuando las resinas de poliéster se preparan de acuerdo con la invención. Entre los muchos catalizadores alcoholíticos utilizables cabe citar, por ejemplo, el óxido de plomo, el acetato de plomo, el óxido de cinc, el acetato de cadmio, el acetato de cobre, el acetato de cinc, el acetato de magnesio, el acetato de berilio, el ace-
5.
10.
15.
20.
25.

26 89 79



- tato de estaño, el acetato férrico y el acetato de níquel. La cantidad de catalizador empleado no es crítica y puede variar dentro de amplios límites, de acuerdo con el especial sistema de poliéster en
5. cuestión. En general, se emplean de 0,01 a 5% en peso de catalizador alcoholítico, calculado respecto al peso total de las composiciones ácidas dibásicas. También cabe emplear concentraciones más altas de catalizador, pero, no se consigue me-
10. jora en el resultado final. De preferencia, se utiliza un 0,1% en peso de componentes metálicos del catalizador, calculado sobre el peso total de los ácidos dibásicos empleados.
15. En la fabricación de las resinas es aconsejable el calentar los componentes de la reacción, para obtener un material con un máximo peso molecular sin que se presente la gelificación del producto conseguido. Se efectúa la reacción calentando paulatinamente los componentes de la misma, es
20. decir dentro de un espacio de tiempo de dos a seis horas desde la temperatura ambiente hasta una de 200 a 270° C. Durante el calentamiento inicial se observa que se produce una sublimación del éster de dialquilo inferior. Para evitarlo, puede agregarse a la mezcla de reacción xilol o una materia
25. análoga para así mantener aquel éster en disolución. El xilol y similares no toman parte en la reacción y se destilan de la mezcla de ella duran-



26 2979 22 JUN

te el proceso reactivo. El agua, existente casi siempre en los materiales en bruto a reaccionar, también se destila durante el calentamiento separándola de la mezcla. Una fuente de humedad que se presenta usualmente en la mezcla de reacción es precisamente el agua que se encuentra disuelta en los alcoholes elevados polivalentes. Así la glicerina contiene aproximadamente 5% en peso de agua, la cual, mediante destilación azeotrópica con xilol, se separa de la mezcla de reacción.

El catalizador alcoholítico puede adicionarse a la citada mezcla de reacción cuando se inicia el calentamiento o una vez los componentes de la misma ya han sido calentados durante un breve espacio de tiempo. La agregación después de un corto calentamiento es conveniente en el caso de que haya que separarse agua de los materiales en bruto utilizados. Después del calentamiento de los componentes de la reacción hasta la temperatura final deseada entre 200 y 270° C, puede interrumpirse la reacción o mantenerse el producto a la citada temperatura final durante 2 a 4 horas para aumentar el peso molecular. Cuando se mantienen el producto a la aludida temperatura, es necesario interrumpir la reacción antes de que la resina obtenida alcance un peso molecular tal elevado que dé lugar a la gelificación.

En lugar de medir directamente el peso molecular de la resina de poliéster, es usual que el

26 8979



- mismo se caracterice mediante un factor de viscosidad, ya que es sabido que la viscosidad de una solución de resina corresponde al peso molecular de esta última. De preferencia, tal viscosidad se mide
5. en función del número logarítmico de la misma. En general, las resinas de poliéster obtenidas según la invención ofrecen cualidades satisfactorias cuando aquel número logarítmico de la viscosidad del producto final queda entre 3 y 25 y, de preferencia, entre 7 y 20, al final del período de la reacción. Cuando el citado número es superior a 25, es difícil impedir la gelificación de la resina. La reacción se finaliza vertiendo un disolvente adecuado en la resina
10. caliente de poliéster para formar una solución con un contenido sólido de un 30 a un 50% en peso. Esta solución se filtra después para separar los elementos insolubles. Entre los muchos disolventes a emplear pueden citarse el m-cresol, xilenoles, los polihidroxil-benzoles, el xilol y demás polialquil-benzoles,
15. hidrocarburos de petróleo de alto punto de ebullición y similares.
- 20.

- En lugar de disolver la resina en un disolvente, interesa a veces emplear las sustancias resinosas obtenidas sin la presencia de tal disolvente.
25. Para tales clases de aplicación se deja simplemente enfriar aquella resina a la temperatura ambiente, sin ninguna adición de disolvente. Se consigue una masa sólida y frágil, susceptible de pulverizarse si con-

23 8979



viene para ulteriores empleos. Cuando la resina se obtiene en forma de polvo y conviniere emplearla en solución, puede adicionarse a la misma un disolvente apropiado. La mezcla se calienta entonces a 100° C hasta alcanzar la total disolución de la resina.

5. Cuando las resinas de poliéster según la invención han de utilizarse como recubrimientos en forma de esmalte, se aplican aquéllas partiendo de la solución y siguiendo los métodos usuales. Para conseguir resultados óptimos se recomienda la utilización de soluciones con contenidos, sólidos de resina de un 20 a un 30%. Tales soluciones pueden prepararse mediante dilución de soluciones resinosas altamente concentradas con alguno de los disolventes antes citados.

10. Para conseguir el completo endurecimiento de la resina de poliéster según la invención, por ejemplo, después de la aplicación sobre un soporte, se prefiere emplear un catalizador endurecedor, apto para acelerar la reacción endurente en las soluciones de resina durante el proceso de recubrimiento, aun cuando también pueden conseguirse resultados satisfactorios sin tal catalizador. Entre los catalizadores apropiados

15. cabe citar: el octoato de zinc, el octoato de cadmio, diisocianatos aromáticos, diisocianatos alifáticos y similares. Cuando se emplean catalizadores endurecedores

20. que contienen metales, se consiguen buenos resultados

25.

26 8979



- con cantidades de aquéllos entre 0,2 a 1 por ciento en peso, calculado respecto al elemento total de resina sólida. De preferencia, se emplea un catalizador con contenido metálico cuando la cantidad comprende 0,5% de contenido metálico respecto al contenido total de resina sólida y con los diisocianatos igualmente una cantidad de 0,5 por ciento en peso de éstos, calculada respecto a las cantidades totales existentes de resina sólida.
- 5.
10. Cuando las resinas de poliéster de acuerdo con la invención se emplean como material de relleno para intersticios y como aislamiento en máquina dinamoeléctricas, es necesario formar de tales resinas hojas o películas endurecidas, lo que puede conseguirse
15. siguiendo cualquiera de los métodos conocidos, tal como vertido de una solución resinosa y calentamiento de la misma para expulsar el disolvente y endurecer tal resina. Pueden también formarse películas por escurrido de soluciones viscosas de las resinas en una cámara
20. caliente en la que tiene lugar directamente el endurecimiento. La película obtenida de tales resinas lo forma un producto tenaz y flexible, con elevada resistencia dieléctrica, resistencia al calor a temperaturas como mínimo de 135°C y una resistencia a la dilatación de unos 4,22 kg/mm². Estas películas pueden utilizarse como aislamiento intermedio en máquinas dinamoeléctricas revistiendo con aquéllas las correspondientes ranuras de las armaduras y colocan-
- 25.

28 9979

22



do las espiras aisladas en tales ranuras. Estas películas puede actuar como material dieléctrico en condensadores, siendo especialmente indicadas para condensadores del tipo de hojas de aluminio.

5. La fabricación de las resinas de poliéster según lo expuesto se efectúa en dos etapas, en la primera de las cuales los participantes en la reacción se cuecen hasta alcanzar prácticamente la forma de un polímero lineal, en la que la composición de la resina lineal es esencialmente la misma que en la composición de partida. Este polímero lineal se endurece después con aplicación de calor.
- 10.

Para la mejor comprensión de la presente memoria descriptiva, se reseñan a continuación unos ejemplos prácticos para la ejecución del procedimiento.

15. Ejemplo 1. La resina de poliéster se fabrica a base de las siguientes sustancias de partida:

Tereftalato de dimetilo	46%	de equivalente
Etilenglicol	31%	"
Glicerina (95%)	23%	"

20. Se colocan estas sustancias junto con xilol en un frasco de tres cuellos y 3 litros de capacidad provisto de termómetro, agitador y de una columna rectificadora Vigreux de 12,7 cm. Se fija una válvula Dean & Stark y un tubo adicional de descarga en la cabeza de la columna, manteniendo en el sistema una atmósfera protectora de nitrógeno. Se calienta durante
25. 30 minutos hasta que la temperatura ha ascendido a unos 130° C, destilándose azeotrópicamente el agua

26 8979



- y el xilol del sistema. Se añaden entonces 0,03 % en peso de acetato de plomo, calculado respecto al tereftalato de dimetilo, prosiguiendo el calentamiento durante otras 3 1/2 horas hasta una temperatura final de unos 240°. Después se agrega a la resina caliente una cantidad de cresol suficiente para formar una solución con un 44,8 por ciento en peso de elementos sólidos. Esta solución continúa clara incluso dejándola más de un mes a la
5. temperatura ambiente. Una parte de dicha solución se mezcla con xilol con un contenido del 25%, a continuación de lo cual se adiciona octoato de cinc hasta alcanzar un contenido de este último de 0,5 % calculado respecto al contenido de resina
10. total. La solución así tratada esta lista para el uso. Resulta adecuada para el recubrimiento de objetos.
- 15.

En lugar de las sustancias de partida indicadas pueden utilizarse también satisfactoriamente las siguientes mezclas:

20.

- | | | |
|----------------------------|-----|----------------|
| a) Tereftalato de dimetilo | 50% | de equivalente |
| etilenglicol | 25% | " |
| glicerina (95%) | 25% | " |

El producto de reacción de estas características puede utilizarse como una solución del 30 por ciento.

25.

- | | | |
|----------------------------|-----|----------------|
| b) tereftalato de dimetilo | 45% | de equivalente |
| etilenglicol | 22% | " |



22 8979

	glicerina (95%)	33%	de equivalente
5.	c) tereftalato de dimetilo	46%	"
	etilenglicol	31%	"
	glicerina	20,7%	"
	diglicerina	2,3%	"
	d) tereftalato de dimetilo	43%	"
	etilenglicol	29%	"
	glicerina (95%)	4%	"
	diglicerina	24%	"
10.	e) tereftalato de dimetilo	37,5%	"
	etilenglicol	37,5%	"
	sorbita	25,0%	"

Ejemplo 2. Siguiendo el procedimiento del ejemplo 1, se prepara la resina a base de las siguientes materias de partida:

15.	Tereftalato de dimetilo	46%	de equivalente
	Etilenglicol	26%	"
	Glicerina (95%)	28%	"

20. A la mezcla de reacción se añade suficiente cresol para formar una solución con un 44,3% de elementos sólidos. Después de tres meses, este material no muestra ningún signo de precipitación de la resina dejada a la temperatura ambiente. Una parte de esta materia, en un contenido de elementos sólidos de 30

25. por ciento en peso, se mezcla con xilol, al que se agrega después octoato de zinc hasta conseguir un contenido de dicho metal de 0,5%, calculado respecto al contenido total de la resina sólida. La solu-

26 897 92



ción resultante está lista para el uso.

Ejemplo 3: Se obtiene la resina de poliéster a base de las siguientes sustancias:

- | | | | |
|----|-------------------------|-----|----------------|
| 5. | Tereftalato de dimetilo | 46% | de equivalente |
| | Etilenglicol | 17% | " |
| | Glicerina (95%) | 37% | " |

- Estos elementos, con inclusión de xilol y de 0,017 por ciento en peso de acetato de plomo (calculado sobre el peso del tereftalato de dimetilo) se calientan desde la temperatura ambiente hasta una final de unos 240° C durante unas cinco horas. Se adiciona a la resina caliente suficiente cresol para formar una solución con un 40% en peso de elementos sólidos. Después de estar esta solución casi un mes
10. a la temperatura ambiente, no ha mostrado signo alguno de precipitación o de enturbiamiento. Se agrega a dicha solución octoato de zinc hasta un contenido en dicho metal del 0,5% calculado sobre los elementos sólidos de resina. Después se mezcla con xilol
15. hasta conseguir una solución con un 25% de elementos sólidos. La solución se halla lista para ser utilizada en el recubrimiento de objetos.

20. En lugar de las sustancias indicadas en el ejemplo 3, pueden emplearse también las siguientes:
25. tes:

- | | | | |
|----|--------------------------|-----|----------------|
| a) | tereftalato de dimetilo, | 50% | de equivalente |
| | etilenglicol | 15% | " |
| | glicerina (95%) | 35% | " |

20 897922 JUN



	b)	tereftalato de dimetilo	27%	de equivalente	
		etilenglicol	19%		"
		glicerina (95%)	44%		"
5.	c)	tereftalato de dimetilo	37%		"
		etilenglicol	32%		"
		glicerina (95%)	31%		"
	d)	tereftalato de dimetilo	25%		"
		etilenglicol	38%		"
		glicerina (95%)	37%		"
10.	e)	tereftalato de dimetilo	36%		"
		etilenglicol	46%		"
		glicerina (95%)	18%		"
	f)	tereftalato de dimetilo	46%		"
		etilenglicol	39%		"
15.		glicerina (95%)	15%		"

Ejemplo 4. Las substancias que a continuación se reseñan afectan a la fabricación de una serie de resinas formadas por 30% de equivalente de etilenglicol, 23% de equivalente de glicerina y 46% de equivalente ya sea de tereftalato de dimetilo o de mezclas de isoftalato de dimetilo y tereftalato de dimetilo. Las mezclas indicadas se hacen reaccionar según el procedimiento del ejemplo 1, efectuándose una destilación azeotrópica de la humedad y del xilol y realizándose después de dicha destilación la agregación del catalizador litargirio o acetato de plomo $3H_2O$.

25:	a)	isofalato de dimetilo	2,3%	de equivalente	
		tereftalato de dimetilo	43,7%		"
		glicerina (95%)	23%		"



26 89 79

- 5. b) isoftalato de dimetilo 5,8% de equivalente
 tereftalato de dimetilo 40,2% "
 etilenglicol 31% "
 glicerina (95%) 23% "
- c) isoftalato de dimetilo 9,8% "
 tereftalato de dimetilo 36,2% "
 etilenglicol 31% "
 glicerina (95%) 23% "
- 10. d) isoftalato de dimetilo 23% "
 tereftalato de dimetilo 23% "
 etilenglicol 31% "
 glicerina (95%) 25% "
- e) isoftalato de dimetilo 46% "
 etilenglicol 31% "
 15. glicerina (95%) 23% "

Ejemplo 5. Se refiere este ejemplo a la fabricación de una película de resinas de poliéster de acuerdo con la invención. La resina se obtiene calentando una mezcla de:

- 20. tereftalato de dimetilo 46% de equivalente
 etilenglicol 31% "
 glicerina 23% "

hasta una temperatura final de unos 250° C. Se deja después enfriar la resina, convirtiéndose en una masa dura. Una parte de esta masa se calienta con un peso igual de un cresol U.S.P. a 100° C, hasta que se produce una solución homogénea. Una vez fría, partes de esta solución se vierten sobre placas de estaño y és-



23 8979 22

- tas se calientan durante 70 minutos a 150° C y 30 minutos a 250° C. Se producen así una pluralidad de películas endurecidas y translúcidas de resina de poliéster. Estas películas se separan de las
5. placas de estaño mediante una gota de mercurio que se aplica sobre un ángulo de la película para amalgamar la superficie del estaño. La película se separa después de la amalgama. Los ensayos de dilatación aplicados a varias de estas películas
10. con gruesos de 0,041 hasta 0,147 mm. han demostrado resistencias a la tracción del orden de 4,9 hasta 6,3 kg/mm².

- Las resinas de poliéster pueden utilizarse para todos aquellos fines cubiertos por las resinas artificiales. Cabe utilizarlas como
15. revestimientos protectores cuando se aplica la resina, combinada con un disolvente adecuado, sobre la superficie receptora correspondiente, utilizando para ello el pintado o pulverizado, sobre
20. cuya superficie se endurece la resina. Cuando se emplean estas resinas para recubrimientos de protección, muestran una extraordinaria resistencia a las condiciones atmosféricas y no cambian tampoco de color cuando se las somete a muy altas temperaturas. Estas resinas puede utilizarse también en
25. la fabricación de lacas y pinturas, así como encuentran aplicación como materiales comprimibles o moldeables rellenándolas con materias de cargas,

26 8979



tales como pulpa de madera, tierra de diatomeas, carbón, ácido silícico y otros. Estas resinas ofrecen también buenos medios de impregnación así como aglomerantes para materiales de construcción en capas, metálicos y en fibra.

5.

Las resinas de poliéster de la invención pueden mezclarse y endurecerse con adiciones pequeñas de otras resinas, como resinas de melamina-formaldehído, resinas apoxi, tales como, por ejemplo, producto de reacción de epíclorhidrina y bis-fenol-A, resinas de fenol-formaldehído, resinas de anilina-formaldehído, resinas de ureaformaldehído, resinas de silicona, resinas de acetato de celulosa, resinas de poliamida, de vinilo, de etileno, de estírol, de butadieno-estírol y otras.

10.

15.

Serán independientes del objeto de la invención las proporciones de las sustancias empleadas, dispositivos para llevar a la práctica el procedimiento y demás detalles de orden secundario que no afecten a su esencialidad.

20.

NOTA

Se reivindica como objeto de la presente patente de introducción:

1. Procedimiento para la fabricación de re-

26 89 79



- sinas artificiales de poliéster, partiendo de uno o más ácidos policarboxílicos, de uno o más derivados de los mismos o de uno o más alcoholes polivalentes mediante calentamiento, que consiste esencialmente en hacer reaccionar entre sí: 1) una cantidad de 25 a 56% de equivalente de (a) ácido tereftálico o (b) isoftálico o (c) una mezcla de ambos ácidos o (d) de un derivado de los mismos con un radical fijado al o a los grupos carbonilo, cuyo radical puede substituirse fácilmente por el grupo alcoxi de un alcohol; 2) una cantidad de 15 a 46% de equivalente de etilenglicol; y 3) una cantidad de 13 a 44% de equivalente de un alcohol polivalente alifático saturado, con tres grupos hidroxilo como mínimo.
- 5.
- 10.
- 15.

2. Procedimiento para la fabricación de resinas artificiales de poliéster, según la reivindicación anterior, que se caracteriza por el hecho de utilizarse como derivado de los ácidos un éster de dialquilo inferior de los mismos, éster que está constituido, preferentemente, por el éster de dimetilo.
- 20.

3. Procedimiento para la fabricación de resinas artificiales de poliéster, según las reivindicaciones 1 y 2, que se caracteriza por el hecho de emplearse como alcohol polivalente con un mínimo de tres grupos hidroxilo, la glicerina, el 1,1,1-trimetilol-etano, el 1,1,1-trimetilol-propano, la
- 25.

16 8979



pentaeritrita o la sorbita.

5. Procedimiento para la fabricación de resinas artificiales de poliéster, según las reivindicaciones 1 a 3, que se caracteriza por el hecho de utilizarse en la mezcla de reacción el ácido o su derivado en cantidades de un 36 a 50% de equivalente, el etilenglicol en cantidades de 25 a 40% de equivalente y el alcohol polivalente con sus tres grupos hidroxilo como mínimo, en cantidades de 20 a 32% de equivalente.
10. 5. Procedimiento para la fabricación de resinas artificiales de poliéster, según las reivindicaciones 1, 2 y 4, que se caracteriza por el hecho de introducirse en la mezcla de reacción 45% de equivalente de tereftalato de dimetilo como derivado del ácido, 33% de equivalente de etilenglicol y como alcohol polivalente con tres grupos hidroxilo como mínimo, un 22% de equivalente de glicerina.
15. 20. 6. Procedimiento para la fabricación de resinas artificiales de poliéster, según las reivindicaciones 1 a 5, que se caracteriza por el hecho de calentarse lentamente los componentes de la reacción, preferencia durante dos a seis horas, a una temperatura entre 200 y 270° C, pudiendo agregarse igualmente (a) un catalizador alcoholítico y (b) un disolvente para mantener el ácido o el derivado del mismo en disolución, finalizándose la reac-
- 25.

26 8979



ción mediante adición de una disolvente para el producto final, quedando previsto el que el producto de la citada reacción, una vez conseguida la temperatura máxima mencionada, se mantenga en ella por espacio de otras dos o cuatro horas.

5. 7. Procedimiento para la fabricación de resinas artificiales de poliéster.

La presente memoria descriptiva, consta de veinticuatro hojas, foliadas, escritas a máquina por una sola cara.

10. Barcelona, a 22 de junio de 1961.

Angel HERNÁNDEZ LÓPEZ

p. a.