



268980

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

a favor de Don Juan DOMINGO POCIELLO, de nacionalidad española, residente en BARCELONA, Calle Hospital, 106, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE MATERIALES TIXOTRÓPICOS"

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la preparación de materiales tixotrópicos a partir de aceites vegetales, adecuados para ser utilizados en pinturas, barnices y tintas de imprenta. Las propiedades tixotrópicas son de especial valor en esta clase de vehículos puesto que entre otras cosas, impiden la sedimentación y flotación de los pigmentos, confieren estabilidad en el envasado y eliminan el goteo.

Ya es sabido que el poliéster de un aceite vegetal o las resinas alquídicas modificadas con aceite,

268980

22



pueden convertirse en productos tixotrópicos por condensación con ciertas resinas de poliamida; pero este proceso se controla con dificultad y proporciona productos que no siempre están libres de defectos.

5. Por medio de la presente invención es posible convertir los aceites vegetales que no tengan cetoácidos combinados, como el aceite de oiticica, y más especialmente los aceites secantes, los cuales han sido polimerizados o espesados en cierto grado y/o copolimerizados con monómeros polimerizables, etilénicamente insaturados, en productos altamente tixotrópicos por un procedimiento relativamente rápido y simple. Estos productos tixotrópicos pueden ser empleados como tales en pinturas y barnices; o pueden ser utilizados como material de partida para la preparación de otros cuerpos resinosos tales como resinas alquídicas o poliéster con características tixotrópicas.
- 10.
- 15.

20. De acuerdo con la presente invención se presenta un procedimiento para la fabricación de materiales tixotrópicos, según el cual un aceite vegetal que no contenga cetoácidos combinados y que ha sido homopolimerizado parcialmente para dar un producto de una viscosidad no inferior a 5 poises, se calienta con 0,5 a 20% por peso, calculado sobre el peso del aceite parcialmente homopolimerizado de hidrazina o una diamina alifática que tenga un número par de átomos de carbono en la molécula, hasta que se forme un material tixotrópico.
- 25.

La presente invención también proporciona

268980

22 JU



- una modificación del procedimiento antes citado para la producción de materiales tixotrópicos el cuál comprende el calentamiento de un producto de una viscosidad no inferior a 5 poises, obtenido por copolimerización de un aceite vegetal que no contenga cetoácidos combinados, con un monómero polimerizable etilénicamente insaturado, con un 0,5 a 20% por peso, calculado sobre el peso del aceite copolimerizado, de una diamina primaria alifática que tenga un número par de átomos de carbono en la molécula hasta que se forme un material tixotrópico.
- 5.
- 10.

La hidracina, la cual ha sido utilizada en forma de hidrato, tiene un efecto más marcado que las diaminas primarias alifáticas, en conferir propiedades de tixotropía al producto, pero la etilendiamina mencionada más adelante es un agente de aminación igualmente deseable.

15.

Las diaminas primarias alifáticas que contienen un número par de átomos de carbono en la molécula son etilen-diamina y hexameten-diamina; ejemplos de tales aminas las cuales pueden ser utilizadas son 1:4-diaminobutano y decameten-diamina.

20.

Pueden emplearse aceites vegetales parcialmente polimerizados dentro de un margen de viscosidad muy amplio que comprende desde un aceite para barniz ligeramente espesado hasta un standoil de aceite de linaza de 500 poises de viscosidad y aun mayor.

25.

Ejemplos de aceites vegetales parcialmente polimerizados que pueden utilizarse son los aceites para



barnices, standoil de aceite de linaza, aceite de ricino deshidratado y polimerizado, aceite de semillas de tabaco espesado, aceite de soja y aceite de madera de China. El aceite de oiticica espesado y otros aceites que

5. contienen cetoácidos combinados no dan resultados satisfactorios y su uso queda al margen de esta invención.

Ejemplos de copolímeros que pueden utilizarse son aquéllos que, teniendo una viscosidad no inferior a 5 poises, han sido obtenidos por copolimerización de un

10. aceite el cual primero ha sido homopolimerizados, tal como aceite de ricino deshidratado, aceite de linaza y aceite de coco, con una mezcla de dos o más de los compuestos vinílicos siguientes: estireno, dmetil-estireno, ciclopentadieno, viniltolueno, de metilo y acrilonitrilo.

15. La presente invención también comprende un proceso para la fabricación de resinas alquídicas modificadas según el cual una resina alquídica se mezcla con un material tixotrópico de acuerdo con la presente invención.

La mayoría de las resinas alquídicas pueden

20. volverse tixotrópicas por mezcla en caliente con una porción de material tixotrópico preparado de acuerdo con nuestra invención. La tixotropia disminuye progresivamente a medida que el aceite aminado se cuece con la resina alquídica, mientras que la compatibilidad del

25. producto acabado con esencias minerales mejora al aumentar el tiempo de cocción. Casi todas las resinas alquídicas pueden hacerse tixotrópicas combinando en forma adecuada temperatura de cocción, el tiempo de cocción



- y el índice de acidez. Si una resina alquídica se combina con una amina intermediaria por medio de calentamiento, las propiedades tixotrópicas aumentan pasando por un máximo y decreciendo luego gradualmente hasta casi un valor cero, mientras que simultáneamente la tolerancia del producto para las esencias minerales mejora. De aquí que un producto debe escogerse a base de una solución de compromiso entre la tixotropía y la tolerancia con respecto al white sprit. Con el fin de lograr un
5. óptimo compromiso entre el índice de acidez de la resina alquídica utilizada, la temperatura y el tiempo de cocción, cada uno de los cuales influye a su manera, se ha de encontrar una relación entre estas tres variables para cada tipo de resina utilizada. Si la tolerancia a
10. las esencias minerales no es importante, el objetivo consistirá en modificar la resina alquídica para que proporcione el máximo de tixotropía.
- 15.

- La invención es ilustrada a continuación por los siguientes ejemplos en cada uno de los cuales un
20. producto tixotrópico es obtenido a base de un cierto tiempo de cocción contado a partir del momento en el que el producto llega los 200°C. No obstante, en cada ejemplo el periodo de cocción se prolonga, y como en el ejemplo 2, se sacan muestras a intervalos frecuentes para
25. determinar la tixotropía. En cada ejemplo se obtiene un producto satisfactorio pero, si se desea, pueden emplearse temperaturas más elevadas o más bajas.



EJEMPLO 1.

- En un frasco provisto de agitador y condensador se cargan, bajo corriente de gas inerte (nitrógeno, o nitrógeno conteniendo una pequeña cantidad de anhídrido carbónico), 600 g. de standoil de aceite de linaza de 130 poises y 14 g. de una solución acuosa de etilendiamina al 85,4%. La carga se calienta con agitación a 200° C en un periodo de 35 minutos, manteniéndola después a esta temperatura. El condensador se ajusta de tal manera que permite el escape del vapor de agua y a intervalos se hacen las determinaciones del índice de acidez y del número de amina, Después de aproximadamente 35 minutos a 200° C el producto se vuelve y tiene un índice de acidez de 11,1 y un número de amina de 0,6. El producto, se vacía por presión. Una solución de este producto en esencias minerales es altamente tixotrópico.

- Los índices de acidez son determinados por el ya conocido método corriente, pero la determinación del número de amina requiere una técnica especial y para ello y en este caso se ha ideado el siguiente procedimiento.

El reactivo necesario se prepara de la siguiente manera:

- |     |   |        |
|-----|---|--------|
|     | Solución de ácido clorhídrico (p.e. 1,16) | 10 cc. |
| 25. | Anhídrido acético (puro)                  | 50 cc. |

Con esta mezcla se prepara un litro de reactivo a base de complementar dicho volumen añadiendo la siguiente mezcla disolvente:

22 JUN



203380

- 70 partes en volumen de ácido acético glacial
- 10 " " " de xileno
- 10 " " " de isopropanol
- 10 " " " de etilen-glicol

5. Este reactivo se normaliza por valoración con una solución deci-normal de acetato de sodio en ácido acético glacial (preparada neutralizando carbonato sódico puro con ácido acético puro). El indicador, Tropeolina 00 (en solución saturada en ácido acético glacial) presenta un color rojo vivo en el punto final de la valoración.

PROCEDIMIENTO:

15. Se pesa de 1 a 2 gramos de resina y se disuelven en 30 cc, de un disolvente que consiste en 3 partes en volumen de ácido acético glacial y 1 parte en volumen de xileno, añadiendo unas gotas de indicador (anaranjado de metilo-xileno-cianol FF) después de enfriar. La valoración se lleva a cabo con el reactivo normalizado antes citado hasta conseguir el viraje a rojo. El resultado se expresa en equivalente a miligramos de hidróxido potásico por gramo de resina y el resultado expresa como "número de amina".

EJEMPLO II.

25. 600 g. de aceite para esmalte al 15% (preparado por calentamiento conjunto de 15 partes de aceite de madera y 85 de aceite de linaza hasta obtener un producto de 400 poises de viscosidad) y 14 g. de una solución acuosa de etilen-diamina al 85,4% se cargan y calientan



263980

22 JU

5. bajo gas inerte y agitación hasta 200°C en 75 minutos aproximadamente. El calentamiento a 200°C se continua y a frecuentes intervalos se sacan muestras en las que se determina el índice de acidez, el número de amina y la tixotropía, el producto es claro, el índice de acidez es de 5,35, el número de amina es de 0,66 y la solución en esencias minerales es altamente tixotrópica.

EJEMPLO III.

10. En un frasco provisto de agitador y condensador se carga bajo corriente de gas inerte (nitrógeno o nitrógeno conteniendo una pequeña cantidad de anhídrido carbónico) 600 g. de standoil de aceite de linaza de 40 poises y 17 g. de una solución acuosa de hexametilendiamina al 72%. La carga se cuece a 200°C durante 5 1/2  
15. horas aproximadamente, después de las cuales, el producto tiene un número de amina de 0,22 y proporciona soluciones en disolventes minerales altamente tixotrópicas.

EJEMPLO IV.

20. Un material tixotrópico se prepara a partir de 2000 g. de standoil de 40 poises y 93,5 g. de una solución acuosa de etilenglicol-diamina al 85,4% por calentamiento a 180°C hasta que el número de amina haya descendido a 0,56, 1220 g. de una resina alquídica bajo corriente de gas nitrógeno, se calientan con agitación  
25. a 240°C y se añaden 122 g. del material tixotrópico anteriormente preparado manteniendo la agitación. La temperatura se mantiene hasta que la carga quede clara (aproximadamente 35 minutos). El producto se disuelve en esen-



263980

5. cias minerales dando una solución al 70%. Esta solución es altamente tixotrópica aun a concentraciones relativamente bajas y además es capaz de admitir esencias minerales a dilución infinita, cualidad no usual en las resinas alquídicas tixotrópicas fabricadas por otros procesos. Esta resina alquídica es adecuada para la preparación de barnices y pinturas tixotrópicas.

EJEMPLO V.

10. Se repite el ejemplo 1 sustituyendo el standoil -de aceite de linaza de 130 poises por la misma cantidad de standoil de aceite de linaza de 600 poises. Se obtiene un material fuertemente tixotrópico y claro.

EJEMPLO VI.

15. Se repite el ejemplo 1 pero reemplazando el standoil de aceite de linaza de 5 poises. Se obtiene un material tixotrópico debilmente turbio.

EJEMPLO VII.

20. Se repite el ejemplo 1 reemplazando el standoil de aceite de linaza de 130 poises por la misma cantidad de aceite de ricino deshidratado y homopolimerizado de 40 poises. Se obtiene un material fuertemente tixotrópico, claro.

EJEMPLO VIII.

25. Se repite el ejemplo II reemplazando el aceite para esmalte al 15% por la misma cantidad de un aceite para esmalte al 25% (preparado por calentamiento conjunto de 25 partes de aceite de madera y 75 partes de aceite de linaza hasta obtener una viscosidad de 40 poises).

22 JUN.

268980



Se obtiene un producto fuertemente tixotrópico y claro.

E J E M P L O IX.

5. Se repite el ejemplo V pero empleando solamente 3,5 g. de solución acuosa de etilen-diamina al 85,4%. Se obtiene un producto claro ligeramente tixotrópico.

E J E M P L O X.

10. Se repite el ejemplo I pero empleando 70 g. de solución acuosa de etilen-diamina al 85,4%. Se obtiene un material sólido, ligeramente turbio, ceroso, el cual proporciona soluciones tixotrópicas cuando se disuelve en varios disolventes en concentración del 20%.

E J E M P L O XI.

15. Se repite el ejemplo I empleando 105 g. de solución acuosa de etilen-diamina al 85,4% pero calentando a 200°C durante 6 horas. El número de amina es de 65. El producto obtenido es similar al del ejemplo X.

20. E J E M P L O XII:

25. En un recipiente adecuado provisto de agitador y condensador de reflujo, se carga 1000 partes de aceite de ricino deshidratado de 1,5 poises de viscosidad y 0,65 partes de lauril-mercaptan y se calienta con agitación a 200°C. Una mezcla de 300 partes de estireno monómero, 2,6 partes de diperóxido de dibutilo terciario y 0,65 partes de lauril-mercaptan se añade en forma de gotas a la anterior carga en agitación mientras



- se mantiene la temperatura a 200<sup>o</sup> C. Este proceso se continúa hasta que la viscosidad del producto alcanza  $Z_3Z_3-Z_4$  (escala Gardner-Holdt) equivalente a unas 55 poises y cuando una determinación del contenido en sustancias no volátiles del producto demuestra que casi todo el estireno se ha combinado. 500 partes del anterior producto se mezclan con 12, 2 partes de solución acuosa de etilen-diamina mm (82%) bajo una capa de gas nitrógeno en un recipiente adecuado provisto de agitador y paso de gas. La temperatura se eleva con agitación hasta 200<sup>o</sup>C y se mantiene así durante 2 1/2 horas. Después de este tiempo, el producto tiene un número de amina de 0,61 y un índice de acidez de 5,45, es ligeramente turbio y proporciona una solución altamente tixotrópica cuando se disuelve en esencias minerales.
- 5.
- 10.
- 15.

E J E M P L O XIII.

- 600 partes de un aceite secante copolimerizado con ciclo-pentadieno y con una viscosidad de 150 poises, se mezclan con 14 partes de una solución de gas nitrógeno en un recipiente adecuado y provisto de agitador y paso de gas inerte. La temperatura se eleva y mantiene a 200<sup>o</sup>C unas 2 1/2 horas en cuyo momento el producto tiene un número de amina de 1,01 y un índice de acidez de 2,3 proporcionando una solución clara y altamente tixotrópica en esencias minerales.
- 20.
- 25.

E J E M P L O XIV.

200 partes de un aceite de linaza copolimerizado con estireno con una viscosidad de 32 poises y un



- contenido en estireno del 21% sobre el total se mezclan con 4 partes de hexametildiamina en un recipiente adecuado, provisto de agitador, condensador de reflujo y entrada de gas inerte. La carga se calienta a 200°C
5. con agitación bajo corriente de gas nitrógeno y se mantiene a esa temperatura durante 2 1/2-5 horas después de las cuales el producto tiene un número de amina de 1,6 y un índice de acidez de 3,5. Cuando se disuelve en esencias minerales proporciona una solución altamente tixotrópica y ligeramente turbia .
- 10.

E J E M P L O XV.

- Se mezcla 500 partes de un aceite secante copolimerizado con ciclopentadieno y con una viscosidad de 150 poises con 40 partes de hexametilendiamina bajo corriente de gas inerte en un recipiente adecuado provisto de agitador y condensador de reflujo. La temperatura se eleva y mantiene a 200°C durante aproximadamente 1 hora y cuando el producto tiene un número de amina de 0,95 y un índice de acidez de 2,75, y forma
15. soluciones altamente tixotrópicas y claras con esencias minerales.
- 20.

E J E M P L O XVI.

- En un recipiente adecuado provisto de agitador y condensador de reflujo se carga 1000 partes de aceite de ricino deshidratado de 1,5 poises de viscosidad y se calientan a 160°C. Una mezcla de 500 partes de metacrilato de metilo monómero y 3 partes de peróxido de butilo terciario, se añade en forma de gotas
- 25.



266980

22 JUN

- a la carga anterior durante un periodo de 32 horas y manteniendo la temperatura a 160°C. Finalmente se aplica el vacio y la temperatura de subida a 200°C con el fin de eliminar las trazas del monómero metacrilato de metilo.
5. El producto, que es un aceite viscoso con una viscosidad de 13 poises se vacía por presión. 250 partes de este producto se mezclan con 6,3 partes de una solución acuosa de etilen-diamina al 80% bajo corriente de gas inerte en un recipiente adecuado provisto de agitador y condensador de reflujo. La temperatura se eleva y mantiene a 200°C durante 4-4 1/2 horas y cuando el producto tiene un número de amina de 0,99 y un índice de acidez de 5,4 formando soluciones tixotrópicas, ligeramente turbias en esencias minerales.
- 10.

15. E J E M P L O XVII.

- En un recipiente adecuado provisto de agitador y condensador de reflujo, se cargan 1000 partes de aceite de linaza para barnices y se sube la temperatura a 200°C. Una mezcla de 300 partes de acrilonitrilo y 13 partes de diperoxido de dibutilo terciario se introduce lentamente en el recipiente, haciéndose continuamente y en forma de gotas por espacio de unas 35 horas. El producto, que tiene una viscosidad de 10 poises se vacía por presión. 250 partes de este producto
- 20.
25. se mezclan con 5 partes de una solución acuosa de etilen-diamina al 80 % bajo corriente de gas nitrógeno en un recipiente adecuado provisto de agitador y condensador de reflujo. Se sube la temperatura y mantiene

268980



a 200°C durante 4 1/2-5 horas, cuando el producto tiene un número de amina de 9,5 y un índice de acidez de 0,82 y forma una solución tixotrópica y algo nebulosa en esencias minerales.

5. EJEMPLO XVIII.

En un recipiente adecuado provisto con condensador de reflujo se cargan 200 partes de un copolímero de aceite de ricino deshidratado y estireno preparado según se ha descrito en el ejemplo 12 junto con 9,75

10. partes de una solución acuosa de etilen-diamina al 82% y se sube y mantiene la temperatura a 200°C. Después de cerca de 1 1/2 horas el producto tiene un número de amina de 1,15 partes y forma una solución altamente tixotrópica clara en esencias minerales. Se mez-

15. cla 100 partes de una solución en esencias minerales de una resina alquídica de aceite de soja semigrasa (medium oil) conteniendo un 40% de material no volátil con 8 partes del material tixotrópico anterior y la mezcla se calienta con agitación hasta total homogeneización, Por

20. enfriamiento, la solución clara presenta un marcado grado de tixotropía, pero comportándose por otra parte como una solución normal de resina alquídica.

EJEMPLO XIX.

Se calienta 100 partes de una resina alquídica

25. 100% de sólidos grasa (long oil) a base de aceite de linaza y pentaeritrita a 240°C en un recipiente adecuado, con agitación y con atmósfera de gas nitrógeno. Se la añaden 10 partes del producto tixotrópico preparado como

268980



se describe en el ejemplo -15- y la mezcla es calentada y mantenida a 240°C cerca de 40 minutos hasta que el producto se vuelve claro. Este producto cuando se disuelve en esencias minerales proporciona soluciones claras, altamente tixotrópicas las cuales por otra parte se comportan de manera similar a una solución normal de resina alquídica.

5.

EJEMPLO XX.

10.

En un recipiente adecuado provisto de un condensador de reflujo se cargan con agitación y bajo corriente de gas nitrógeno, 500 g. de standoil de aceite de linaza de 40 poises y 12,5 g. de una solución acuosa de 1:4-diamino-butano al 88%. La temperatura se eleva y mantiene a 200°C durante 5-6 horas después de lo cual el índice de acidez es de 6,8 y el número de amina de cerca 0,7. El producto es un material nebuloso, altamente tixotrópico.

15.

EJEMPLO XXI.

20.

Se repite el proceso del ejemplo XX pero empleando 250 g. de standoil de aceite de linaza de 40 poises y 5 g. de decameten-diamina- anhidra. La mezcla se cuece hasta que índice de acidez es de 5,95 y el número de amina de 0,91. El producto es un material fuertemente tixotrópico.

25.

EJEMPLO XXII.

Se repite el procedimiento del ejemplo XX pero utilizando 16 g. de hidrato de hidrazina. La mezcla se cuece hasta que el índice de acidez es de 7,4 y el

22 JUN



y el número de amina de 4,4. El producto es un material fuertemente tixotrópico.

E J E M P L O XXIII.

5. Se repite el procedimiento del ejemplo XX pero utilizando 10 g. de hidrazina anhidra. La mezcla se cuece hasta que el índice de acidez es de 7,4 y el número de amina de 4,25. El producto es un material fuertemente tixotrópico.

E J E M P L O XXIV.

10. En un recipiente adecuado provisto de condensador se carga, con agitación y corriente de gas nitrógeno, 500 g. de aceite de semillas de tabaco de 50 poises y 12,2 g. de una solución acuosa de etilen-diamina al 82%. La temperatura se sube y mantiene a 200°C durante 4 1/2-5 1/2 horas y cuando el índice de acidez alcanza 13 y el número de amina 1,13. El producto es un material tixotrópico, claro.

E J E M P L O XXV.

20. El procedimiento del ejemplo -24- se repite empleando 500 g. de standoil de aceite de soja de 30 poises y 10 g. de hexameten-diamina. La mezcla se cuece hasta que el índice de acidez llega a 7,5 y el número de amina a 1,07. El producto es un material tixotrópico ligeramente turbio.

25. E J E M P L O XXVI.

El procedimiento del ejemplo XXIV es repetido empleando 300 g, de standoil de aceite de madera y 30 g. de una solución acuosa de etilen-diamina al 80%. La mez-



cla se cuece hasta que el índice de acidez llega 3,8 y el número de amina a 9,6. El producto de una solución turbia tixotrópica con una mezcla disolvente de esencia mineral/xilol (1:1).

5. EJEMPLO XXVII.

En un recipiente adecuado se carga simultáneamente 250 g. de un standoil de aceite de linaza de 40 poises, 250 g. de un copolímero aceite(ciclopentadieno y 23,5 g. de una solución acuosa de etilendiamina al 85%. La mezcla se calienta 200°C durante 4-5 horas después de las cuales el número de amina es de 8. Este producto proporciona soluciones tixotrópicas en mezclas de esencia mineral/xilol, (1:1).

EJEMPLO XXVIII,

15. En un frasco provisto de un condensador de reflujo y agitador, se cargan 100 g. de aceite de coco y 400 g. de tolueno. Esta mezcla se calienta y a la ebullición se añaden 100 g. de vinil-tolueno y 7,5 g. de hidroperóxido de butilo terciario manteniendo luego la ebullición a reflujo durante una hora. Se añaden otros 100 g. de viniltolueno junto con 20 g. de toluol y a continuación se hirve la mezcla a reflujo durante otra hora. Finalmente se añaden otros 100 g. de vinil-tolueno y la mezcla se mantiene en ebullición a reflujo hasta que todo el vinil-tolueno se ha combinado con el aceite. El producto, que es una solución incolora, tiene una viscosidad de V -W (escala Gardner-Holdt) equivalente a 10 poises y conteniendo 56% de material no volátil. Es-



- ta solución se somete a destilación bajo presión reducida hasta eliminación total del disolvente. El residuo de aceite copolimerizado (160 g.) se hace reaccionar con 3,8 g. de solución acuosa de etilen-diamina al 85% como en los ejemplos precedentes dando un producto con un número de amina de 2,6. Este producto proporciona una solución ligeramente turbia y débilmente tixotrópica en tolueno.

E J E M P L O XXIX.

10. 300 g. de standoil de aceite de linaza de 5 poises son copolimerizados con estireno monómero, por ebullición a reflujo y agitación, con 700 g. de estireno monómero, 14 g. de peróxido de butilo terciario y 300 g. de esencia mineral. Después de aproximadamente 15. 8 horas de calentamiento, la mayor parte del estireno se ha combinado con el aceite. El disolvente, junto con trazas del estireno monómero que no ha reaccionado, es eliminado por destilación a presión reducida. El producto sólido tiene una viscosidad de U-V (escala de Gardner-Holdt), un color de 3-4 y un índice de acidez de 1,25 cuando está en solución al 60% en xilol. 20. 600 g. de este copolímero sólido se hacen reaccionar con 14 g. de solución acuosa de etilend-diamina al 85% como en los ejemplos precedentes para dar un número de 25. amina de 5. El producto proporciona una solución algo turbia y fuertemente tixotrópica en xilol.

E J E M P L O XXX.

Se prepara un tri-polímero a base de aceite de

22 J



203980

- ricino deshidratado/estireno/metacrilato de metilo de la siguiente forma: 900 g. de aceite de ricino deshidratado de 1,5 poises de viscosidad se disuelven en 300 de esencia mineral y se calientan a 155°C. A esta temperatura se añade en forma de gotas una mezcla
5. de 7,5 g. de peróxido de dibutilo terciario y 375 g. de estireno monómero, manteniendo la temperatura de 155°C y se añade en forma de gotas, una mezcla de 225 g. de metacrilato de metilo monómero y 6,75 g. de peróxido de dibutilo terciario. La temperatura se mantiene a 140°C hasta que la reacción de copolimerización es muy lenta. El disolvente y el monómero no saturado son eliminados por destilación a presión reducida dando una resina sólida de color pálido.
10. 600 g. de este material se han reaccionar como en los ejemplos precedentes, con 14 g. de una solución acuosa de etilendiamina a l 85% para dar un producto que tiene un número de amina de 0,9. Este producto proporciona una solución tixotrópica ligeramente turbia en xilol.
- 15.

Serán independientes del objeto de la invención los detalles auxiliares del procedimiento descrito por quedar todo ello comprendido en la esencialidad de las siguientes reivindicaciones.

22 JUN



263980

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de introducción:

5. 1. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, el cual comprende el calentamiento de un aceite vegetal, distinto de los que contienen cetoácidos combinados, que ha sido parcialmente homopolimerizado para dar un producto de viscosidad no inferior a 5 poises, con 0,5 a 20% por peso, calculado sobre el peso del aceite homopolimerizado de hidrazina o una diamina primaria alifática que tiene un número par de átomos de carbono en la molécula que se forma un material tixotrópico.
10. 2. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, según la reivindicación 1, según el cual el aceite parcialmente polimerizado reacciona con hidrazina en forma de hidrato de hidrazina.
15. 3. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, según la reivindicación 1, según el cual el aceite parcialmente polimerizado reacciona con etilen-diamina o hexameten-diamina.
20. 4. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, según la reivindicación 1, el cual comprende el calentamiento de un producto de viscosidad no inferior a 5 poises obtenido por copolimerización de un aceite vegetal distinto de los que tienen cetoáci-
- 25.

268080



- dos combinados, con uno o más compuestos monoméricos polimerizables etilenicamente no saturados, con 0,5 a 20% por peso, calculado sobre el peso del aceite copolimerizado de una diamina primaria alifática que tiene un número par de átomos de carbono en la molécula,
5. hasta que se obtiene un material tixotrópico.
5. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, según la reivindicación 4, según el cual el aceite copolimerizado reacciona con etilendiamina o hexametilendiamina.
10. 6. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, según la reivindicación 1, según el cual la diamina primaria alifática es 1:4-diaminobutano o decametildiamina.
15. 7. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, según la reivindicación 1, según el cual el aceite vegetal es un aceite secante.
8. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, según la reivindicación 1, según el cual el aceite vegetal es un aceite para barnices, standoil de aceite de linaza, aceite de ricino deshidratado polimerizado, aceite de semillas de tabaco espesado, aceite de soja, o aceite de madera.
20. 9. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos, según las reivindicaciones 1, 4 y 6, según el cual el aceite vegetal es aceite de coco.
25. 10. Procedimiento para la obtención de materia-

2688828 JUN



les tixotrópicos, según las reivindicaciones 1, 4 y 9, según el cual el aceite copolimerizador es un copolímero de un aceite secante, aceite para barnices standoil de aceite de linaza, aceite de ricino deshidratado y polimerizado, aceite de semillas de tabaco espesado, aceite de soja, aceite de madera con uno o más de estireno, metil-estireno, ciclopentadieno, viniltolueno, metacrilato de metilo y acrilonitrilo.

10. 11. Procedimiento para la obtención de materiales tixotrópicos.

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

Barcelona, a 22 de junio de 1961

Juan DOMINGO POCIELLO

p.a.