

20 JUN 1967



340783

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de BP CHEMICALS (U.K.) LIMITED,

entidad / ~~de nacionalidad~~ británica,

con domicilio en Devonshire House, Mayfair Place, Piccadilly,
Londres, Inglaterra,

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COPOLIMEROS DE ADI-
CION" (Clase Internacional C08g).



La presente invención se refiere a perfeccionamientos en o en relación con un procedimiento para preparar copolímeros de adición, para su uso en composiciones para revestimiento de superficies, y a composiciones para revestimiento de superficies que contienen estos copolímeros.

El procedimiento para preparar copolímeros de adición según la presente invención comprende hacer reaccionar un éster glicidílico de un ácido carboxílico alifático que tiene una longitud de cadena de 4 a 27 átomos de carbono, con un ácido carboxílico alifático mono-etilénicamente insaturado, en presencia de un inhibidor de polimerización, bajo condiciones que formen el éster hidroxílico, y polimerizar por adición el éster hidroxílico con un ácido carboxílico mono-etilénicamente insaturado, y uno o más monómeros etilénicamente insaturados, exentos de grupos ácido carboxílico o anhídrido, dando un copolímero que tiene un índice de ácido menor que 80 mg de hidróxido potásico por gramo.

Para mayor conveniencia, el componente ácido del que se puede formar el éster glicidílico es un ácido monocarboxílico alifático saturado, de cadena ramificada. La ramificación está preferiblemente en el átomo de carbono adyacente al grupo carboxilo, y se prefiere que éste sea un átomo de carbono terciario. Se puede usar una mezcla de tales ácidos que contienen átomos de carbono terciarios, que pueden contener ácidos con aproximadamente 10% de átomos de carbono secundarios. La longitud de cadena preferida está comprendida entre 9 y 11 átomos de carbono. Un ejemplo de un éster glicidílico de este tipo es el vendido por Shell Chemical Company, división de Shell Oil Company, con



un disolvente orgánico presente, tal como xileno; sin embargo, la reacción se puede efectuar en masa, es decir, en ausencia de disolventes.

5 La temperatura a que se puede efectuar la reacción se debe mantener por debajo de la requerida para provocar la esterificación sustancial de los grupos hidroxilo formados, cuando se abre el anillo epoxídico. Cuando hay un exceso de ácido presente, esta temperatura es particularmente crítica, y usualmente es indeseable sobrepasar -
10 los 175°C.

La reacción se efectúa de forma adecuada a temperaturas de aproximadamente 150°C. Preferiblemente, se usa el ácido suficiente para dejar sin reaccionar un pequeño exceso, después de haberse esterificado el éster glicídico.
15 lico. Para mayor conveniencia, las condiciones se ajustan para dar un éster que tenga un índice de ácido igual a - 15 mg de hidróxido potásico por gramo, o menos.

Para mayor conveniencia, la proporción entre el éster glicídico y el ácido carboxílico mono-etilénicamente insaturado, presente en la reacción para formar el éster
20 hidroxílico, es tal que la relación entre grupos epoxídicos y grupos carboxilo esté comprendida entre 1:1 y 1:1,3, preferiblemente entre 1:1,05 y 1:1,1.

Los monómeros etilénicamente insaturados, exentos de grupos ácido carboxílico o anhídrido, pueden ser -
25 compuestos aromáticos o alifáticos, tal como ésteres alifáticos de un ácido carboxílico mono-etilénicamente insaturados o un compuesto vinyl-aromático. Algunos ejemplos concretos son ésteres acrílicos tales como acrilato de butilo
30 o de 2-etilhexilo, o compuestos aromáticos tales como esti



reno o viniltolueno. Estos monómeros etilénicamente insaturados, junto con los ácidos carboxílicos mono-etilénicamente insaturados y el monómero ácido carboxílico esterificado, forman el esqueleto de la cadena del polímero.

5 El ácido carboxílico monoetilénicamente insaturado puede ser cualquiera de los ácidos carboxílicos mono-etilénicamente insaturados usados para formar el éster hidroxílico.

10 La polimerización por adición se puede efectuar usando métodos conocidos, donde está presente un catalizador de polimerización y la reacción tiene lugar a temperaturas elevadas, por ejemplo comprendidas entre 50 y 150°C.

15 Preferiblemente, el catalizador de polimerización debe estar presente en la mezcla de reacción en concentración de 0,1 a 5,0% en peso, basado en los monómeros reaccionantes. Son catalizadores adecuados los catalizadores de radicales libres, por ejemplo compuestos peroxídicos tales como hidroperóxido de terc-butilo o peróxido de di-terc-butilo, hidroperóxido de cumeno, y compuestos azoicos
20 tales como azo-bis-isobutironitrilo. También puede haber presentes en la mezcla de reacción agentes de transferencia de cadena, por ejemplo dímeros de alfa-metilestireno o tercdodecilmercaptano, para regular el peso molecular.

25 La mezcla de reacción, para mayor conveniencia, es tratada a reflujo hasta que se completa la polimerización. Esto puede ser determinado por una determinación de sólidos totales.

30 La polimerización se puede efectuar en presencia de amplia variedad de diluyentes orgánicos. El diluyente es, preferiblemente, disolvente de tanto los reaccionantes

17.6.67



como el producto, y se pueden emplear disolventes tales -
como, por ejemplo, un alcohol alifático, por ejemplo buta-
nol, o un hidrocarburo aromático, por ejemplo xileno o to-
lueno. Los monómeros reaccionantes se pueden añadir al di-
solvente durante la etapa de polimerización, para controlar
la temperatura de reacción y el peso molecular.

La cantidad de ácido carboxílico mono-etilénica-
mente insaturado usada para formar el copolímero es, prefe-
riblemente, la suficiente para dar un copolímero que tenga
un índice de ácido comprendido entre 8,0 y 80,0 mg de hi-
dróxido potásico por gramo. Si se desea, el ácido puede -
ser el exceso que quedó de la etapa de esterificación. Como
alternativa, se puede añadir más ácido en la etapa de poli-
merización. El ácido usado para la etapa de esterificación
no necesita ser el mismo usado en la etapa de polimeriza-
ción. Las proporciones de monómeros se deben elegir de for-
ma que den al polímero las propiedades físicas deseadas.
Se hacen copolímeros particularmente preferidos usando de
15,0 a 70,0% en peso de éster hidroxílico, en relación al
peso total de los reaccionantes inicialmente presentes, y
preferiblemente de 20 a 50%, de 1,0 a 10,0% en peso de -
ácido carboxílico mono-etilénicamente insaturado, y de -
20,0 a 84,0% de monómeros etilénicamente insaturados exen-
tos de grupos ácido carboxílico o anhídrido.

Cuando se requieren copolímeros adecuados para
su uso en composiciones que se puedan diluir en agua, el
tanto por ciento en peso de ácido carboxílico mono-etiléni-
camente insaturado, o anhídrido, en relación al peso total
de los reaccionantes inicialmente presentes, está compren-
dido, para mayor conveniencia, entre 4 y 10%, y preferible



mente entre 6 y 10%. La polimerización se efectúa de la -
 forma más conveniente en presencia de un disolvente solu-
 ble en agua o miscible con el agua, por ejemplo un alcohol
 alifático tal como butanol o isopropanol. Los copolímeros
 5 se convierten en composiciones que se pueden diluir con -
 agua, por disolución del copolímero, en presencia de una -
 base, en agua o en agua que contiene un disolvente miscible
 con el agua, para formar una solución o emulsión, pudiendo
 ser diluída con agua, sin precipitación, la solución o emul-
 10 sión así formada. La base puede ser una base inorgánica -
 tal como un hidróxido de metal alcalino, pero más convenien-
 temente es una base volátil tal como amoniaco, o una amina
 orgánica, por ejemplo una monoamina primaria, secundaria o
 terciaria, alifática o aromática, tal como trietilamina o
 15 dicetilamina.

Estas composiciones o soluciones que se pueden
 diluir con agua, de copolímero en disolventes orgánicos,
 son adecuadas para su uso directo como composiciones para
 revestimiento de superficies. Sin embargo, si se desea el
 20 copolímero, puede ser obtenido por separación del disolven-
 te, dando un producto cuyas propiedades físicas pueden va-
 riar entre las de un líquido viscoso y un sólido duro, de-
 pendiendo de los monómeros y condiciones usadas.

Otro aspecto de la presente invención es una -
 25 composición para revestimiento de superficies que compren-
 de un copolímero, cuando ha sido preparado por el procedi-
 miento de la presente invención, y un aminoplasto.

Para mayor convenciencia, la proporción de copo-
 límero, en peso, en relación al peso total de copolímero -
 30 más aminoplasto de la composición, está comprendida entre

17.6.67



60 y 85% en peso. La proporción de aminoplasto, en peso, en relación al peso total de copolímero más aminoplasto, está comprendida entre 40 y 15% en peso.

5 La composición contiene preferiblemente un disolvente orgánico, por ejemplo un alcohol alifático tal como butanol, o un hidrocarburo aromático tal como xileno.

10 Son ejemplos de aminoplastos adecuados las resinas de melamina-formaldehído, urea-formaldehído o benzoguanamida-formaldehído, eterificadas en mayor o menor grado con alcoholes monovalentes, por ejemplos metanol, butanol o isobutanol. Una resina particularmente adecuada es una resina de melamina-formaldehído eterificada con butanol, cuando se disuelve el copolímero en un disolvente orgánico. Cuando la composición de copolímero se puede diluir con -
15 agua, la resina amínica preferida es una eterificada con metanol.

20 Las composiciones de copolímero/aminoplasto según la invención, cuando son aplicadas como revestimiento de superficies, y después son tratadas en un horno o cocidas, dan películas que tienen buena resistencia química, brillo y conservación del color.

25 El presente procedimiento, cuando se aplica a producciones a gran escala, da copolímeros y composiciones de copolímeros que tienen características físicas muy reproducibles, por ejemplo viscosidad y contenido de sólidos. Además, se forma muy poco material indeseable por reacciones secundarias. En contraste, en los procedimientos en que todos los reaccionantes están presentes juntos inicialmente, y las reacciones de esterificación y copolimerización se
30 efectúan simultáneamente, o primero se efectúa la polimeri-



zación y luego se efectúa la esterificación con el éster glicídico, se forma material indeseable que puede tener un peso molecular lo suficientemente alto para ser insoluble en los disolventes en que se desea formar las soluciones de copolímero. Además, cuando el procedimiento se aplica a producciones a gran escala no se obtienen características físicas muy reproducibles.

Los siguientes ejemplos ilustran el procedimiento y productos de la presente invención.

10

Ejemplo 1

Una mezcla de 1224,0 g de "Cardura E", 372,0 g de ácido acrílico, 1068,0 g de xileno y 0,372 g de hidroquinona fué calentada, con agitación, hasta aproximadamente 150°C, mantenida a esta temperatura durante 1 hora, y luego enfriada. Una solución del éster hidroxílico así formado, en xileno, al 60%, contenía aproximadamente 1% de exceso de ácido acrílico sin reaccionar. La solución tenía un índice de ácido igual a 8,7 mg de hidróxido potásico por gramo, y una viscosidad igual a 5 cs a 25°C.

20

468,0 g de la solución de éster hidroxílico, 16 g de ácido acrílico, 70 g de acrilato de butilo, 50 g de acrilato de 2-etilhexilo, 74 g de butanol, y 1,0 g de peróxido de di-terc-butilo, fueron calentados a reflujo y polimerizados a reflujo durante 3 horas. La solución de copolímero resultante fué enfriada y filtrada. Esta solución tenía un contenido de sólidos igual a 61,7%, y una viscosidad igual a 10,1 stokes a 25°C, y un índice de ácido igual a 39,8 mg de hidróxido potásico por gramo. Tenía aspecto homogéneo.

17.6.67

340783



La solución de copolímero fué mezclada, para formar una composición para revestimiento de superficies, con una resina de melamina-formaldehído eterificada con butanol, y disuelta en butanol para dar una solución con 60% de contenido de sólidos, con relación igual a 70:30 entre copolímero sólido y resina amínica sólida. Esta composición para revestimiento de superficies fué aplicada a una superficie y tratada en un horno durante 30 min a 120°C, dando una película transparente, brillante, dura y resistente a los disolventes. Una pintura basada en la composición, con una relación entre pigmento y aglutinante igual a 1:1, y una relación entre resina acrílica y de melamina igual a 70:30, dió películas muy duras, de excelente brillo y resistencia química a la acetona, cuando fueron tratadas en un horno durante 30 min a 120°C.

Ejemplo 2

Una mezcla de 1224,0 g de "Cardura E", 372,0 g de ácido acrílico, 684,0 g de xileno y 0,372 g de hidroquinona fué calentada, con agitación, hasta aproximadamente 150°C, mantenida a esta temperatura durante 1 hora, y luego enfriada. Una solución del éster hidroxílico así formado, en xileno, al 70%, contenía aproximadamente 1% de exceso de ácido acrílico sin reaccionar. La solución del éster hidroxílico tenía un índice de ácido igual a 6,2 mg de hidróxido potásico por gramo, y una viscosidad igual a 14,2 cs a 25°C.

380,0 g de la solución de éster hidroxílico, 18,0 g de ácido acrílico, 70,0 g de acrilato de butilo, 50 g de acrilato de 2-etilhexilo, 74,0 g de butanol, 92 g de



xileno, y 1,0 g de peróxido de di-terc-butilo, fueron calentados a reflujo y tratados a reflujo durante 5,5 horas, y enfriados. La solución tenía un contenido de sólidos -
5 y un índice de ácido igual a 37,9 mg de hidróxido potásico por gramo. Tenía aspecto homogéneo.

La solución de copolímero fué mezclada para formar una composición de copolímero/aminoplasto, para revestimiento de superficies, de la forma descrita en el ejemplo 1, y las películas formadas con la composición fueron muy duras, con excelente brillo y resistencia a la acetona.

Ejemplo 3

Se repitió el procedimiento descrito en el ejemplo 2, pero las cantidades de reaccionantes fueron aumentadas, en la misma proporción, para dar un peso de la mezcla de reacción igual a 32 kg, en la etapa de copolimerización. La solución de copolímero tenía un contenido de sólidos igual a 57,6%, una viscosidad igual a 8,2 stokes a -
15 25°C, y un índice de ácido igual a 38,8 mg de hidróxido -
20 potásico por gramo.

La solución del copolímero fué mezclada para formar una composición de copolímero/aminoplasto, para revestimiento de superficies, de la forma descrita en el ejemplo 1, y las películas formadas con la composición fueron muy duras, con excelente brillo y resistencia a la acetona.

Ejemplo 4

Se calentaron 368,0 g de "Cardura E", con agita-



ción, hasta 148°C, y se añadió durante 30 min una mezcla -
de 110,0 g de ácido acrílico y 0,11 g de hidroquinona como
inhibidor, mientras se mantenía la temperatura entre 146 y
150°C. Luego se mantuvo la solución a esa temperatura du-
5 rante otros 30 min, para completar sustancialmente la reac-
ción de esterificación. El éster hidroxílico enfriado así
formado tenía un índice de ácido igual a 12,0 mg de hidró-
xido potásico por gramo.

Se calentó isopropanol (70 g) a reflujo, y se -
10 añadió al isopropanol, durante un periodo de 1,75 horas,
manteniendo el reflujo, una solución de una mezcla de la
solución de éster hidroxílico (218 g), ácido acrílico -
(34 g), acrilato de etilo (138 g), terc-dodecilmercaptano
(8 g) e hidroperóxido de cumeno (4 g). Al cabo de la prime-
15 ra hora se añadieron 2 g de hidroperóxido de cumeno, y lue-
go 1 g a intervalos de cada hora, hasta que el reflujo ha-
bía continuado durante un total de 4 horas, momento en que
se añadió una mezcla de trietilamina (54 g), agua (120 g)
e isobutanol (78 g), se mezcló íntimamente, y se enfrió.

20 La composición que se podía diluir con agua, así obtenida,
era una solución transparente, de color claro, que tenía
un contenido de no volátiles igual a 59%, una viscosidad
igual a 34 stokes a 25°C, un pH igual a 9,2, y se podía -
diluir con agua hasta el infinito, sin precipitación.

25 La composición fué mezclada con una resina de -
melamina-formaldehído soluble en agua, eterificada con me-
tanol, en relación igual a 80:20 entre copolímero sólido y
resina sólida de melamina. La resultante composición de -
copolímero/aminoplasto, para revestimiento de superficies,
30 fué una solución transparente que, cuando fué aplicada a -



una superficie y tratada en horno durante 30 min a 120°C, dió una película dura transparente que era resistente a la acetona.

Ejemplo 5

5 Se calentaron a reflujo (123-125°C) durante de
 20 a 30 min, 280,7 g de una solución de "Cardura E"/éster
 acrilato hidroxílico, que contenía un contenido de sólidos
 igual a 60% del éster en xileno, preparada como en el ejem
 plo 1, 12 g de ácido itacónico, 420 g de estireno, 165 g
 10 de butanol, 87,6 g de xileno, 15 g de terc-dodecilmercapta
 no, y 3 g de hidropéroxido de cumeno. Luego se mantuvo el
 reflujo durante un periodo total de 10 horas, cayendo la
 temperatura durante el mismo hasta de 116 a 118°C. Se aña
 dieron 3 g de hidropéroxido de cumeno al cabo de la prime
 15 ra hora, otros 3 g al cabo de la segunda hora, y luego -
 otros 3 g en cada una de la cuarta, sexta y octava horas.
 Luego se añadieron 34,8 g de butanol, en la décima hora,
 dando una solución de polímero que tenía como disolvente
 una composición 1:1 de butanol/xileno, un contenido de só
 20 lidos igual a 58% en peso, y una viscosidad igual a 7,1
 stokes a 25°C. La resina sólida tenía un índice de ácido
 igual a 12,4 mg de hidróxido potásico por gramo.

25 La solución de copolímero fué mezclada para for
 mar una composición de copolímero/aminoplasto, para revestimiento de superficies, de la forma y en las proporciones
 descritas en el ejemplo 1. Las películas formadas con la -
 composición fueron muy duras, y tenían excelente brillo y
 resistencia a la acetona.

17.6.67

340783



Ejemplo 6

Se calentaron a reflujo (123-125°C) durante de 20 a 30 min, 326,9 g de una solución de "Cardura E"/éster acrilato hidroxílico, que contenía un contenido de sólidos igual a 60% del éster en xileno, preparada como en el ejemplo 1, 14 g de ácido itacónico, 371 g de estireno, 119 g de acrilato de butilo, 192,5 g de butanol, 102,2 g de xileno, 17,5 g de terc-dodecilmercaptano, y 3,5 g de hidróxido de cumeno. Luego se mantuvo el reflujo durante un periodo total de 10 horas, cayendo durante el mismo la temperatura hasta de 116 a 118°C. Se añadieron 3,5 g de hidróxido de cumeno al cabo de la primera hora, otros 3,5 g al cabo de la segunda hora, y luego otros 3,5 g en cada una de la cuarta, sexta y octava horas. Luego se añadieron 40,6 g de butanol, en la décima hora, dando una solución de polímero que tenía como disolvente una composición 1:1 de butanol/xileno, un contenido de sólidos igual a 57,3% en peso, y una viscosidad igual a 4,4 stokes a 25°C. La resina sólida tenía un índice de ácido igual a 19,1 mg de hidróxido potásico por gramo.

La solución en copolímero fué mezclada para formar una composición de copolímero/aminoplasto, para revestimiento de superficies, de la forma y en las proporciones descritas en el ejemplo 1. Las películas formadas con las composiciones fueron duras, y tenían excelente brillo y resistencia a la acetona.

Se siguió mezclando la solución de copolímero, para formar la siguiente composición de pintura:

	Solución de copolímero	39,6 partes en peso
30	Tioxide RCR3	32,6 " " "

17.6.67



Solución de resina de melamina ^{**}	16,3	partes	en	peso
Xileno	7,7	"	"	"
Butanol	2,2	"	"	"
Acetato de cellosolve ^{***}	1,6	"	"	"

5 ^{**} Resina de melamina-formaldehído eterificada con butanol, suministrada como solución al 60% en butanol

^{***} "Cellosolve" es marca registrada de Union Carbide

Las películas de la pintura anterior, tratadas en horno durante 30 min a 120°C, tenían excelente conservación del brillo con exceso de tratamiento en horno, buena adhesión, y buena resistencia a las manchas de lápiz - de labios y crema para zapatos.

Ejemplo 7

15 Se calentaron a reflujo (123-125°C), durante de 20 a 30 min, 326,9 g de una solución de "Cardura E"/éster acrilato hidroxílico, que contenía un contenido de sólidos igual a 60% del éster en xileno, preparada como se describe en el ejemplo 1, 14 g de ácido itacónico, 308 g de estireno, 182 g de acrilato de butilo, 192,5 g de butanol, 20 102,2 g de xileno, 17,5 g de terc-dodecilmercaptano, y 3,5 g de hidroperóxido de cumeno. Luego se mantuvo el reflujo durante un periodo total de 10 horas, cayendo durante el mismo la temperatura hasta de 116 a 118°C. Se añadieron 25 3,5 g de hidroperóxido de cumeno al cabo de la primera hora, otros 3,5 g al cabo de la segunda hora, y luego otros 3,5 g en cada una de la cuarta, sexta y octava horas. Luego se añadieron 40,6 g de butanol, en la décima hora, dando una solución de polímero que tenía como disolvente una composición 1:1 de butanol/xileno, un contenido de sólidos

17.6.67



igual al 57,9% en peso, y una viscosidad igual a 3,7 stokes a 25°C. La resina sólida tenía un índice de ácido - igual a 12,2 mg de hidróxido potásico por gramo.

5 La solución de copolímero fué mezclada para formar una composición de copolímero/aminoplasto, para revestimiento de superficies, de la forma y en las proporciones - descritas en el ejemplo 1. Las películas formadas con la - composición fueron muy duras, y tenían excelente brillo y resistencia a la acetona.

10 Ejemplo 8

Una mezcla de 408,0 g de "Cardura E", 100,0 g de ácido maleico, 228,0 g de xileno, y 0,10 g de hidroquinona, fué calentada hasta de 145 a 150°C, y mantenida a esa temperatura durante 2 horas, y luego enfriada. La solución del éster dihidroxílico al 69%, así formada, contenía aproximadamente 1% de exceso de ácido sin reaccionar. La solución tenía un índice de ácido igual a 9,0 mg de hidróxido potásico por gramo, y una viscosidad igual a 37,5 cs a 25 °C.

20 Se calentaron a reflujo, y se polimerizaron a reflujo durante 6 horas, 380,0 g de la solución de éster hidroxílico, 18,0 g de ácido acrílico, 70,0 g de acrilato de butilo, 50,0 g de acrilato de 2-etilhexilo, 74,0 g de butanol, 92,0 g de xileno, y 1,0 g de peróxido de di-terc-butilo. Las adiciones de peróxido de di-terc-butilo (1,0 g cada una) se hicieron al cabo de 1 y 4 horas de tiempo total de reflujo. La solución de copolímero resultante fué enfriada y filtrada. Esta solución tenía un contenido de - sólidos igual al 58,5%, y una viscosidad igual a 1,1 stokes



a 25°C, y un índice de ácido igual a 37,3 mg de hidróxido potásico por gramo.

5 La solución de copolímero fué mezclada para formar una composición de copolímero/aminoplasto, para revestimiento de superficies, de la forma descrita en el ejemplo 1, y las películas formadas con la composición fueron transparentes, duras y brillantes.

Ejemplo 9

10 Una mezcla de 306,0 g de "Cardura E", 84,0 g de ácido itacónico, 171,0 g de xileno, y 0,084 g de hidroquinona, fué calentada hasta de 145 a 150°C, y mantenida a esa temperatura durante 1 hora, y luego enfriada. La solución del éster dihidroxílico al 70%, así formada, contenía aproximadamente 1% de exceso de ácido sin reaccionar. La
15 solución tenía un índice de ácido igual a 9,8 mg de hidróxido potásico por gramo, y una viscosidad igual a 46,5 cs a 25°C.

Se calentaron a reflujo, y se polimerizaron a reflujo durante 6 horas, 380,0 g de la solución de éster hidroxílico, 18,0 g de ácido acrílico, 70,0 g de acrilato de butilo, 50,0 g de acrilato de 2-etilhexilo, 74,0 g de butanol, 92,0 g de xileno, 1,0 g de peróxido de di-terc-butilo. Las adiciones de peróxido de di-terc-butilo (1,0 g cada una), se hicieron al cabo de 1 y 4 horas de tiempo total
20 de reflujo. La solución de copolímero resultante fué enfriada y filtrada. Esta solución tenía un contenido de sólidos igual a 59,7%, una viscosidad igual a 1,8 stokes a 25°C, y un índice de ácido igual a 36,8 mg de hidróxido potásico por gramo.

17.6.67

340783



La solución de copolímero fué mezclada, para formar una composición de copolímero/aminoplasto para revestimiento de superficies, de la forma descrita en el ejemplo 1, y las películas formadas con la composición fueron transparentes, duras y brillantes.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, con fecha 10 de Junio de 1.966, bajo el número 25.860/66, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para preparar copolímeros de adición, que comprende hacer reaccionar un éster glicídico de un ácido carboxílico alifático que tiene una longitud de cadena de 4 a 27 átomos de carbono, con un ácido carboxílico alifático mono-etilénicamente insaturado, en presencia de un inhibidor de polimerización, bajo condiciones en que se forme el éster hidroxílico, y polimerizar por adición el éster hidroxílico con un ácido carboxílico mono-etilénicamente insaturado y uno o más monómeros etilénicamente insaturados, exentos de grupos ácido carboxílico o anhídrido, dando un copolímero que tiene un índice de -



ácido menor que 80 mg de hidróxido potásico por gramo.

5 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde la proporción entre éster glicidílico y ácido carboxílico mono-etilénicamente insaturado, presente en la reacción para formar el éster hidroxílico, es tal que la relación entre grupos epoxídicos y grupos carboxilo está comprendida entre 1:1,05 y 1:1,1.

10 3.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el éster hidroxílico tiene un índice de ácido igual a 15 mg de hidróxido potásico por gramo, o menos.

15 4.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el componente ácido del éster glicidílico se deriva de una mezcla de ácidos monocarboxílicos saturados, principalmente terciarios, donde la longitud de cadena está comprendida entre 9 y 11 átomos de carbono.

20 5.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la proporción en peso del éster hidroxílico, en relación al peso total de los reaccionantes presentes en la polimerización por adición, está comprendida entre 20 y 50%.

25 6.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la proporción en peso del ácido monocarboxílico mono-etilénicamente insaturado, en relación al peso total de los reaccionantes presentes en la polimerización por adición, está comprendida entre 1 y 10%.

30 7.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el peso de monómeros etil-

17.6.67

340783

20



lénicamente insaturados exentos de grupos ácido carboxílico o anhídrido, en relación al peso total de los reaccionantes presentes en la polimerización por adición, está comprendido entre 20 y 84%.

5 8.- Un procedimiento para preparar copolímeros de adición.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

20 JUN. 1967

P.A.

[Handwritten signature]
Alonso de Echebur
por [illegible]

340783