

355537

27



# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un\_a

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: ELEKTROCHEMISCHE WERKE MUNCHEN AKTIEN-  
GESELLSCHAFT.

RESIDENCIA: 8021 HOLLRIEGELSKREUTH - ALEMANIA.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA  
DE UN ARTICULO DE RESINA DE POLIESTER".

Prioridad: Patente alemana <sup>E 34 270</sup> n.º IVc/39b del 29-6-1967

MJ/S.

-1-



27

1 Este invento se refiere a compuestos peroxigenados, a las composiciones de los mismos y a procedimientos para utilizar tales composiciones.

5 El invento proporciona composiciones para uso en la manufactura de artículos de resina de poliéster, que comprenden una o más resinas de poliéster insaturado y uno o más compuestos peroxigenados de fórmula general  $RO-CO-O-CO-OR^1$ , donde R y  $R^1$  son radicales seleccionados entre alquilo y cicloalquilo y cada uno de ellos contiene hasta 12 átomos de carbono.

10 Preferiblemente R y  $R^1$  son radicales que tienen la misma identidad. Los compuestos peroxigenados en los que R y  $R^1$  son radicales cicloalquilo de 5 o 6 átomos de carbono, preferiblemente 6, en el anillo, por ejemplo radicales ciclohexilo, son constituyentes adecuados de las composiciones de este invento. Alternativamente, R y  $R^1$  pueden ser radicales alquilo de 3 átomos de carbono como mínimo, por ejemplo propilo, butilo, amilo, hexilo, heptilo u octilo en forma normal o iso o pueden ser formas secundarias o, en un caso especialmente adecuado, formas terciarias de los mismos, por ejemplo terc-butilo.

15 La identidad del componente resina de poliéster insaturado de la composición no es crítica. No obstante, las ventajas de las composiciones proporcionadas por el invento en uso son más evidentes cuando las composiciones contienen una resina de poliéster insaturado de reactividad media como mínimo, por ejemplo las resinas conocidas por las marcas "Palatal P4L" o "Palatal P6". El término "una resina de reactividad media como mínimo" es utilizado para indicar una resina que comienza a gelificar después de no más de 5 horas de alma

20

25

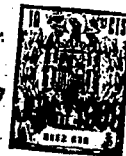
30



1 cenamiento a 20°C en presencia del 2 % en peso de una solu-  
ción al 60 % de peróxido de metil-isobutil-cetona.

5 Ventajosamente, las composiciones de acuerdo con este  
invento contienen los compuestos peroxigenados en proporció-  
nes que oscilan entre 0,1 % y 5 %, y preferiblemente entre  
0,3 % y 2 %, del peso de la resina de poliéster insaturado.

10 La manufactura industrial de los artículos de resina  
de poliéster, es decir, artículos manufacturados o cualquier  
pieza de estos artículos, si se hace separadamente, que cons-  
ten de resina de poliéster o comprendan dicha resina, impli-  
ca con frecuencia el procesado de grandes cantidades de re-  
sina de poliéster insaturado. Es muy conveniente que la re-  
sina de poliéster insaturado cumpla varios requisitos que  
15 aparentemente están en conflicto entre sí. Por una parte, es  
preferible que la resina de poliéster insaturado sea estable  
a la temperatura ambiente o a temperaturas ligeramente supe-  
riores, es decir, a temperaturas comprendidas entre 13°C y  
30°C. Por ser estable se entiende que sus propiedades físi-  
cas no se alteren, por ejemplo por gelificación. La gelifi-  
cación prematura puede dar lugar a una variación indeseable  
20 de propiedades del artículo de resina terminada. Esta resina  
estable tiene que poder ser almacenada, incluso en contacto  
con aditivos que pueden ser utilizados en el proceso de ma-  
nufactura y tiene que poder ser sometida a procedimientos  
25 de mezcla bastante prolongados. Por otra parte, se prefiere  
que la resina de poliéster insaturado sea fácilmente curable  
a temperaturas sólo ligeramente mayores, por ejemplo entre  
50°C y 80°C. El uso de aditivos destinados a aumentar la es-  
tabilidad de resinas de rápido curado o aumentar la veloci-  
30 dad de curado de las resinas estables con frecuencia tiene



1 como resultado unas resinas insaturadas que solamente cum-  
plen uno de los requisitos citados o ninguno.

Las composiciones proporcionadas por el presente in-  
veto son especialmente adecuadas para uso en la manufactu-  
5 ra de artículos de resina de poliéster.

Por lo tanto, el invento también proporciona un proce-  
dimiento para la manufactura de artículos de resina de poli-  
éster, utilizando una composición de acuerdo con el invento.

10 Preferiblemente, este procedimiento consiste en formar  
y configurar la composición, manteniendo la temperatura de  
la misma de tal forma que no se produzca gelificación antes  
de que la composición sea configurada, teniendo en cuenta el  
tiempo requerido para formar y configurar la composición y  
curar la composición configurada, por ejemplo calentando en  
15 tre 50°C y 80°C.

El configurado se realiza ventajosamente por moldeo.  
Es preferible añadir cualquier otro aditivo que se desee em-  
plear, por ejemplo cargas y colorantes, antes de configurar  
la composición. Otra posibilidad consiste en formar un re-  
20 vestimiento superficial delgado sobre un artículo de otro ma-  
terial, cuyo artículo revestido, después de curado, entra en  
la definición de "artículo de resina de poliéster".

En particular el invento proporciona un procedimiento  
para la manufactura de un artículo de resina de poliéster  
25 que consiste en formar una composición que contiene una resi-  
na de poliéster insaturado y de 0,3 % a 2,0 % en peso de la  
misma de un compuesto de fórmula  $R-O-CO-O-O-CO-O-R^1$ , donde  
R y R<sup>1</sup> son radicales ciclohexilo, isopropilo, octilo o terc-  
butilo, configurar la composición, calentar la composición  
30 configurada a una temperatura comprendida entre 50°C y 80°C



1 y mantener la composición configurada a dicha temperatura hasta que la resina haya curado.

5 El invento también proporciona artículos manufacturados siempre que sean producidos por el procedimiento proporcionado por el presente invento.

10 Los compuestos peroxigenados que son utilizados en este invento, cuando R y R<sup>1</sup> son radicales que tienen la misma identidad, pueden ser preparados por reacción entre un haloformiato correspondiente a los radicales R y R<sup>1</sup> y solución acuosa de peróxido de hidrógeno, en presencia de una base. El compuesto peroxigenado producido precipita y puede ser separado por filtración y, si se desea, purificado por recristalización.

15 A continuación el invento será ilustrado por los ejemplos que siguen. Los Ejemplos 1 a 4 y 8 a 12 se incluyen solamente con fines comparativos y no corresponden al invento. Los Ejemplos 5, 6, 7, 13, 14 y 15 responden al invento.

Se utilizan las siguientes abreviaturas:

20 FMIC = peróxido de metil-isobutil-cetona, solución al 60 %

PCH = peróxido de ciclohexanona, solución al 50 %

PCC = peroxidicarbonato de dicitclohexilo técnicamente puro

P.OTB = peroctoato de tero-butilo técnicamente puro

25 COB = acelerante de cobalto con un 1 % de metal

PCI = peroxidicarbonato de di-isopropilo técnicamente puro

30 PCB = peroxidicarbonato de di-tero-butilo técnicamente puro



EJEMPLOS 1-7

Tiempos de almacenamiento y curado de resinas UP catalizadas (curado en bloque con 50 g de resina en termostato).

Resina: resina UP comercial de reactividad media (Palatal P4L).

TABLA I

<u>Ejemplo</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
Sistema de curado	2 % EMIC 0,5% COB	2 % PCH 0,5% COB	2 % EMIC - -	1,5% POTB - -
Tiempo de almacenamiento, 20°C	3 horas	1 hora	5 horas	>14 días
Tiempo de almacenamiento, 5°C	15 horas	6 horas	3 días	>14 días
Tiempo de curado, 70°C	7 min.	9 min.	9 min.	28 min.

<u>Ejemplo</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>
Sistema de curado	1 % PCC - -	0,5% PCI - -	1 % PCB - -
Tiempo de almacenamiento, 20°C	36 horas	25 horas	>30 horas
Tiempo de almacenamiento, 5°C	>14 días	10 días	>14 días
Tiempo de curado, 70°C	7 min.	6 min.	9 min.

Por tiempo de almacenamiento se entiende el tiempo transcurrido entre la operación de mezcla y el comienzo de la gelificación y por tiempo de curado se entiende el tiempo transcurrido entre la mezcla y el momento en que se alcanza la temperatura exotérmica máxima.

Los ejemplos demuestran que los experimentos 1 y 2 cumplen el requisito de rápido curado a 70°C a costa de unas malas propiedades de almacenamiento y el experimento 4 cumple

27



1 el requisito de un tiempo de almacenamiento adecuado pero  
 da un curado lento. El experimento 3 constituye una situa-  
 ción de compromiso. Los experimentos 5, 6 y 7 de acuerdo con  
 el invento dan buenas propiedades de almacenamiento y tam-  
 5 bién un curado rápido.

EJEMPLOS 8-15

Curado completo de láminas moldeadas reforzadas con fibra  
 de vidrio (2 mm, 2 capas de guata de vidrio) a partir de  
 resina UP catalizada de diversas formas.

10 Resina: resina UP comercial muy reactiva (Palatal P6)  
 Tiempo de moldeo para todos los experimentos: 6 minutos  
 tg  $\delta$  = factor de pérdida dieléctrica medido a 800 Herz.

Los números más bajos indican un curado más completo.

Ej.	Catalizador	Temperatura moldeo	Aspecto	tg $\delta \cdot 10^3$	
15	8	2 % EMIC	60°	líquido	no medible
	9	2 % EMIC	70°	no se desprende del molde	no medible
	10	2 % EMIC	80°	se desprende del molde	40
	11	2 % EMIC	90°	se desprende del molde	30
20	12	2 % EMIC	100°	se desprende del molde	18
	13	11 % PCC	60°	se desprende del molde	45
	14	1 % PCC	70°	se desprende del molde	30
25	15	1 % PCC	80°	se desprende del molde	17

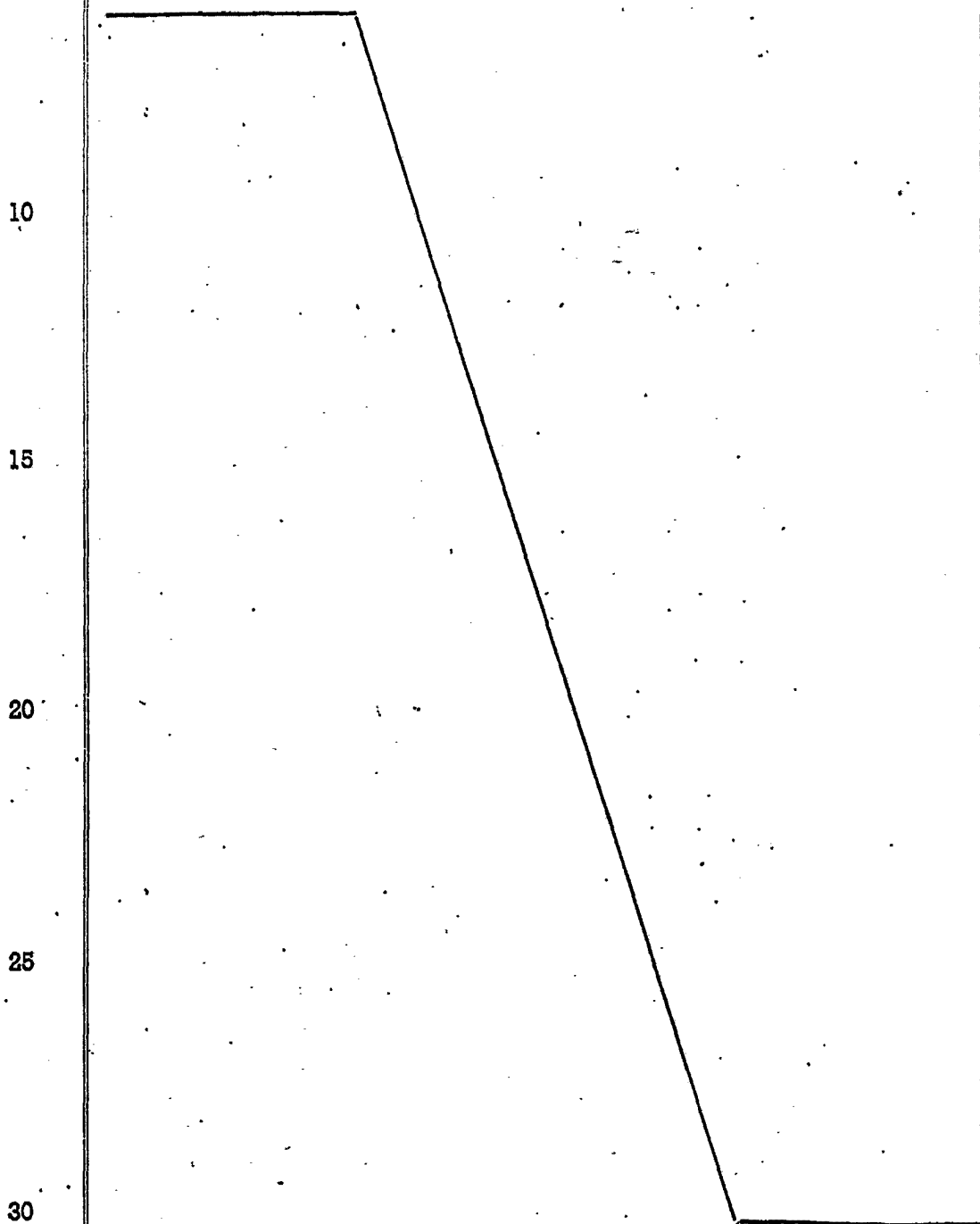
Los Ejemplos 13 a 15 corresponden al invento. Los  
 Ejemplos 8 - 12 no corresponden al invento.

30 En las mismas condiciones, las láminas se curan casi



1 igual de bien con el peróxido de este invento a una temperatura de curado que es 20°C más baja que la necesaria cuando se utilizan otros peróxidos.

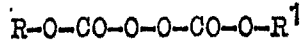
5 En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:





REIVINDICACIONES

1  
5  
1. Un procedimiento para la manufactura de un artículo de resina de poliéster que consiste en formar una composición constituida por una resina de poliéster insaturado y por 0,3 a 2,0 % del peso de la resina de poliéster de un compuesto de fórmula general



10  
donde R y R<sup>1</sup> son radicales ciclohexilo, isopropilo, octilo o terco-butilo, configurar la composición manteniendo ésta a una temperatura no superior a 30°C y después calentar la composición configurada a una temperatura comprendida entre 50°C y 80°C y mantenerla a dicha temperatura hasta que tiene lugar el curado.

15  
2. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA DE UN ARTICULO DE RESINA DE POLIESTER".

20  
Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria, que consta de nueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 27 de Junio de 1968

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

30