

363915

P.- 40.848

Case 67:97

Memoria descriptiva



25 MAR. 1969

para solicitar **PATENTE DE INVENCION** por 20 años

a nombre de **KOPPERS COMPANY, INC.**

SECCION TECNICA
ASOCIACION I. P. C.
CLASE C 08
CLASE G

entidad / ~~de~~ nacionalidad norteamericana

con domicilio en 440 College Park Drive, Monroeville, Pa.
Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE
RESINA DE POLIESTER INSATURADA"

(Clase Internacional C08g)



La viscosidad de resinas de poliéster insaturado, formadas disolviendo los polímeros de condensación de ácidos dicarboxílicos insaturados y alcoholes divalentes en monómeros copolimerizables etilénicamente insaturados, se puede aumentar añadiendo a la resina de poliéster insaturado una mezcla de sales inorgánicas de litio y magnesio. Una mezcla de óxido de magnesio y cloruro de litio produce resultados particularmente extraordinarios. Estas sales inhiben inicialmente el aumento de viscosidad durante las primeras 24 horas, lo que alarga la duración en recipientes. Las resinas de poliéster insaturado que tienen agentes espesantes son útiles en el revestimiento previo de masas de fibra de vidrio.

Las resinas de poliéster insaturado curado que han sido reforzadas mediante materiales fibrosos, tales como masas o esterillas de fibra de vidrio o similares, tienen excelentes características de resistencia física. Sin embargo, la formación de objetos con forma a partir de tales materiales ha presentado problemas, debido a que las fibras, inicialmente sumergidas en la resina líquida no curada, tienden a elevarse hasta la superficie haciendo que el objeto, después del curado de la resina, tenga irregularidades en la superficie.

Para evitar este problema se han hecho preformas aplicando por pulverización fibras de vidrio pantallas de forma similar al producto final deseado. Se aspira aire a través de la pantalla, para mantener a las fibras en su sitio. Después se pulveriza un aglutinante sobre las fibras, y se cura para mantener juntas a las fibras en la forma deseada. Luego se pone la forma en un



molde, y se vierte en el molde la resina de poliéster insaturado, y se cura en él. La resina ha de ser lo bastante viscosa para adherirse a la forma, pero no tan viscosa que se evite el humedecimiento apropiado de las fibras.

Para superar el anterior procedimiento, molesto y crítico, se ha propuesto revestir las fibras de vidrio con la resina de poliéster insaturado no curada, líquida, para humedecer a fondo la fibra. Luego se espesa la resina líquida, sin llegar a curar la resina, por medios químicos o físicos. Entre los medios físicos se incluyen: 1) eliminar un disolvente volátil en el que se ha disuelto una resina de poliéster viscosa, ó 2) usar una resina de poliéster viscosa calentada, y luego enfriar las fibras revestidas, tras la aplicación. Entre los medios químicos se incluyen: 1) la adición de un agente espesante, tal como MgO, a la resina de poliéster, o 2) la copolimerización o curado parciales de la resina, hasta un estado gelificado o B.

Sin embargo, tales sistemas tienen ciertos inconvenientes económicos. El sistema disolvente, desde luego, produce pérdidas de disolvente más eliminación de humos. El calentamiento de poliésteres viscosos para reducir su viscosidad es costoso y molesto. El espesamiento químico de la resina de poliéster, tal como por adición de MgO o Mg(OH)₂, como se muestra en la patente EE.UU. 2.568.331, expedida a Vicent Frilette, llega a producir un aumento de viscosidad; sin embargo, uno de sus inconvenientes es que el espesamiento inicial hace aumentar rápidamente la viscosidad, lo que reduce la vi-

25 MAR



da de la resina en recipientes. Otra dificultad encontrada es el lento aumento global de la viscosidad de la resina. Las resinas modificadas para que curen rápidamente hasta un estado B tienen tendencia a continuar curando o endurecer más allá del estado B, en corto período de tiempo.

Muy sorprendentemente, se ha descubierto un sistema para espesar químicamente resinas de poliéster, que comprende añadir una mezcla de sales inorgánicas que inhibe el aumento de viscosidad durante aproximadamente de 24 a 48 horas, y después provoca un rápido aumento hasta alta viscosidad. Por tanto, la invención permite extender la vida de la resina en recipientes, pero proporciona un rápido aumento hasta alta viscosidad después de la inhibición inicial del aumento de viscosidad. Al cabo de 8 días, la viscosidad de las resinas de poliéster espesadas según la invención aumenta hasta más de 200 veces la viscosidad que se alcanzó en las 24 horas iniciales.

Según la invención, una composición de resina de poliéster insaturado cuya viscosidad aumenta después de la formación de la composición comprende: a) un poliéster insaturado formado condensando al menos un ácido dicarboxílico que contenga insaturación alfa, beta-etilénica, y un alcohol divalente; b) un monómero copolimerizable alfa, beta-etilénicamente insaturado; y c) un agente espesante que haga aumentar la viscosidad de la composición tras un período de tiempo espaciado, consistiendo esencialmente el agente espesante en una combinación de sales inorgánicas de magnesio y litio. Las sales



inorgánicas de magnesio preferidas son óxidos e hidróxidos de magnesio, mientras que las sales inorgánicas de litio preferidas son los haluros y las oxisales del nitrógeno.

5 Como se ha descrito antes, según la invención se puede espesar una resina de poliéster insaturado, por adición de una combinación de sales de magnesio y litio que inicialmente inhiben el aumento de viscosidad (dando así una vida en recipiente más larga), y aumentando luego rápidamente la viscosidad de la resina.

10 Las resinas de poliéster insaturado son bien conocidas en la técnica (véase, por ejemplo, la patente EE.UU. 2.255.313, expedida a Carleton Ellis). El poliéster insaturado es un polímero de condensación formado poliesterificando ácidos dicarboxílicos con alcoholes divalentes. Para formar los poliésteres se usan proporciones aproximadamente equimolares de los ácidos dicarboxílicos y alcoholes divalentes. Para proporcionar insaturación dentro del poliéster, al menos una porción

15 de los ácidos dicarboxílicos contiene insaturación alfa, beta-etilénica. Entre los ejemplos de tales ácidos dicarboxílicos insaturados se incluyen los ácidos maleico y fumárico. El resto de los ácidos dicarboxílicos son usualmente alifáticos normales saturados, tales como ácido adipico, ácido succínico o similares, o diácidos aromáticos

20 tales como ácido ftálico, ácido isoftálico o similares.

25 Son ilustrativos de los alcoholes divalentes el etilénglicol, propilénglicol, 1,2-butanodiol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, dietilénglicol, polipropilénglicol, 2,2'-dimetil-1,3-propanodiol, 1,4-ciclohexanodiol

30



metanol, y aductos o productos de reacción de ésteres de alcoholeno y 2,2'-bis-(4-hidroxifenilén)-propano (bisfenol A).

5 Los ácidos dicarboxílicos y alcoholes divalentes se hacen reaccionar juntos en proporciones aproximadamente equimolares, para formar un poliéster. La manera más conveniente de medir el peso molecular medio del polímero es respecto a los grupos ácido finales. Se valora un g del poliéster con KOH, y el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar el gramo de poliéster se llama índice de ácido del poliéster. Los índices de ácido menores de 100 significan usualmente poliésteres que tienen el peso molecular suficiente para poseer buenas propiedades físicas. Por tanto, los poliésteres insaturados útiles en la invención son aquellos que poseen un peso molecular indicado por un índice de ácido menor de 100.

15 Después de la formación, el poliéster insaturado se disuelve usualmente en un monómero etilénicamente insaturado, tal como estireno o viniltolueno. La resina de poliéster insaturado (poliester y monómero) se cura después iniciando una polimerización por radicales libres, entre el monómero etilénicamente insaturado y el poliéster insaturado, por los dobles enlaces alfa,beta-etilénicos del poliéster. Esta copolimerización se puede iniciar por luz o radiación ultravioleta, pero es iniciada más corrientemente por adición de un catalizador tipo peróxido, seguida por calentamiento. La resina de poliéster se copolimeriza formando una resina reticulada termoestable.



Entre los monómeros etilénicamente insaturados copolimerizables son ilustrativos el estireno, alfa-metilestireno, cloroestireno, viniltolueno, divinilbenceno, y similares.

5 Entre los ejemplos de catalizadores tipo peróxido corrientemente usados para iniciar la copolimerización se incluyen el peróxido de benzoílo, peróxido de metiletilcetona, hidroporóxido de cumeno, y similares.

10 También se pueden usar otros catalizadores generadores de radicales libres, tales como, por ejemplo, el 2,2'-azo-bis-isobutironitrilo.

15 Según la invención, la viscosidad de la resina de poliéster se aumenta, antes del curado final de la resina, por adición de nuevos espesantes químicos que retrasan durante aproximadamente de 24 a 48 horas el rápido aumento de viscosidad, y después elevan rápidamente la viscosidad de la resina. Esto permite que los operarios revistan, por ejemplo, masas de fibra de vidrio con las composiciones de resina de poliéster de la invención, durante un período de tiempo extenso, sin miedo de espesamiento prematuro de la composición dentro del recipiente de resina, lo cual, de lo contrario, exigiría tirar la resina que es demasiado espesa para sacarla eficazmente del recipiente, o bien, en el mejor de los casos, produciría un humedecimiento no adecuado de las fibras de vidrio. La composición de la invención no solo proporciona un aumento inicial más lento de la viscosidad, sino que proporciona un aumento rápido y grande tras un período de aproximadamente 24 a 48 horas. Esto permite, por ejemplo, que los operarios apilen masas de fibra de vi-

20

25

30



drio previamente revestidas, al cabo de varios días, en contraste con las composiciones espesadas químicamente de la técnica anterior, que pueden permanecer "pegajosas" durante de varios días a 1 semana.

5 Como se pondrá en evidencia más adelante en los ejemplos, las resinas de poliéster espesadas según la invención presentan un aumento global de viscosidad tan grande que al cabo de 8 días la viscosidad es más de 200 veces mayor que la viscosidad alcanzada durante las 24 horas iniciales. De hecho, algunos de los aumentos son de hasta 800 a 1000 veces. Esto presenta un marcado contraste con los sistemas de la técnica anterior, espesados con solo H_2O , en proporciones similares. Tales sistemas no presentan la gran relación de aumentos de viscosidad. Esta característica es muy importante, teniendo en cuenta que el objeto de cualquier sistema de aumento de viscosidad es proporcionar una resina de viscosidad inicial pequeña, que alcance una viscosidad grande. Si se intentasen conseguir los resultados de alta viscosidad del sistema de la invención, usando H_2O solo, se produciría un sistema que tendría una viscosidad inicial demasiado grande para el uso práctico.

10

15

20

Según la invención se añade una mezcla de sales inorgánicas de magnesio y litio a la resina de poliéster insaturado, antes de aplicar la resina a un sustrato o masa de fibra o similar. Las sales se pueden añadir antes, durante o después de la adición de los catalizadores tipo peróxido corrientemente usados en tales sistemas.

25

30 La cantidad de las sales inorgánicas, y



las relaciones entre ellas, pueden variar algo, según la cantidad de aumento de viscosidad deseado. Sin embargo, se ha hallado que la sal de magnesio se ha de usar en cantidad de, como mínimo, 1,0% en peso basado en la resina de poliéster, y la sal de litio se ha de usar en cantidad de, como mínimo, al menos 0,1% en peso basado en la resina de poliéster. Aunque se pueden usar mayores cantidades de cualquiera de las sales, se ha hallado que las cantidades mayores de 2,0% de sales de magnesio o 1,0% de sales de litio son innecesarias para conseguir el espesamiento químico rápido y de gran viscosidad de la invención.

Las sales de magnesio preferidas son el óxido de magnesio e hidróxido de magnesio, mientras que las sales de litio preferidas son los haluros y las oxisales de nitrógeno (es decir, fluoruro de litio, cloruro de litio, bromuro de litio, yoduro de litio, nitrato de litio y nitrito de litio). Son sales especialmente preferidas el óxido de magnesio y cloruro de litio. También se pueden usar otras sales inorgánicas de estos metales, tales como sulfato de litio, hidróxido de litio, acetato de litio, nitrato de litio y fosfato de litio. Sin embargo, los resultados obtenidos con estas sales no son tan extraordinarios como los resultados obtenidos usando las sales preferidas.

Se debe observar que el espesamiento químico que tiene lugar en la invención no es una gelificación o estado B de la resina. Tal gelificación o estado B indica que la copolimerización vinílica entre la porción insaturada del polímero de condensación y el monó-



mero etilénicamente insaturado. El sistema de resina espesada químicamente de la invención sigue siendo, por ejemplo, completamente soluble en acetona, hasta el curado subsiguiente a alta temperatura. Las resinas de poliéster gelificadas, o en estado B, no son enteramente solubles en acetona, lo que indica la presencia de copolimerización vinílica,

La invención se entenderá mejor por referencia al diagrama de flujo adjunto y a los ejemplos siguientes. En el diagrama A representa la resina de poliéster insaturado, B el espesante en las proporciones dadas anteriormente y R la resina químicamente espesada.

Ejemplo 1

Se añadieron a 100 partes en peso de resina de poliéster KOPLAC 2000 1,5 partes en peso de MgO y 0,7 partes en peso de LiCl. El KOPLAC 2000 es un poliéster insaturado disponible en el comercio, para aplicaciones generales, que contiene ftálico-maleico y propilglicol en relaciones molares de 1:1:2. Se disuelve el poliéster en estireno, hasta formar una resina con 64 partes de poliéster y 36 partes de estireno. La resina de poliéster tiene un índice de ácido aproximadamente igual a 30, y una viscosidad inicial aproximadamente igual a 3400 cp. La viscosidad se midió periódicamente con un viscosímetro sincroeléctrico Brookfield (modelo IVT hasta 2 millones de cp, y modelo HEP hasta 64 millones de cp) a 24°C, para registrar los cambios.

Se hicieron las mismas medidas de viscosi-

25 M



dad en una resina de poliéster de control, hecha mezclando 100 partes de KOPLAC 2000-34 con 1,5 partes de MgO (es decir, prescindiendo del LiCl). Los resultados se tabulan a continuación.

20.3.69

- 11 -



Viscosidad en cp x 10⁻³

Inicial	4			24			30			46			72			96			192		
	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	
1. Resina de poliéster 1,5 partes de IFO 0,7 partes de IFO1	3,4	5,8	40	60,5	810	4.160	13.760	46.000													
2. Resina de poliéster 1,5 partes de IFO	3,4	6,2	67	120	300	928	1.840	5.526													

	Viscosidad en cp x 10 ⁻⁷					
	<u>inicial</u>	<u>4 horas</u>	<u>24 horas</u>	<u>30 horas</u>	<u>48 horas</u>	<u>72 horas</u>
1. Resina de poliéster 1,5 partes de MgO 0,7 partes de LiCl	3,4	5,8	40	80,5	810	4.1
2. Resina de poliéster 1,5 partes de MgO	3,4	6,2	67	120	380	9



71

<u>op</u>	<u>x</u>	<u>10⁻³</u>		
<u>oras</u>	<u>horas</u>		<u>horas</u>	<u>horas</u>
48	72		96	102
310	4.160		13.760	46.000
380	928		1.840	6.526



Los resultados indican el efecto de inhibición inicial sobre el aumento de viscosidad del poliéster que contiene la nueva mezcla salina MgO-LiCl de la invención, en comparación con el poliéster que solo contiene MgO . Sin embargo, ya a las 24 horas se puede notar un marcado aumento de viscosidad, y las diferencias de viscosidad tras este momento indican las grandes diferencias entre los sistemas de espesamiento.

Ejemplo 2

Se preparó un cierto número de muestras usando cantidades variables de MgO y LiCl , en resina de poliéster KOPBAC 2000, para determinar el aumento de viscosidad por cantidades variables de las sales combinadas, en comparación con MgO sólo. En cada una de las resinas de poliéster, las cantidades indicadas de MgO y LiCl son en partes en peso por 100 partes de resina de poliéster KOPBAC 2000. Las medidas de viscosidad se hicieron usando los viscosímetros descritos en el Ejemplo 1. Los cambios registrados de viscosidad con el tiempo, para los diversos sistemas, se tabulan a continuación.



25

80

TABLE II

Effecto de las cantidades de LiCl y LiCl sobre el aumento de la viscosidad con el tiempo. Viscosidad inicial 3400 cp.

LiCl, partes	LiCl, partes	Viscosidad, en $cp \times 10^{-3}$							
		4 horas	7 horas	1 día	30 horas	2 días	3 días	4 días	8 días
1,0	0	5,0	6,1	22,5	30,5	70,0	146	272	832
1,0	0,1	5,0	5,6	18,0	25,0	79,0	240	288	4.500
1,0	0,4	5,0	5,5	21,5	34,0	204	320	2.720	16.250
1,0	0,7	5,0	5,5	23,0	44,0	316	1.440	5.120	22.500
1,0	1,0	4,9	5,3	25,0	48,0	268	1.296	5.312	19.200
1,5	0	6,2	9,0	67,0	120	360	928	1.040	6.528
1,5	0,1	6,1	7,6	45,7	81,0	256	896	3.163	13.800
1,5	0,4	5,9	7,0	37,0	74,0	570	2.720	8.832	22.500
1,5	0,7	5,8	7,0	40,0	80,5	610	4.160	13.760	46.000
1,5	1,0	5,8	6,6	49,5	124	1.220	6.032	19.200	58.000
2,0	0	5,5	7,4	60,0	130	450	1.164	2.368	9.600
2,0	0,1	5,5	7,0	39,5	66,5	280	1.884	6.272	23.600
2,0	0,4	5,4	6,6	40,5	76,0	396	2.368	6.272	30.000
2,0	0,7	5,4	6,5	51,0	112	1.540	10.240	26.880	84.000+
2,0	1,0	5,0	6,5	70,0	292	3.390	16.640	31.360	64.000+

-14- Brio

TABLA II

Efecto de las cantidades de MgO y LiCl sobre el aumento de la viscosidad con el tiempo. Viscosidad inicial 3400 cp.

MgO, partes	LiCl, partes	Viscosidad en cp x 10 ⁻³					
		4 horas	7 horas	1 día	30 horas	2 días	3 días
1,0	0	5,0	6,1	22,5	30,5	70,0	1.
1,0	0,1	5,0	5,6	18,0	25,0	79,0	2.
1,0	0,4	5,0	5,5	21,5	34,0	204	3.
1,0	0,7	5,0	5,5	23,0	44,0	316	1.4
1,0	1,0	4,9	5,3	25,0	48,0	268	1.2
1,5	0	6,2	9,0	67,0	120	380	9
1,5	0,1	6,1	7,8	45,7	81,0	256	6
1,5	0,4	5,9	7,0	37,0	74,0	570	2.7
1,5	0,7	5,8	7,0	40,0	80,5	810	4.1
1,5	1,0	5,8	6,6	49,5	124	1.220	6.8
2,0	0	5,5	7,4	68,0	130	480	1.1
2,0	0,1	5,5	7,0	39,5	66,5	280	1.9
2,0	0,4	5,4	6,6	40,5	76,0	396	2.3
2,0	0,7	5,4	6,5	51,0	112	1.540	10.2
2,0	1,0	5,0	6,5	70,0	292	3.390	16.6



x 10⁻³

<u>3 días</u>	<u>4 días</u>	<u>8 días</u>
146	272	832
240	288	4.500
320	2.720	16.250
1.440	5.120	22.500
1.296	5.312	19.200
528	1.040	6.528
696	3.263	13.800
2.720	8.032	22.500
4.160	13.760	46.000
6.032	19.200	58.000
1.104	2.368	9.600
1.984	6.272	23.600
2.368	6.272	30.800
10.240	26.880	64.000+
16.640	31.360	64.000+



Los resultados muestran que, en todos los casos, la viscosidad de las resinas de poliéster, para cualquier concentración dada de MgO, era menor, al cabo de 7 horas, en las resinas que contenían LiCl, en comparación con las resinas en las que no había LiCl presente. Los resultados indican también un aumento global de viscosidad mucho menor en los primeros 1 ó 2 días de sistemas comparables (alcanzando viscosidades comparables los sistemas con MgO y MgO-LiCl al cabo de aproximadamente 3 días). Por ejemplo, para conseguir un aumento de viscosidad hasta 1.200.000 cp en 3 días, usando solo MgO, se han de usar 2 partes por 100 partes de resina, lo que produce un aumento de viscosidad hasta 68.000 cp en 24 horas. Sin embargo, usando la combinación de sales de la invención, se puede alcanzar la misma viscosidad (1.200.000 cp) en el mismo período de tiempo (3 días) usando 1 parte de MgO y 1 parte de LiCl por 100 partes de resina de poliéster, lo que produce un aumento inicial de viscosidad, durante las primeras 24 horas, de hasta solo 25.000 cp. Por otra parte, el aumento de viscosidad para el mismo sistema de MgO antes discutido solo llega a alcanzar 9.600×10^3 cp al cabo de 8 días, mientras que el sistema de MgO-LiCl antes indicado llega a 19.200×10^3 cp en el mismo período de tiempo.

Se individualizó para la discusión el sistema concreto de la técnica anterior con MgO (2 partes de MgO por 100 partes de poliéster), debido a que esta cantidad de MgO es considerada por los expertos en la técnica como la mínima cantidad necesaria para conseguir

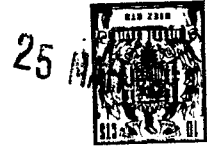
25 MAR



un aumento lo suficientemente grande para que tenga algún valor. En la práctica real, ha sido corriente emplear cantidades de MgO incluso mayores, para llegar a conseguir mayores viscosidades a expensas de un rápido aumento inicial y una vida en recipiente más corta. La tabla 2 indica claramente que cuando se usa LiCl con MgO, según la invención, no se necesitan cantidades de MgO mayores de 2 partes por 100 partes de resina para llegar a conseguir unas viscosidades muy grandes, sin acortar la vida de la resina en recipiente. Por tanto, se ha recalcar de nuevo la importancia de la relación entre la baja viscosidad inicial y el aumento posterior hasta una viscosidad grande. En la tabla 2, las viscosidades de todos los sistemas con MgO-LiCl aumentaron, al cabo de 8 días, hasta al menos 200 veces (y en algunos casos muchas veces más) el valor de la viscosidad alcanzado durante las 24 horas iniciales, mientras que ninguno de los sistemas en los que se usaba solo MgO llegó a esta relación.

Ejemplo 3

Se combinó un cierto número de sales de litio con tanto MgO como $\text{Li}(\text{OH})_2$, y se mezclaron con resina de poliéster KOFIAC 2000, en las cantidades indicadas, que son partes en peso por 100 partes en peso de resina de poliéster. Las medidas de viscosidad se hicieron al cabo de 7 días, con el viscosímetro descrito en el ejemplo 1. Los resultados se tabulan a continuación, en $\text{cp} \times 10^3$.



<u>Sal de litio</u> (1 parte)	<u>MgO</u> (2 partes)	<u>Mg(OH)₂</u> (2,9 partes)
LiBr	23.000	624
Li ₂ SO ₄	11.600	22
LiOH	5.100	33
LiOAc' -	14.400	32
LiNO ₃	24.000	24
Li ₃ PO ₄ -	11.500	19
LiCl	64.000	2.100
Nada	12.000	21

Estos resultados indican que solo el LiCl, LiBr y LiNO₃ afectan significativamente a los cambios de viscosidad, cuando se usa MgO, y que solo el LiCl y LiBr afectan a los cambios de viscosidad en un sistema con Mg(OH)₂.

Por tanto, la invención aquí expuesta permite espesar químicamente una resina de poliéster, para aumentar rápidamente la viscosidad en varios días, sin aumentar significativamente la viscosidad inicial ni acortar la vida de la resina de poliéster en recipientes, como ha venido sucediendo con los espesantes químicos usados hasta ahora. Así, los refuerzos fibrosos se pueden revestir previamente con una resina de poliéster de baja viscosidad, que por tanto humedecerá de manera apropiada a las fibras, pero los revestimientos de resina de poliéster perderán rápidamente su estado pegajoso, por el aumento de viscosidad, lo que refuerza la aptitud



para almacenamiento de las fibras previamente revestidas.

Así, se elimina el uso de preformas, así como el inconveniente consiguiente de revestir con una resina líquida la preforma, de forma irregular. Las masas de fibra de vidrio revestidas con la resina de la invención se pueden manipular y cargar fácilmente en máquinas de moldeo. Así se puede mantener un control más positivo de la cantidad de carga, así como de la forma de la carga, lo que tiene como resultado la obtención de productos moldeados de mayor calidad.

REIVINDICACIONES

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 una composición de resina de poliéster insaturada cuya viscosidad aumenta mucho en un período espaciado tras la formación de la composición, el cual comprende: a) a un poliéster insaturado formado condensando al menos un ácido dicarboxílico que contenga insaturación alfa,beta-etilé-

25 MAR



5 nica, con un alcohol divalente, y un monómero copolimerizable alfa,beta-etilénicamente insaturado, b) añadir un agente espesante en cantidad suficiente para aumentar la viscosidad de la composición tras un período de tiempo espaciado, consistente esencialmente en una mezcla de sales inorgánicas de magnesio y litio.

10 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho agente espesante consta esencialmente de una mezcla de MgY y LiX , donde Y se elige de la clase que consta de óxido e hidróxido, y X se elige de la clase que consta de halógeno, nitrato y nitrito.

15 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho agente espesante consta esencialmente de una mezcla de óxido de magnesio y cloruro de litio.

4.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho agente espesante consta esencialmente de una mezcla de óxido de magnesio y bromuro de litio.

20 5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho agente espesante consta esencialmente de una mezcla de hidróxido de magnesio y cloruro de litio.

25 6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho agente espesante consta esencialmente de al menos 1% en peso, basado en la composición de resina de poliéster, de dicha sal inorgánica de magnesio, y al menos 0,1% en peso, basado en la composición de resina de poliéster, de dicha sal inorgánica de litio.

30 7.- Un procedimiento para preparar una composición de resina de poliéster insaturado, capaz de un gran aumento de viscosidad tras un período de 24 a 48 ho-



5 ras después de la formación de la composición, el cual
comprende: a) a un poliéster insaturado formado conden-
sando al menos un ácido dicarboxílico que contenga insa-
turación alfa,beta-etilénica, con un alcohol divalente,
y un monómero copolimerizable alfa,beta-etilénicamente
10 insaturado, b) añadir un agente espesante capaz de au-
mentar la viscosidad de la composición, hasta una vis-
cosidad que, 8 días después de la formación de la com-
posición, es más de 200 veces mayor que la viscosidad
de la composición medida durante las 24 horas iniciales
después de la formación de la composición, consistiendo
esencialmente dicho agente espesante en una mezcla de:
1) al menos 1% en peso, basado en la composición de re-
sina de poliéster, de una sal inorgánica de magnesio
15 elegida de la clase que consta de óxido de magnesio e
hidróxido de magnesio; y 2) al menos 0,1% en peso, ba-
sado en la composición de resina de poliéster, de una
sal inorgánica de litio, elegida de la clase que consta
de haluros de litio, nitrato de litio y nitrito de
20 litio.

8.- Un procedimiento según la reivindicación 7, donde dicha sal de magnesio es óxido de magnesio y dicha sal de litio es cloruro de litio.

9.- Un procedimiento según la reivindicación 7, donde dicha sal de magnesio es hidróxido de magnesio, y dicha sal de litio es cloruro de litio.

10.- Un procedimiento para preparar una composición de resina de poliéster insaturada.

30 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña

25



y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 25 MAR 1969,

P.A.

Alberto de Elzaburo
Por Poder

21.3.69
JJV

- 21 -

KOPPERS COMPANY, INC.

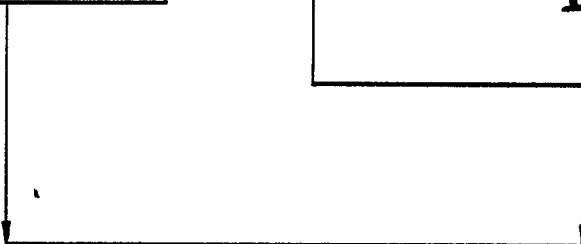
363915 I/T

25 MAY 1964



A

B



R

Alberca de Elizaburk
Por Poder

3.2.64