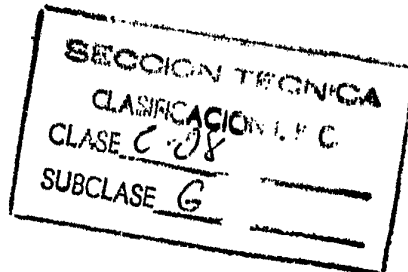




CAS 6

374893



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "UN METODO DE PREPARAR RESINAS ALQUIDICAS", a favor de la firma italiana SOCIETA ITALIANA RESINE S.p.A, residente en 33, Via Grazioli, MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un perfeccionamiento en el método de fabricar resinas alquídicas; concierne más particularmente a las sustancias resinosas obtenidas por modificación con aceites secantes de las sustancias obtenidas por la poli-condensación de ácidos policarboxílicos y alcoholes polihidroxílicos.

5.

En la preparación de resinas alquídicas, como es bien conocido, se condensan ácidos polibásicos tal como, por ejemplo ácidos isoftálico, adípico y azelaico, o anhídridos tales como los de ácido maleico o ftálico, con alcoho-

10.

POOR
QUALITY



374893

les polihidroxílicos tal como glicerina, penta-eritritol, trimetilol-propano y sorbitol.

5. Mediante la adición de aceites secantes durante la poli-condensación, es posible obtener resinas alquídicas modificadas para utilizar en varias clases de productos barnizantes.

10. Tales resinas no son totalmente satisfactorias para aquel propósito, sin embargo, especialmente con respecto al color, que presenta dificultades, por ejemplo, cuando se utilizan en la producción de esmaltes blancos, termoendurentes. Además existen a menudo dificultades en el secado de resinas alquídicas, con el resultado de que los productos obtenidos no endurecen plenamente.

15. Ahora se ha descubierto que es posible obtener resinas alquídicas de mejor color y con propiedades de secado buenas, mediante el método en el que descansa esta invención, que consiste substancialmente en el uso de ciertos aditivos durante la polimerización de los monómeros y en la aplicación de tratamiento especial a la substancia resinosa obtenida después de la polimerización.
- 20.

25. En particular, uno o más fosfitos orgánicos se adicionan a la mezcla reaccional durante la polimerización de los monómeros, siguiendo en que el producto resinoso de polimerización se trata con peróxido en presencia de sales metálicas, en la forma a ser descrita más adelante.

374893



Se observan condiciones y reactivos preferidos. El aceite secante y los compuestos polihidroxílicos son llevados conjuntamente en una etapa inicial de reacción, a temperaturas que se incrementan a aproximadamente 250°C en presencia de catalizadores de condensación.

Los aceites secantes que pueden utilizarse son aceite de soja, aceite de linaza, aceite de ricino deshidratado, aceite de semilla de algodón o aceite de coco mientras que los compuestos polihidroxílicos constan normalmente de glicerina en combinación con penta-eritritol, sorbitol o trimetilolpropano, como ejemplos.

Durante esta etapa, catalizadores, por ejemplo los hidratos, óxidos o carbonatos de metales alcalinos o alcalinoterreos se ponen en la cámara reaccional en cantidades tales como 0,003% a 0,1% por peso referido al aceite adicionado.

Las condiciones, esto es principalmente las cantidades relativas de los reactivos, se regulan, apropiadamente durante esta primera etapa de reacción de modo que se produzcan sustancias que son solubles en alcohol etílico.

Para ser más precisos la característica de solubilidad es mejor de forma que 10 partes por peso de alcohol se disuelvan en 1 parte por peso del producto reaccional.

Estas condiciones se pueden obtener, por ejemplo,

244497

= 4 =

374893



por el uso de relaciones molares (aceite secante a glicerina) entre 1:1,9 a 1:2,5.

5. Durante la segunda etapa de reacción, los productos de la primera reacción se condensan con ácidos policarboxílicos tal como, por ejemplo, ácidos isoftálico, adípico y azelaico, o con anhídridos de ácido tal como, por ejemplo, anhídrido ftálico y maleico. Esta etapa de reacción se debe realizar preferentemente en presencia de disolventes a una temperatura de 175°C a 250°C.

10. Además, se utilizan apropiadamente uno o más de los ácidos ya mencionados en cantidades tales que su contenido de productos reaccionales se encuentra entre 10% y 30% por peso.

15. Los tiempos reaccionales en particular, dan preferentemente, un producto de poli-condensación que tiene la gama de características siguientes:

valor pH - por debajo de 15.

viscosidad de Gardner - Y - Z4, cuando se determina en soluciones de esencia mineral destilada al 70%.

20.

K B - de 37 a 40.

25. Durante la segunda etapa de reacción, de acuerdo al método aquí propuesto, se adicionan fosfitos orgánicos - a ser precisos- fosfitos alquílicos, tal como, por ejemplo fosfito trimetilico y fosfito trietilico, o fosfitos arílicos, tal como, por ejemplo fosfito trifenílico -en la

374893



extensión desde 0,05% a 0,8% por peso referida a los monómeros puestos en reacción.

5. Para completar la polimerización, el producto de poli-condensación se trata con compuestos de peróxido y sales metálicas a temperaturas de 40°C a 100°C y por tiempo de 30 a 500 minutos.

Las sales metálicas que son apropiadas son ejemplo los naftenatos y octoatos de cobalto, plomo, manganeso, zinc, calcio, cobre, hierro, cerio y zirconio.

10. Las sales se utilizan preferentemente de 0,0001% a 0,15% por peso referido a las resinas alquídicas, calculándose el valor como metal.

15. Los peróxidos son preferentemente peróxidos de cetona metil-etílica, peróxido de cetona metil-isobutílica, peróxido de ciclo-hexanona, peróxido cumoílico e hidropéroxido tercibutílico. Los peróxidos que se utilizan preferentemente de 0,01% a 0,5% por peso referido a la resina alquídica.

20. Mediante este método sencillo y económicamente satisfactorio, es posible obtener resinas alquídicas que tienen características excelentes con respecto al color y propiedades de secado.

25. El comportamiento de las resinas producidas de acuerdo con la presente invención es remarcable, ya que se conoce que los fosfitos orgánicos actúan como inhibidores con respecto al secado.

374893

EJEMPLO 1

5. Un matraz equipado con agitación, un termómetro y medios para inyectar un gas inerte se carga con un mol de aceite de soja, dos moles de glicerina y 0,1 gramo de óxido cálcico.

Este se calienta a 250°C hasta que la sustancia obtenida sea soluble en alcohol etílico en la extensión de por lo menos una parte por peso del producto reaccional a 10 partes por peso de alcohol.

10. Luego se adicionan 3 moles de anhídrido ftálico, 0,3 moles de glicerina y 1,5 gramos de fosfito trifenílico.

15. A continuación, la temperatura se ajusta a 240°C y se mantiene en aquel nivel hasta que el producto obtenido tiene una viscosidad de Gardner de Z₂ cuando se determina en esencia mineral destilada al 70%.

Luego se aplica refrigeración a aproximadamente 170°C, seguido por dilución con esencia mineral destilada hasta que exista un (secado) de aproximadamente el 70%.

20. Finalmente, tras enfriar a 50°C, se adicionan 0,75 gramos de naftenato de cobalto y 1,7 gramos de peróxido de metil-etil cetona, manteniéndose la temperatura a aquel nivel durante 50 minutos.

La sustancia así obtenida tiene un color de 4

= 7 =

374893



sobre la escala de Gardner y tiene las propiedades de secaje siguientes:

- | | | |
|----|-----------------|------------|
| | Polvo exterior | - 1 hora |
| | Secado al toque | - 2 horas |
| 5. | Completo | - 16 horas |

EJEMPLO 2 (Comparativo)

Se sigue el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, pero sin la adición de fosfito trifenílico.

- La substancia resultante tiene un color de 7
10. sobre la escala de Gardner.

EJEMPLO 3 (Comparativo)

Se sigue el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, pero sin el tratamiento con naftenato de cobalto y peróxido de metil-etil cetona.

15. El producto resultante tiene las propiedades de secaje siguientes:

- | | | |
|--|-----------------|--------------------|
| | Polvo exterior | - 4 horas |
| | Secado al toque | - 5 horas |
| | Completo | - más de 24 horas. |

374893

⁸ 374893



REIVINDICACIONES

5. 1. Un método de preparar resinas alquídicas por la reacción de compuestos polihidroxílicos y compuestos policarboxílicos en presencia de aceites secantes; caracterizado por la adición, durante la etapa de condensación de monómero, de uno o más fosfitos alquídicos o arílicos en una cantidad
10. de 0,05% a 0,8% por peso referida a los monómeros y por el tratamiento de los productos de condensación con una sal metálica, y un compuesto de peróxido a una temperatura de 40°C a 100°C durante 30 a 500 minutos.
15. 2. Un método, según la reivindicación 1, en el que el fosfato se selecciona entre fosfito trimetílico, fosfito trietílico y fosfito trifenílico.
20. 3. Un método, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la sal metálica se selecciona de naftenatos y octoatos de calcio, plomo, manganeso, zinc, cobalto, cobre, hierro, cerio y zirconio.
4. Un método, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la sal metálica se utiliza en una cantidad de 0,0001% a 0,15% por peso referida a la resina

= 9 =

374893



1969

alquídica, calculada como metal.

5. Un método, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el peróxido se selecciona de peróxido de metiletilcetona, peróxido de metil-isobutilcetona, peróxido de ciclohexanona, peróxido de cumoilo e hidroperóxido tercibutílico.

6. Un método, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el peróxido se utiliza en una cantidad de 0,01% a 0,5% por peso referida a la resina alquídica.

10. 7. Un método de preparar resinas alquídicas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 9 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 24 DIC. 1969

p.a.

JAIME ISERN

P. P.

Firmado: LUIS REY PADILLA