

388404

P.- 46.920

Case
"T. 1258"
Rehecha I



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASE 008
SUBCLASE D

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de MONTECATINI EDISON S.p.A.

entidad italiana

con domicilio en Foro Buonaparte, 31, Milán, Italia

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA RETICULACION DE MATERIA
LES PLASTICOS Y PARA LA VULCANIZACION DE MATERIA
LES ELASTICOS"

(Clase Internacional C08d)

11.7.72

388404



El presente invento se refiere a una nueva serie de peróxidos orgánicos, y más particularmente a nuevos peróxidos derivados de cetonas que tienen un núcleo cicloalifático condensado con uno o más núcleos arílicos, y a la utilización de estos nuevos peróxidos para la vulcanización de elastómeros, para la reticulación de plastómeros y en calidad de iniciadores para polimerizaciones con radicales.

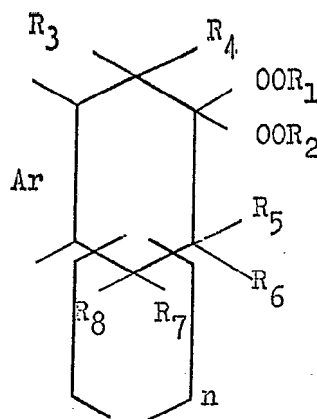
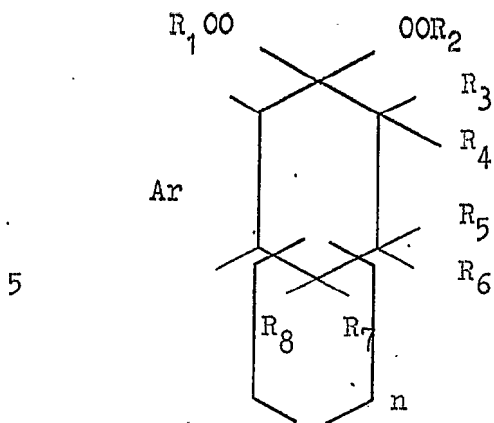
Los compuestos orgánicos de naturaleza peroxídica son particularmente importantes como generadores de radicales libres y, consiguientemente, en calidad de iniciadores para polimerizaciones de radicales, en calidad de agentes de reticulación para plastómeros, y en calidad de agentes vulcanizantes para elastómeros.

El presente invento proporciona un tipo particular de nuevos peróxidos orgánicos que tienen buena estabilidad y baja volatilidad a temperaturas mayores que la temperatura ambiente, particularmente apropiados e interesantes a la vez como agentes vulcanizantes para elastómeros y como agentes de reticulación para plastómeros.

El presente invento proporciona una nueva serie de peróxidos orgánicos caracterizados por la presencia de núcleos aril-cicloalifáticos que tienen de 5 a 6 átomos de carbono, condensados, comprendidos en las dos fórmulas generales:

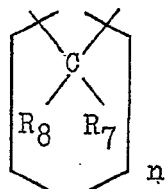
25

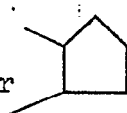
11.7.72



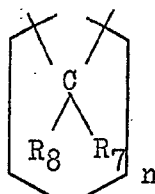
10

en que: "n" es igual a 0 ó 1, quedando anulado el radical en el caso de "n" igual a 0, convir

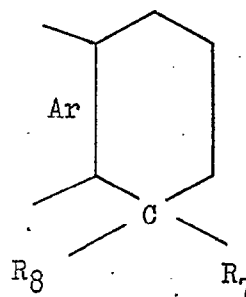


tiéndose la fórmula en  y englobando los compuestos que tienen un grupo arilo unido por condensación a un anillo cicloalifático de 5 átomos de carbono, y no quedando anulado el radical en el caso de "n"

20



igual a 1, convirtiéndose la fórmula en



25

11.7.72

388404



10 1972

y englobando los compuestos que tienen un grupo arilo unido por condensación a un anillo cicloalifático de 6 átomos de carbono;

5 R_1 y R_2 , iguales o diferentes entre sí, pueden ser radicales alcoholo, arilalcoholo, cicloalcoholo, arilcicloalcoholo, que pueden estar sustituidos por alcoholo o halógeno. Se prefieren grupos alcoholo terciarios, por ejemplo terbutilo, ter-amilo y cumilo;

10 R_3 , R_4 , R_5 y R_6 pueden ser hidrógeno, radicales alcoholo que pueden estar sustituidos por halógeno o por oxi, radicales cicloalcoholo o arilo, que pueden estar sustituidos por alcoholo, por halógeno o por oxi. Más particularmente, R_5 y R_6 pueden ser radicales peroxídicos $OO R_1$ y $OO R_2$ en que R_1 y R_2 tienen los significados arriba especificados;

15 R_7 y R_8 pueden ser hidrógeno, radicales alcoholo que pueden estar sustituidos por halógeno o por oxi, radicales cicloalcoholo o arilo, que pueden estar sustituidos por alcoholo, por halógeno o por oxi;

20 Ar puede ser un grupo arilo que tiene uno o más anillos condensados que pueden estar sustituidos por halógeno o por nitro y, además, también grupos que contienen hidroxilo, alcoxilatos o sulfonatos.

Ejemplos de compuestos del presente invento dentro de las fórmulas generales arriba citadas, incluyen:

25 a) 2,2-di-(ter-butil-peroxi)-indano;

11.7.72



- b) 1,1-di-(ter-butyl-peroxi)-indano;
- c) 1,1-3,3-tetra(ter-butylperoxi)-indano;
- d) 1,1-2,2-tetra(ter-butyl-peroxi)-indano;
- e) 2,2-di-(ter-butyl-peroxi)-1-metil-indano;
- 5 f) 1,1-di-(ter-butyl-peroxi)-2-metil-indano;
- g) 1,1-di-(ter-butyl-peroxi)-3-metil-indano;
- h) 1,1-di-(ter-butyl-peroxi)-4-metil-indano;
- i) 1,1-di-(ter-butyl-peroxi)-5-metil-indano;
- l) 2,2-di(cumil-peroxi)-indano;
- 10 m) 2,2-di(cumil-peroxi)-1-metil-indano;
- n) 1,1-3,3-tetra(ter-butyl-peroxi)-2-metil-inda
no;
- o) 1,1-di(ter-butyl-peroxi)-5-metoxi-indano;
- p) 1,1-di(ter-butyl-peroxi)-1,2,3,4-tetra-hidro
15 naftaleno;
- q) 2,2-di(ter-butyl-peroxi)-1,2,3,4-tetra-hidro
naftaleno;
- r) 2,2-di(cumil-peroxi)-1,2,3,4-tetrahidronafta
leno;
- 20 s) 1,1-di(ter-butyl-peroxi)-5-oxi-1,2,3,4-tetra
hidronaftaleno;
- t) 1-ter-butyl-peroxi-1-cumil-peroxi-indano;
- u) 2-ter-butyl-peroxi-2-cumil-peroxi-indano;

25

Los peróxidos o peroxicetales de este invento tie

11.7.72

388404



1972

nen la propiedad de tener una temperatura de descomposición relativamente elevada junto con buena estabilidad y baja volatilidad a temperaturas mayores de que la temperatura ambiente. Esta propiedad permite que dichos compuestos sean
5 incorporados apropiadamente tanto en elastómeros saturados en calidad de agentes vulcanizantes, como en plastómeros en calidad de agentes de reticulación, de una manera homogénea y sin dar lugar a los perturbadores fenómenos secundarios.

Los peroxicetales del presente invento pueden ser
10 preparados por métodos conocidos.

De acuerdo con una realización preferida, los peroxicetales del invento pueden ser preparados haciendo reaccionar un compuesto carbonílico, en particular una cetona cicloalifática con 5 ó 6 átomos de carbono (en las fórmulas
15 generales para $n = 0$ y $n = 1$ respectivamente) condensada con uno o más núcleos arílicos, disuelta en un disolvente apropiado con un hidroperóxido orgánico, en la presencia de un agente deshidratante, y, opcionalmente, de un catalizador de naturaleza ácida, a temperaturas comprendidas entre -40
20 y $+70^{\circ}\text{C}$, preferiblemente entre -20 y $+40^{\circ}\text{C}$:

Ejemplos de compuestos carbonílicos que se pueden utilizar para los fines de este invento pueden ser:

- a) Indanona-1;
- b) Indanona-2;
- 25 c) Indandiona-1,2;

11.7.72



- 5
- d) Indandiona-1,3;
e) Indantriona-1,2,3 (ó ninhidrina);
f) 1-metil-indanona-2;
g) 2-metil-indanona-1;
h) 3-metil-indanona-1;
i) 4-metil-indanona-1;
l) 5-metil-indanona-1;
m) 6-metil-indanona-1;
- 10
- n) tetralona-1 (ó 1-oxo-1,2,3,4-tetrahidronafta leno);
o) tetralona-2 (ó 2-oxo-1,2,3,4-tetrahidronafta leno);
p) 1-metil-indandiona-2,3;
q) 2-metil-indandiona-1,3;
- 15
- r) 5-metoxi-indanona-1;
s) 2-oxi-tetralona-1;
t) 5-oxi-tetralona-1;
u) 6-oxi-tetralona-1.

20 Los hidroperóxidos que se pueden utilizar en la reacción del invento están comprendidos en el grupo que con siste en monohidroperóxidos y dihidroperóxidos.

Ejemplos de tales compuestos incluyen:

25 ter-butil-hidroperóxidos y derivados sustituidos del mismo;

11.7.72

388404

10



cumil-hidroperóxido y derivados sustituidos del mismo;

di-isopropilbenceno-monohidroperóxido;

di-isopropilbenceno-di-hidroperóxido;

metil-ciclohexil-hidroperóxido;

5 2,5-dimetil-2,5-dihidroperoxi-hexano;

2,5-dimetil-2,5-dihidroperoxi-hexeno-3;

2,5-dimetil-2,5-dihidroperoxi-hexino-3;

mentan-hidroperóxido;

fenil-ciclohexil-hidroperóxido.

10

Los disolventes que se pueden emplear en la reacción se seleccionan del grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos lineales, hidrocarburos cicloalifáticos, hidrocarburos aromáticos; los hidrocarburos pueden estar sustituidos por halógeno.

15

La proporción molar de compuesto carbonílico a hidroperóxido se encuentra entre 1:2 y 1:10, preferiblemente entre 1:2,2 y 1:3.

Los catalizadores utilizados son los que tienen una naturaleza fuertemente ácida, tales como HCl y H_2SO_4 .

20

Los peroxicetales del presente invento son solubles en hidrocarburos alifáticos y aromáticos, clorados y no clorados.

Muestran poca solubilidad en frío y en alcoholes y en disolventes polares.

25

De acuerdo con otro aspecto particularmente in-

11.7.72

10 AGO



interesante de este invento, se ha encontrado que los peróxidos del presente invento actúan como excelentes agentes vulcanizantes para elastómeros saturados, como agentes reticuladores para plastómeros y como iniciadores para polimerizaciones de radicales.

La vulcanización se lleva a cabo a una temperatura entre 140 y 190° C, preferiblemente entre 150 y 170° C., durante periodos de 5 a 200 minutos, preferiblemente entre 5 y 15 minutos, utilizando un copolímero de etileno-propileno.

La concentración del peróxido se encuentra entre 0,5 y 10% en peso, preferiblemente entre 2 y 5% en peso, basado en el peso del elastómero.

Mezclas particularmente apropiadas para vulcanizar copolímeros de etileno/propileno tienen composiciones dentro de los siguientes márgenes:

Copolímero de etileno/propileno (proporción molar 1:1)	100 partes
Negro de humo HAF	20-80 "
ZnO (ó MgO)	1-10 "
Azufre	0,15-0,5 "
Peróxido	0,005-0,02 moles

Las ventajas más notables proporcionadas por la

388404

10 A



utilización de los peróxidos del presente invento en la vulcanización de elastómeros saturados y en la reticulación de plastómeros incluyen:

5

- 1) Cortos tiempos de vulcanización y baja temperatura de vulcanización;
- 2) Ausencia de fenómenos de "eflorescencia" ó "formación de pelusilla"
- 3) La mayor eficacia de los nuevos peróxidos permanece inalterada incluso en la presencia de materiales de carga, agentes reforzantes, aditivos, co-agentes, plastificantes, pigmentos y anti-oxidantes ya conocidos en la técnica anterior.

10

15

Los ejemplos que siguen se presentan para ilustrar con más detalle el invento.

Ejemplo N. 1.-

20

20 cm³ de n-hexano, 60 cm³ de benceno, 20 g de indanona-2 y 10 g de cloruro de calcio triturado se introdujeron en un matraz provisto de un agitador.

Esta mezcla fué agitada, fué enfriada a 0°C y en el espacio de 5 minutos se le añadieron 80 g de hidroperóxido de ter-butil al 73%.

25

La temperatura fué aumentada de este modo a 5-6°

11.7.72

388404

10 AGO. 1972

0 y fué llevada de nuevo a 0°C, y en el espacio de 12 minutos se introdujeron gota a gota 8 cm³ de HCl al 36%.



5 La temperatura fué aumentada nuevamente hasta 3-5°C y la mezcla fué agitada durante 5 horas. Al final de este periodo se añadieron 50 g de agua y de hielo, y las dos fases fueron separadas.

10 La fase orgánica fué lavada con agua, luego con NaOH acuoso al 5% y luego nuevamente con agua. La fase orgánica fué secada luego sobre sulfato de magnesio anhidro y después fué filtrada. A continuación, el disolvente fué evaporado bajo vacio a 40°C, para obtener de este modo 49,5 g de residuo. Por cristalización en 100 cm³ de metanol se obtuvieron 39 g de un producto cristalino blanco que fué identificado como 2,2-di(ter-butil-peroxi)indano.

15 El producto obtenido mostró las siguientes características:

Punto de fusión:	43 - 45°C
Temperatura de descomposición:	110°C
20 Vida media a 118°C:	30 minutos
Oxígeno activo:	10,84%
Indice yodométrico:	99,85%
Contenido de Carbono:	encontrado: 69,2%
	calculado: 69,4%

25

11.7.72

388404

10



Contenido de hidrógeno: encontrado: 8,9%
calculado: 8,85%

Ejemplo N. 2.-

5

20 g de n-hexano, 50 cm³ de benceno, 10 g de indanona-1 y 5 g de cloruro de calcio triturado fueron introducidos en un matraz provisto de un agitador.

10

A continuación la mezcla fué agitada a 0°C y en el espacio de 5 minutos se añadieron gota a gota 60 g de hidroperóxido de ter-butyl al 77%. Después de 10 minutos se añadieron gota a gota lentamente 5 cm³ de HCl al 36% en el espacio de 10 minutos, teniéndose cuidado de no superar la temperatura de 45°C.

15

A continuación la mezcla fué agitada durante 4 horas a una temperatura comprendida entre 0 y 5°C, y al final de esto fué recogida con 50 cm³ de agua fría, la capa orgánica fué lavada luego con agua, con NaOH acuoso al 5%, y finalmente de nuevo con agua.

20

El conjunto fué secado después sobre MgSO₄ anhidro, y el disolvente fué evaporado bajo vacío a 30 - 35°C hasta alcanzar una presión residual de 0,2 mm de Hg.

25

De este modo se obtuvieron 16,5 g de un producto líquido oleoso, identificado como 1,1-di(ter-butyl-peroxi)-indano que tenía las siguientes características:

11.7.72

388404

10



Temperatura de descomposición:		130°C
Vida media a 145°C:		30 minutos
Oxígeno activo:		8,50%
Índice yodométrico:		78,2%
5	Contenido de carbono:	encontrado: 68,8%
		calculado: 69,4%
	Contenido de hidrógeno:	encontrado: 9,0%
		calculado: 8,85%

10

Ejemplo N. 3.-

40 cm³ de n-hexano, 25 cm³ de benceno, 10 g de tetralona-2 y 5 g de cloruro de calcio anhidro triturado fueron introducidos en un matraz provisto de un agitador.

15

A continuación, la mezcla fué enfriada, bajo agitación constante, a 0°C, y, en el espacio de 10 minutos, se añadieron gota a gota 30 g de hidroperóxido de ter-butilo al 73%. Después de esto, mientras se mantenía la temperatura a 0°C, se introdujeron con mucha lentitud (en el espacio de 15 minutos) 5 cm³ de HCl al 36%.

20

A continuación, la mezcla fué agitada durante 4 horas a 0°C, la fase orgánica fué lavada con agua, con NaOH acuoso al 5% y nuevamente con agua.

25

La solución fué secada después sobre MgSO₄ anhidro y fué evaporada bajo vacío a 30°C, hasta una presión

11.7.72



residual de 0,25 mm de Hg, con el fin de eliminar el disolvente.

De este modo se obtuvieron 16,5 g de un residuo oleoso identificado como 2,2-di(ter-butil-peroxi)-1,2,3,4-tetrahidro-naftaleno. El producto mostró las siguientes características:

$$n_D^{25} = 1,4880$$

$$d_D^{20} = 0,97$$

10	Temperatura de descomposición:	124°C
	Vida media a 130°C:	30 minutos
	Oxígeno activo:	9,08%
	Índice yodométrico:	87,3%
	Contenido de carbono: encontrado:	70,1%
15		calculado: 70,1%
	Contenido de hidrógeno: encontrado:	9,1%
		calculado: 9,1%

Ejemplo N. 4.-

20

30 cm³ de n-hexano, 20 cm³ de benceno, 5 g de in danona-2- y 5 g de cloruro de calcio anhidro triturado fueron introducidos en un matraz provisto de un agitador.

25

Después de esto, se añadieron gota a gota en el espacio de 20 minutos, a -20° C, 60 g de hidroperóxido de

11.7.72



cumeno al 57%, disueltos en hexano. Mientras se mantenía esta temperatura de -20°C , se añadieron a la solución 5 gotas de HCl al 36 %. A continuación, la mezcla fué agitada durante 2 horas a la misma temperatura y al final de este periodo la fase orgánica fué separada de la mezcla. La fase orgánica fué lavada con agua, con NaOH acuoso al 5% y nuevamente con agua. Después, la solución fué secada sobre sulfato de magnesio anhidro, fué filtrada y el disolvente fué evaporado a $25-30^{\circ}\text{C}$ hasta alcanzar una presión residual de 0,2 mm de Hg.

De este modo se obtuvieron 1,2 g de un líquido oleoso identificado como 2,2-di-cumil-peroxi-indano, que tenía las siguientes características:

15	Temperatura de descomposición:	90°C
	Vida media a 105°C :	30 minutos
	Oxígeno activo:	7%
	Índice yodométrico:	91,5%
	Contenido de carbono: encontrado:	76%
20		calculado: 77,6%
	Contenido de hidrógeno: encontrado:	7,4%
		calculado: 7,2%

Ejemplo N. 5.-

25

11.7.72

388404

10 A



80 cm³ de n-hexano, 10 g de tetralona-1 y 5 g de cloruro de calcio triturado fueron introducidos en un matraz equipado con un agitador.

5 Después de esto, a lo largo de 5 minutos a 0-5°C, se añadieron gota a gota 50 g de hidroperóxido de ter-butilo al 73%. Manteniendo todavía la temperatura entre 0 y 5°C, se añadieron luego a la mezcla durante 10 minutos, 8 cm³ de HCl al 36%.

10 A continuación la mezcla fué agitada a esta temperatura durante 4 horas, la fase orgánica fué separada y fué lavada con agua, con NaOH acuoso al 5% y nuevamente con agua.

15 La solución orgánica fué secada sobre sulfato de magnesio anhidro, después fué filtrada y el disolvente fué destilado a 35-40°C hasta alcanzar un vacío residual de 0,2 mm de Hg.

20 De este modo se obtuvieron 8 g de un residuo líquido de color amarillo identificado como 1,1-di-(ter-butilperoxi)-1,2,3,4-tetralina, que tenía las siguientes características:

n _D ²⁵	=	1,4450
Temperatura de descomposición:		125°C
Vida media a 115°C:		30 minutos
25 Oxígeno activo:		6,35%

11.7.72.



Indice yodométrico:		61,2%
Contenido de carbono:	encontrado:	69,4%
	calculado:	70,1%
Contenido de hidrógeno:	encontrado:	9,2%
	calculado:	9,1%

5

Ejemplo N. 6.-

10 50 cm³ de benceno, 5 g de indandiona-1,3 y 5 g de cloruro de calcio anhidro triturado fueron introducidos en un matraz provisto de un agitador. En el espacio de 10 minutos se añadieron luego, a 0°C, 65 g de hidroperóxido de ter-butilo al 78% y después, todavía a la misma temperatura, 5 cm³ de HCl al 36%.

15 A continuación la mezcla fué agitada durante 4 horas y 30 minutos a 0°C; de este modo, la fase orgánica fué separada y fué lavada con agua, con NaOH acuoso al 5% y nuevamente con agua. Después de esto la solución orgánica fué secada sobre sulfato de magnesio anhidro, fué filtrada y el disolvente fué destilado bajo vacío a 30-35°C.

20 Se obtuvo un residuo sólido ligeramente amarillo (11,3 g) que fué identificado como 1,1,3,3-tetra(ter-butil-peroxi)-indano; mostró las siguientes características:

25

11.7.72

388404



Temperatura de descomposición:	125°C
Vida media a 125°C:	30 minutos
Oxígeno activo:	10,93%
Índice yodométrico:	76,4%
5 Contenido de carbono:	encontrado: 64,7%
	calculado: 63,8%
Contenido de hidrógeno:	encontrado: 8,4%
	calculado: 8,9%

10

Ejemplo N. 7.-

Los ensayos de vulcanización se llevaron a cabo con mezclas de un copolímero de etileno-propileno. En la tabla 1 se comparan los grados de vulcanización determinados sobre mezclas equivalentes que contienen, en calidad de peróxidos, respectivamente:

15

- 2,2-di(ter-butil-peroxi)indano,
- 2,2-di(cumil-peroxi)indano,
- 20 -1,1-3,3-tetra(ter-butil-peroxi)-indano,
- 2,2-di(ter-butil-peroxi)-1,2,3,4-tetrahidronaftaleno,
- peróxido de dicumilo.

25

El grado de vulcanización fué determinado a una temperatura constante (a 177°C) en un reómetro Monsanto TM-10.

11.7.72



Las mezclas utilizadas tenían la siguiente composición:

5	Copolímero de etileno-propileno (proporción molar 1:1)	= 100 partes
	Negro de humo HAF	= 50 "
	ZnO (ó MgO)	= 3 "
	Azufre	= 0,32 "
10	Peróxido	= 0,01 moles

La Tabla número 2 compara las características físicas de los productos vulcanizados obtenidos por la utilización de:

- 15
- 2,2-di(ter-butil-peroxi)-indano;
 - 2,2-di(ter-butil-peroxi)-1,2,3,4-tetrahidronaftaleno;
 - 1,1-3,3-tetra(ter-butil-peroxi)indano.

20

Con tiempos de vulcanización comprendidos entre 5 y 60 minutos a 150°C, con los de los productos vulcanizados obtenidos utilizando peróxido de dicumilo a 165°C durante 30 minutos (siendo éstas las condiciones óptimas para el peróxido de dicumilo).

25

A partir de los resultados especificados en la Tabla número 2 aparece evidente como a una baja temperatura corresponde un elevado grado de vulcanización y mejores

388404

10



características físicas de producto vulcanizado obtenido con los peróxidos de este invento, comparado con las características físicas obtenidas utilizando peróxido de dicumilo.

11.7.72



Peróxido		Vulcanización en el reómetro		
Tipo	Partes por 100 g de copolímero de etileno/propileno		Temperatura de vulcanización °C	Tiempo de vulcanización, minutos
	g 100%	moles		
	2,94	0,01	177	5
	4,22	"	"	14
	4,70	"	"	7
	3,08	"	"	6
Peróxido de dicumilo	2,70	0,01	177	14



10 972

Peróxido

Tipo

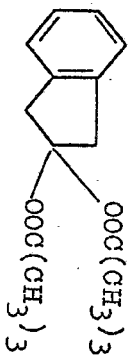
Partes por 100 partes de copo límero de etileno/propileno

Tiempo de vulcanización a 150°C en minutos

Propiedades físicas de los productos vulcanizados

Resistencia a la tracción kg/cm ²	Alargamiento en la rotura %	Módulo con 100% de alargamiento kg/cm ²	Módulo con 200 % de alargamiento kg/cm ²	Módulo con 300 % de alargamiento kg/cm ²	Dureza Shore A
--	-----------------------------	--	---	---	----------------

388404



0,015 4,41

5
10
15
30
60

193
196
205
204
211

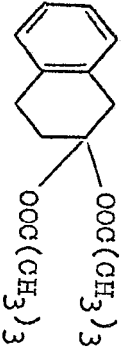
460
420
460
460
470

24
25
22
23
25

59
61
67
61
62

114
124
116
123
118

65
65-66
66
66
66



0,015 4,62

5
10
15
30
60

205
217
214
217
215

500
430
430
410
430

28
33
31
37
35

63
77
76
84
78

115
140
134
154
138

68
69-70
70
70
70

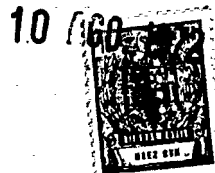
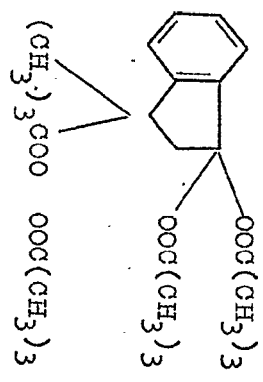


Tabla número 2 (continuación)

388404



0,005	2,35	5	96	600	14	26	43	62
		10	173	550	21	43	79	65
		15	202	500	20	56	105	67
		30	206	430	31	69	123	69
		60	199	440	31	70	129	70
0,008	3,76	5	169	490	23	53	94	65
		10	194	330	36	93	163	68
		15	190	320	37	100	176	69-70
		30	171	270	43	117	-	70-71
		60	185	300	40	103	-	70-71

Peróxido de dicumilo 0,01 2,70 16590 x 30 min. 180 410 21 58 119 65-66

388404

10 A



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Italia, el 19 de febrero de 1.970, bajo el número 20830 A/70, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

Reivindicaciones

10

15

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:

20

1.- Un procedimiento para la reticulación de materiales plásticos y para la vulcanización de materiales elásticos caracterizado porque a los materiales citados a vulcanizar se les incorpora, en calidad de iniciador, una cantidad adecuada de un peróxido orgánico caracterizado por la presencia de núcleos arilcicloalifáticos con 5 ó 6 átomos de carbono condensados, incluidos en las fórmulas generales

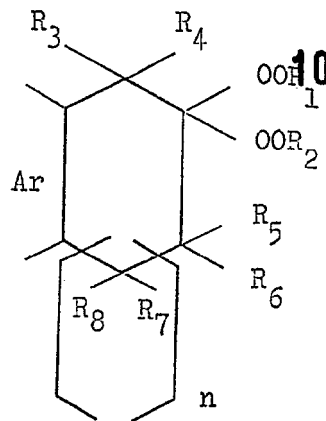
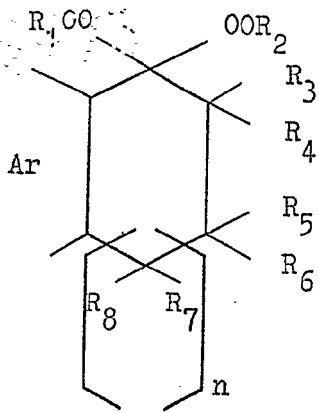
25

11.7.72

[Handwritten signature]



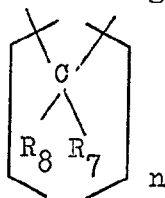
5

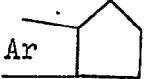
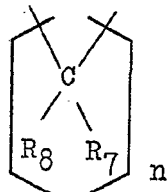


10

en que: "n" es igual a 0 ó 1, quedando anulado el radical en el caso de "n" igual a 0, convir

15

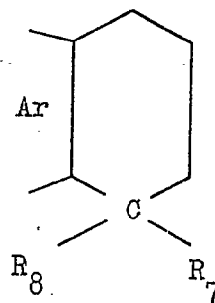


tiéndose la fórmula en  y englobando los compuestos que tienen un grupo arilo unido por condensación a un anillo cicloalifático de 5 átomos de carbono, y no quedando anulado el radical  en el caso de "n"

20

igual a 1, convirtiéndose la fórmula en

25



11.7.72

Handwritten signature or initials.

388404

10 A



y englobando los compuestos que tienen un grupo arilo unido por condensación a un anillo cicloalifático de 6 átomos de carbono; R_1 y R_2 , iguales o diferentes entre sí, pueden ser radicales alcoholo, arilalcoholo, cicloalcoholo, arilciclo alcoholo que pueden estar sustituidos por alcoholo o halógeno; se prefieren grupos alcoholo terciarios tales como ter-butilo, ter-amilo y cumilo; R_3 y R_4 , R_5 y R_6 pueden ser hidrógeno, radicales alcoholo que pueden estar sustituidos por halógeno o por oxi, radicales cicloalcoholo o arilo que pueden estar sustituidos por alcoholo, por halógeno o por oxi, y más particularmente R_5 y R_6 pueden ser radicales peroxídicos $OO R_1$ y $OO R_2$ en que R_1 y R_2 tienen los significados arriba indicados; R_7 y R_8 pueden ser hidrógeno, radicales alcoholo que pueden estar sustituidos por halógeno o por oxi; Ar puede ser un grupo arilo que tiene uno o más anillos condensados que pueden estar sustituidos por alcoholo, halógeno o nitro, y además hidroxilo que contiene grupos alcoxilatos o sulfonato, además de otros materiales adecuados para la reticulación o vulcanización, tales como negro de humo, óxido de cinc, óxido de magnesio, azufre; porque la composición así preparada se dispone en un molde o recinto de vulcanización y se lleva a cabo ésta a una temperatura comprendida entre 140 y 190°, con preferencia entre 150 y 170°, durante un tiempo comprendido entre 5 y 200 minutos, con preferencia durante un tiempo comprendido entre 5 y 15 minutos.

11.7.72



2.- Un procedimiento de vulcanización según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente vulcanizante se incorpora 2,2-di(ter-butil-peroxi)-indano.

5 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-di(ter-butil-peroxi)-indano.

4.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-3,3-tetra(ter-butil-peroxi)-indano.

10 5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-2,2-tetra-(ter-butil-peroxi)-indano.

15 6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 2,2-di(ter-butil-peroxi)-1-metil-indano.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-di(ter-butil-peroxi)-2-metil-indano.

20 8.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-di(ter-butil-peroxi)-3-metil-indano.

9.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-di(ter-butil-peroxi)-4-metil-indano.

25 10.- Un procedimiento según la reivindicación 1,

11.7.72.

388404

10 AGO



caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-di(ter-butil-peroxi)-5-metil-indano.

5 11.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 2,2-di(cumil-peroxi)-indano.

12.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 2,2-di(cumil-peroxi)-1-metil-indano.

10 13.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-3,3-tetra(ter-butil-peroxi)-2-metil-indano.

15 14.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-di(ter-butil-peroxi)-5-metoxi-indano.

15.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 1,1-di(ter-butil-peroxi)-1,2,3,4-tetrahidro-naftaleno.

20 16.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se incorpora 2,2-di(ter-butil-peroxi)-1,2,3,4-tetrahidro-naftaleno.

25 17.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente de vulcanización se

11.7.72

13



incorpora 2,2-di(cumil-peroxi)-1,2,3,4-tetrahidro-naftale
no.

5 18.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque como agente de vulcanización se incor
pora 1,1-di(ter-butil-peroxi)-5-oxi-1,2,3,4-tetrahidro-naf
taleno.

10 19.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque como agente de vulcanización se incor
pora 1-ter-butil-peroxi-1-cumil-peroxi-indano.

20.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque como agente de vulcanización se incor
pora 2-ter-butil-peroxi-2-cumil-indano.

15 21.- Un procedimiento para la reticulación de ma
teriales plásticos y para la vulcanización de materiales
elásticos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante
cede, y para los fines que se han especificado.

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

10 AGO. 1972

Madrid,

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder.

11.7.72

A.R.A.

hp