

40499 5



PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 13 864-Sp.

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I. P. C.

CLASE _____

SUBCLASE _____

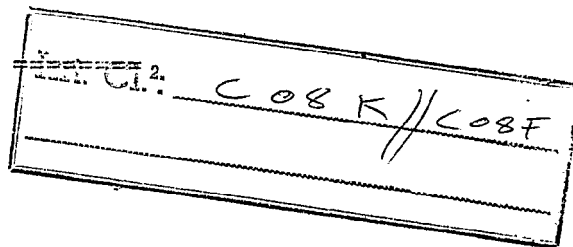
Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento de obtención de iniciadores para la polimerización de compuestos insaturados.

=====

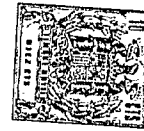
Solicitante BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.



El objeto de la presente invención es un procedimiento para preparar iniciadores formadores de radicales, a temperatura ambiente, para la polimerización de compuestos insaturados, cuyos iniciadores están compuestos por los componentes:

5.

404995



- 2 -

- A) peróxidos, preferentemente hidroperóxidos
- B) compuestos solubles de vanadio
- C) ácidos fosforosos y
- D) α -hidroxicetonas.

5. La nueva mezcla iniciadora reduce considerablemente el tiempo de polimerización de compuestos insaturados, lo que significa un considerable progreso en los actuales procedimientos de polimerización efectuados en forma racional, especialmente en instalaciones de moldeo, y de revestimiento, ya que con la mezcla iniciadora de la presente invención se pueden fabricar mayores cantidades, o números de unidades, por unidad de tiempo en las instalaciones existentes.

10. Los tiempos de polimerización grandemente acortados, que se logran con la nueva mezcla iniciadora en los compuestos insaturados, se originan por la cooperación específica de los cuatro componentes de la mezcla iniciadora. Al suprimir ya uno solo de estos componentes, por ejemplo, el componente D y/o C, o al emplear otros metales, por ejemplo, cobalto, en lugar del componente B, se logran unos tiempos de polimerización considerablemente prolongados que, en comparación con las mezclas iniciadoras de dos componentes usuales, que se componen de un peróxido y de un compuesto metálico, ya no presentan ventaja alguna.

15. Ya se conocen mezclas de 1 - 3 de los 4 componentes arriba indicados como iniciadores para la polimerización de compuestos insaturados (por ejemplo, DAS 1.070.819, 1.150.805, DOS 1.544.675, DAS 1.158.707). Sin embargo en ninguna de estas solicitudes se describe la ven

20.

25.

30.

404995

- 3 -



tajosa combinación de los 4 componentes iniciadores de la presente invención para la polimerización de compuestos insaturados a temperatura ambiente, cuya ventaja, en comparación con las mezclas de iniciadores conocidos, se explica en los ejemplos del procedimiento de la invención y en los ejemplos comparativos.

Los compuestos insaturados, radicalmente polimerizables, son, por ejemplo, ésteres o amidas de ácido acrílico o metacrílico, tales como metacrilato de metilo, big metacrilato de etilenglicol, (met)acrilatos de resinas epoxi, acrilonitrilo, ésteres de vinilo, tales como acetato o benzoato de vinilo, adipato de divinilo, vinilcetonas, haluros de vinilo, éteres de vinilo, ésteres de alilo, tal como acetato de alilo, ftalato de dialilo, cianurato de trialilo, isoftalato de dimetalilo, acrilato de alilo, estireno, estirenos sustituidos, tales como viniltolueno, α -metilestireno, estirenos halogenados y divinilbenceno.

De especial interés es el empleo de la mezcla de iniciadores para la polimerización de mezclas de compuestos insaturados, radicalmente polimerizables, con poliésteres insaturados, que contienen restos de ácidos dicarboxílicos α , β -insaturados y, en caso dado, resto con configuración aliléter, además, para la polimerización de la mezclas de los compuestos mencionados, por ejemplo, de metacrilato de metilo monómero con metacrilato de polimetilo, de los llamados jarabes de polímero, que se emplean como masas de moldeo y de revestimiento.

Como componente A en la mezcla de iniciadores son adecuados: los peróxidos, preferentemente los hidroperóxidos

404995



- 4 -

dos, tales como el hidroperóxido de ciclohexanona, el hidroperóxido de metiletilcetona, el hidroperóxido de cumeno, pero también el peróxido de di-terc-butilo, bis-(terc.butilperoxibutano), peróxido dicumílico, peróxido terc.butilcumílico, peróxido benzóilico y otros. Se emplean en las cantidades usuales, preferentemente, sin embargo, en cantidades de un 0,1 % en peso a un 5 % en peso, referido a la suma de los compuestos insaturados.

5. Como componente iniciador B son adecuados los com
10. puestos solubles de vanadio tri- a penta-valente, tales como el cloruro de vanadio-III, el cloruro de vanadio-IV, el p-toluenosulfonato de vanadio, el acetato de vanadilo, el octoato de vanadilo, los complejos de vanadio y vanadi
15. lo con acetilacetona, la acetilbenzoilacetona, los oxalacetatos y otros, los fosfatos parciales de vanadio, los ésteres de ácidos de vanadio, tales como el ortovanadato de terc.butilo. El componente iniciador B se emplea en cantidades de aproximadamente 0,1 a unas 100 partes en peso, calculado para el metal de vanadio y referido a 1 millón
20. de partes de la suma de los compuestos insaturados.

Los mencionados compuestos de vanadio se disuelven en los compuestos insaturados polimerizables o con ayuda de aditivos facilitadores de la solución, entre los cuales se encuentran también los ácidos fosforosos del componen
25. te C.

Como componente iniciador C son adecuados los ácidos fosforosos, tales como el ácido fosfórico, el ácido polifosfórico, el ácido pirofosfórico, el ácido fosforoso, así como los ésteres ácidos de los ácidos mencionados,
30. siendo especialmente ventajoso si los ácidos, o bien sus

404995

- 5 -



ésteres ácidos, se encuentran en exceso con respecto al equivalente de vanadio, lo que corresponde a cantidades de 0,001 - 5 % en peso de fósforo, referido a la mezcla polimerizable.

5. Como componente iniciador D son adecuados las α -hidroxicetonas alifáticas, cicloalifáticas, aromáticas o aromático-(ciclo)-alifáticamente sustituidas, tales como el acetol, la dihidroxiacetona, la benzoina, la α -hidroxiciclohexanona, la α -hidroxiciclopentanona, la benzoina, la α -hidroximetilbenzoina, las benzoinas sustituidas en el núcleo y similares. Especialmente activas son las α -hidroxicetonas alifáticamente sustituidas.

10. Las α -hidroxicetonas se emplean en cantidades de 0,001 - 10 % en peso, preferentemente 0,005 - 3,0 % en peso, referido a la mezcla polimerizable. Se disuelven en los compuestos insaturados polimerizables. En caso de presentarse como dímeros de difícil solubilidad se pueden emplear reducidas cantidades de disolvente para los dímeros o introducirlos bajo agitación a una temperatura por encima de su punto de fusión.

15. Se obtienen productos de polimerización casi incoloros si como componente iniciador D, se emplea, por ejemplo, dihidroxiacetona, α -hidroxiciclohexanona ó α -hidroxiciclopentanona, que por esta razón tienen especial preferencia. Algunas α -hidroxicetonas no solo aceleran la polimerización de resinas de poliéster insaturadas secadas al aire, sino también el secado de las superficies de los polímeros expuestos al aire. Entre estos se encuentran: dihidroxiacetona, acetol, α -hidroxiciclohexanona y α -hidroxiciclopentanona.

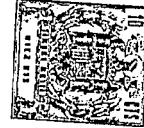
20.

25.

30.

404995

- 6 -



- La mezcla de iniciadores obtenida según la presente invención produce un considerable acortamiento del tiempo de polimerización. Como medida para este puede servir el tiempo de gelificación. Este se puede acortar,
5. como se demuestra en los ejemplos, en la polimerización de un jarabe de metacrilato de polimetilo, a temperatura ambiente, con el sistema iniciador de 4 componentes, según la presente invención, a unos 20 minutos, en comparación con las 5 horas necesarias sin el componente D. El
10. tiempo de gelificación de la solución de estireno de un poliéster insaturado a temperatura ambiente se puede acortar con el sistema iniciador de 4 componentes a 90 segundos en comparación con 25 minutos sin el componente C. Los sistemas iniciadores de tres componentes empleados como comparación son los usualmente conocidos.
- 15.

- Con el sistema iniciador de 4 componentes según la presente invención se pueden polimerizar también monómeros líquidos a temperatura ambiente. Así, se puede polimerizar con él, por ejemplo, también acetato de vinilo
20. monómero en el plazo de 30 minutos, a temperatura ambiente, a un jarabe de polímero, lo que con el componente D dura unas 30 horas. Aquí puede ser conveniente adicionar el componente A en porciones.

- La obtención de las mezclas polimerizables a temperatura ambiente se puede efectuar de distintas formas:
- 25.

- El componente iniciador D se disuelve en el compuesto insaturado, siendo en caso dado ventajoso fundirlos previamente. Después se pueden introducir los componentes iniciadores C y B y después A, o bien proceder a
30. la inversa.

404995

- 7 -



También se puede, por ejemplo, disolver el componente iniciador A en una parte del compuesto insaturado y los componentes iniciadores B, C y D, juntos, en otra parte del compuesto insaturado. Después de mezclar ambas partes se inicia la polimerización. También aquí son posibles otras combinaciones.

5.

En una elaboración en la industria de las lacas se puede trabajar también según el llamado procedimiento de imprimación activa; por ejemplo, se pueden aplicar sobre las bases los componentes iniciadores A y C juntos, por ejemplo, con nitrocelulosa y disolvente inerte como película, en la llamada imprimación activa. Después de recubrir esta imprimación activa, por ejemplo, con solución de estireno de un poliéster insaturado, que contenga los componentes iniciadores B y D, se forma en breve tiempo una película de laca endurecida.

10.

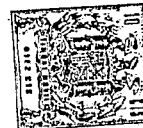
15.

En forma similar son también posibles otras combinaciones de las cuales alguna ofrece cualquier ventaja de elaboración.

20. Naturalmente, la polimerización de los compuestos insaturados con la mezcla de iniciadores de la presente invención se puede efectuar en presencia de materiales de carga, pigmentos, colorantes, espesadores, parafinas, absorbedores de los rayos ultravioleta, disolventes inertes, agentes de alisamiento y agentes auxiliares similares. Según la proporción entre el material de carga y el compuesto insaturado polimerizable se obtienen masas de aplicación por espátula o masillas, masas de resina coleables o pulverizables que, a temperatura ambiente, polimerizan en breve tiempo a masas moldeadas, piezas moldeadas y reves-

25.

30.



timientos.

Ejemplos

En los ejemplos siguientes se emplearon dos poliésteres insaturados cuya composición en partes en peso se indica a continuación. Se preparan en forma conocida por condensación en fusión y se disuelven en estireno.

	Poliéster I PE 1	Poliéster 2 PE 2
10. Anhídrido maleico	588	980
Anhídrido ftálico	592	-
Propilenglicol-1,2	798	730
Trimetilolpropanodialiléter	-	856
Hidroquinona	-	0,48
Toluhidroquinona	0,36	-
15. Características de las soluciones en estireno:		
Contenido en materia sólida	54 %	54 %
Viscosidad (Viscosímetro de caída de bola según Höppler) (20°C)	240 cP	110 cP
índice de acidez	19	14

20. Para demostrar la especificidad de la mezcla de iniciadores de la presente invención se efectúa la polimerización de la solución de poliéster insaturada PE 1 con hidroperóxido de ciclohexanona como componente A, diferentes soluciones de vanadio como componente B, y en combinación con y sin fosfato ácido como componente C, así como con y sin dihidroxiacetona como componente D, como comparación.

Realización

30. En tubos de ensayo se mezclan en cada caso 10 g de soluciones de PE-1 en la siguiente secuencia con las can-

404995



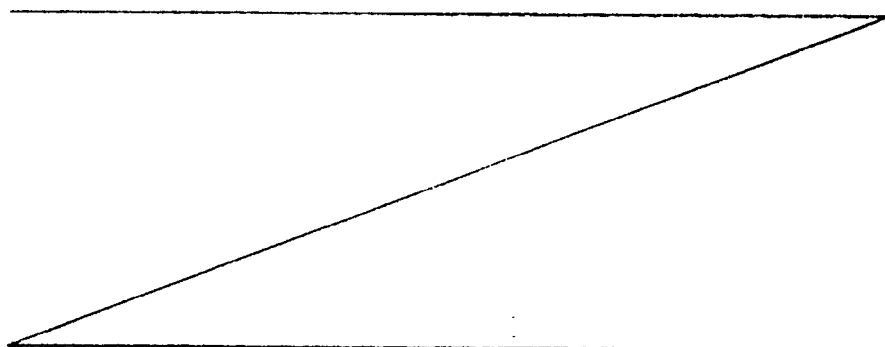
- 9 -

- tidades en gramos mencionadas de dihidroxiacetona fundida (componente D), fosfato ácido (componente C), pasta de peróxido (componente A) y finalmente solución de vanadio (componente B) y a continuación se determina en el
5. termostato a 20°C el tiempo de gelificación. La solución de vanadio I (componente B) contiene ya fosfato ácido (componente C).

Abreviaciones en la tabla I - V.

10. 1) Pasta peróxido AP: hidroperóxido de ciclohexanona, al 50 % en ftalato dibutílico.
- 2) Solución de vanadio I: Solución de V_2O_5 en fosfato de n-butilo ácido en tolueno (contenido en fósforo = 2,7 %; proporción molar entre vanadio:fosfato = 1:9).
15. Solución de vanadio II: Solución de p-toluenosulfonato de vanadilo en isopropanol y xileno.
- Solución de vanadio III: Solución de acetilacetato de vanadilo en dimetilformamida.
20. Solución de vanadio IV: Solución de cloruro de vanadilo en etanol.

Todas las soluciones de vanadio se han ajustado a un contenido de un 0,5 % en peso de vanadio.



404015

- 10 -



404015

- 10 b1. -

T A B L A I

Ejemplo N ^o .	1	1a	2	2a	2b	3	3a	3b	4	4a	4b	4c
<u>Componente A</u>												
Pasta peróxido AP	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
<u>Componente B+C</u>												
Solución de vanadio I	0,10	0,10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<u>Componente B</u>												
Solución de vanadio II	-	-	0,10	0,10	0,10	-	-	-	-	-	-	-
" " III	-	-	-	-	-	0,10	0,10	0,10	-	-	-	-
" " IV	-	-	-	-	-	-	-	-	0,10	0,10	0,10	0,10
<u>Componente C</u>												
fosfato de diisooctilo	-	-	0,20	-	-	0,20	-	-	0,10	-	-	0,10
<u>Componente D</u>												
Dihidroxii-acetona	0,05	-	0,05	0,05	-	0,05	0,05	-	0,05	0,05	-	-
Tiempo de gelificación (Min)	0,5	11	1	6	6	1,5	25	25	1	4	5	7

494995

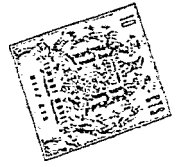
- 10 -



T A B L A I

Ejemplo N ^o .	1	1a	2	2a	2b	3
<u>Componente A</u>						
Pasta peróxido AP	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40 (
<u>Componente B+C</u>						
Solución de vanadio I	0,10	0,10	-	-	-	-
<u>Componente B</u>						
Solución de vanadio II	-	-	0,10	0,10	0,10	-
" " " III	-	-	-	-	-	0,10 (
" " " IV	-	-	-	-	-	-
<u>Componente C</u>						
fosfato de diisooctilo	-	-	0,20	-	-	0,20
<u>Componente D</u>						
Dihidroxi-acetona	0,05	-	0,05	0,05	-	0,05 (
Tiempo de gelificación (Min)	0,5	11	1	6	6	1,5

404905



- 10 bis -

2b	3	3a	3b	4	4a	4b	4c
1,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
-	-	-	-	-	-	-	-
1,10	-	-	-	-	-	-	-
-	0,10	0,10	0,10	-	-	-	-
-	-	-	-	0,10	0,10	0,10	0,10
-	0,20	-	-	0,10	-	-	0,10
-	0,05	0,05	-	0,05	0,05	-	-
6	1,5	25	25	1	4	5	7



- La tabla I demuestra el importante acortamiento del tiempo de gelificación en los ejemplos según la presente invención 1, 2, 3 y 4 en comparación con los demás ejemplos, en los cuales de los componentes de 4 iniciadores según la presente invención faltan en cada caso uno o dos.
- 5.

- En los ejemplos siguientes se preparan películas de laca con las diferentes α -hidroxicetonas y se comparan. La composición de la solución de laca, el tiempo en el cual se ha formado una capa de parafina cerrada, así como el tiempo en el que el nivel de parafina es resistente a la abrasión, se han resumido en la tabla II y sirven como medida del tiempo de polimerización.
- 10.

Realización

15. En tubos de ensayo, se mezclan en cada caso 10 g de soluciones de PE-1 con las cantidades mencionadas en gramos de α -hidroxicetona, pasta de peróxido, solución de parafina (parafina del punto de fusión 51-53°C, al 10% en tolueno) y finalmente solución de vanadio I y con un aparato aplicador de películas se esparcen películas de 500 μ de espesor sobre placas de vidrio. Las abreviaciones son como en la tabla I.
- 20.

T A B L A II

Ejemplo Nº	5	6	7	8a
<u>Componente A</u>				
Pasta peróxido AP	0,40	0,40	0,40	0,40
<u>Componente B+C</u>				
Solución de vanadio I	0,10	0,10	0,10	0,10
<u>Componente D</u>				
Acetol	0,025	-	-	-

404995

- 12 -



TABLA II (Continuación)

Ejemplo N°	5	6	7	8a
Dihidroxiacetona	-	0,025	-	-
α -hidroxiciclohexanona	-	-	0,025	-
	-	-	-	-
Solución de parafina	0,20	0,20	0,20	0,20
Parafina exudada	3'	3'	4'	17'
Parafina resistente a la abrasión	5'	4,5'	7,5'	28'

También en esta tabla llaman la atención los breves tiempos de polimerización de los ejemplos 5 - 7 en comparación con el ejemplo comparativo 8a, en el cual falta el componente iniciador D.

5. En los ejemplos siguientes se preparan películas con diferentes α -hidroxicetonas de la resina de poliéster PE-2 y se comparan. La composición de las soluciones de laca, el tiempo de secado hasta estar seco al polvo, así como el tiempo en el cual, con 22°C y un 26 % de humedad relativa del aire, se ha alcanzado el grado de secado 1 según DIN 53 150 de abril 1967, y el tiempo en el que la superficie de la película queda libre de pegajosidad, se han resumido en la tabla III. Las cantidades de α -hidroxicetona son equimolares, referido a la dihidroxiacetona. Las abreviaciones son las mismas que en la tabla I.
- 10.
- 15.



T A B L A III

Ejemplo Nº	9	10	11	12	12a
<u>Componente A</u>					
Pasta peróxido AP	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
<u>Componente B+C</u>					
Solución de vanadio I	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
<u>Componente D</u>					
Dihidroxiacetona	0,050	-	-	-	-
Acetol	-	0,041	-	-	-
α -hidroxiciclohexanona	-	-	0,063	-	-
α -hidroxiciclopentanona	-	-	-	0,056	-
Tiempo de secado al polvo (Min)	14	14	14	16	35
Etapa de secado 1 (Min)	33	33	33	33	75
Libre de pegajosidad (horas)	3	3	3	3	7

- Los ejemplos 9 - 12 demuestran claramente, en comparación con el ejemplo comparativo 12a, donde falta el componente iniciador D, el considerable acortamiento del proceso de secado de una resina de poliéster de secado al aire con ayuda del sistema iniciador de 4 componentes según la presente invención.
- 5.

Ejemplos 13 y 13a

Preparación de una masa de aplicación a espátula mediante mezcla de los siguientes componentes:

- 10.
- 36,00 g de solución de poliéster PE-1
 - 28,70 g de talco
 - 1,60 g de dióxido de titanio RKB (Bayer)

404995



- 28,70 g de asbestina
- 4,80 g de litofona
- 0,18 g de α -hidroxiciclohexanona, fundida (componente D)
- 3,00 g de peróxido de metiletilcetona al 50 % (componente A)

5.

Como ejemplo comparativo 13a sirve la misma masa de arriba, pero sin la α -hidroxiciclohexanona.

Para endurecer, se incorporan en las masas de aplicación a espátula en cada caso 3 g de solución de vanadio 1 (componente B + C) (Vease tabla I) y las masas se aplican en un espesor de 1 mm aproximadamente sobre chapas de hierro.

10.

Propiedades	libre de pegajosidad después de	esmerilable después de
-------------	---------------------------------	------------------------

15.	Ejemplo 13	15 minutos	30 minutos
	Ejemplo comparativo 13a	50 minutos	120 minutos

Ejemplo 14 y 14a

Preparación de una pieza moldeada mediante mezcla de los siguientes componentes:

- 20. 42,00 g de resina de poliéster PE 2
- 0,3 g de aerosil
- 16,00 g de litofona
- 21,40 g de microtalco
- 5,30 g de dióxido de titanio RFD-J (Bayer)
- 25. 10,70 g de creta de Omya
- 0,27 g de α -hidroxiciclohexanona, fundida (componente D)
- 3,00 g de peróxido de metiletilcetona al 50 % (componente A)

Como ejemplo comparativo 14a sirve la misma masa de arriba, pero sin la α -hidroxiciclohexanona.

30.



Para endurecer, se introducen y agitan en las masas, en cada caso, 3 g de solución de vanadio I (componente B + C) (vease tabla I) y la masa se vierte en un espesor de unos 3 mm sobre unas tapas de bidones.

5.	Propiedad	Libre de pegajosidad después de
	Ejemplo 14	19 minutos
	Ejemplo comparativo 14a	4,5 horas

Ejemplo 15 y 16

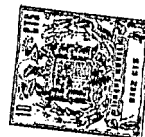
10. Se disuelve metacrilato de polimetilo usual en el mercado, con un peso molecular medio, en la cantidad en gramos indicada en metacrilato de metilo y bismetacrilato glicólico. En cada caso, 10 g de esta solución se mezclan en tubos de ensayo, en las cantidades en gramos indicadas en la tabla, con α -hidroxicetona fundida, pasta de peróxido y solución de vanadio I y a 20°C se determina en el termostato el tiempo de gelificación (Abreviaciones como en la tabla I)
- 15.

T A B L A IV

Ejemplo nº	15	15a	16	16a
Metacrilato de polimetilo	3,0	3,0	3,0	3,0
Metacrilato de metilo	7,0	7,0	3,6	3,6
Bismetacrilato glicólico	-	-	3,4	3,4
Dihidroxiacetona (componente D)	0,05	-	0,008	-
Pasta peróxido AP (componente A)	0,40	0,40	0,40	0,40
Solución de vanadio I (componente B+C)	0,15	0,15	0,15	0,15
Tiempo de gelificación a 20°C	20 Min.	5 hor.	16 Min.	4 hor.

404995

- 16 -

Ejemplos 17 y 18

- En cada caso, 10 g de acetato de vinilo, por una parte, y metacrilato de metilo, por otra parte, se mezclan en tubos de ensayo en las cantidades de gramos indicadas en la tabla con dihidroxiacetona fundida, pasta de peróxido y solución de vanadio I y a 20°C se determina con el termostato el tiempo hasta alcanzar un estado viscoso, como jarabe (tiempo de polimerización I).

T A B L A V

Ejemplo nº	17	17a	18	18a
Acetato de vinilo	10	10	-	-
Metacrilato de metilo	-	-	10	10
Pasta peróxido AP (componente A)	0,40	0,40	0,40	0,40
Solución de vanadio I (Componente B+C)	0,10	0,10	0,10	0,10
Dihidroxiacetona (componente D)	0,05	-	0,05	-
Tiempo de polimerización I	30 Min.	30 hor.	60 Min.	12 hor.

Ejemplo 19

10. En tubos de ensayo, como se ha descrito en los ejemplos 1 - 4, se polimerizan 10 g de solución de PE-1 con pasta de peróxido de benzoilo al 50 % en ftalato de dibutilo (pasta peróxido BP), solución de vanadio I, con, y como comparación, sin dihidroxiacetona, a 20°C en el termostato.
- 15.

404995

- 17 -



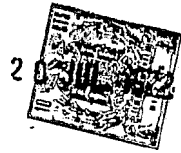
Ejemplo nº	19	19a
PE 1	10	10
Pasta peróxido BP (componente A)	0,40	0,40
Solución de vanadio I (componente B+C)	0,10	0,10
Dihidroxiacetona (componente D)	0,05	-
Tiempo de gelificación	5 Min.	18 hor.

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 21 de julio de 1971, bajo el número P 21 36 493.2, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE INICIADORES PARA LA POLIMERIZACION DE COMPUESTOS INSATURADOS; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1ª.- Procedimiento de obtención de iniciadores para la polimerización de compuestos insaturados, caracterizado porque comprende mezclar A) peróxidos, preferentemente hidroperóxidos; B) compuestos solubles de vanadio; C) ácidos fosforosos; y D) α -hidroxicetonas.
10. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las α -hidroxicetonas se mezclan en
- 15.
- 20.

404995

- 18 -



cantidades de 0,001 - 10 % en peso, preferentemente 0,005 - 3,0 % en peso, referido a la mezcla polimerizable.

3^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque los ácidos fosforosos se mezclan en cantidades correspondientes a un 5 % en peso de fósforo, referido a la mezcla polimerizable.

5.

4^a.- Procedimiento de obtención de iniciadores para la polimerización de compuestos insaturados, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10.

Esta Memoria consta de 18 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

20 JUL. 1972

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
S. p. Firmado: L. Goeta Fernández