

423778

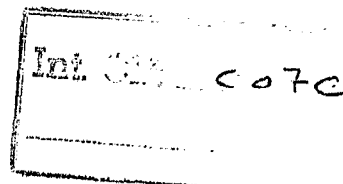


P.- 56.724

BEG/MES
446/72 Sp.
Div.

F.C. 19-1-76

MEMORIA DESCRIPTIVA



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de AKZO N.V.

entidad holandesa

con domicilio en IJssellaan 82, Arnhem, Holanda

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR NUEVOS PERESTERES
ORGANICOS"

(Clase Internacional C07c)

423778



El presente invento se refiere a la preparación de ciertos nuevos perésteres orgánicos.

Es sabido que compuestos etilénicamente insaturados, tales como etileno, estireno, metacrilato de metilo, cloruro de vinilo, acrilonitrilo, acetato de vinilo y otros ésteres vinílicos o mezclas de estos compuestos, tales como mezclas de etileno y acetato de vinilo, de estireno y acrilonitrilo, o de cloruro de vinilo y acetato de vinilo, pueden experimentar polimerización o copolimerización en presencia de peróxidos orgánicos generadores de radicales libres.

Es sabido también que la copolimerización de resinas de poliésteres insaturados tiene lugar en presencia de peróxidos orgánicos generadores de radicales libres.

La expresión "resinas de poliésteres insaturados", tal como se utiliza aquí, significa mezclas de poliésteres insaturados y uno o más monómeros que contienen uno o más grupos $\text{CH}_2 = \text{C}$; ejemplos de dichos monómeros son estireno, viniltolueno, metacrilato de metilo, ftalato de dialilo y divinil-benceno.

La proporción ponderal de monómero a poliéster insaturado oscila generalmente en 30 a 50% de monómero por 70 a 50% de poliéster.

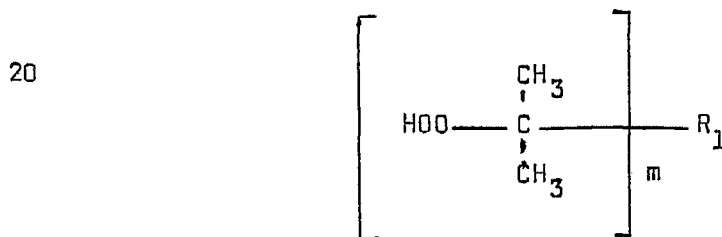
El poliéster insaturado se obtiene haciendo reaccionar cantidades aproximadamente equivalentes de un

423779



5 copolimerización de monómeros vinílicos, por ejemplo clo-
ruro de vinilo, acetato de vinilo, acrilonitrilo, ésteres
de acrilato y ésteres de metacrilato, a una temperatura
que oscila entre 25 y 80°C, preferiblemente entre 35 y 60°C.
10 Además, los mismos perésteres pueden utilizarse en la co-
polimerización de resinas de poliésteres insaturados a una
temperatura por encima de 30°C. Estos perésteres pueden
ser utilizados también en la polimerización a alta presión
de etileno a presiones de 1.000-3.000 atmósferas, utili-
zando temperaturas de 50-100°C para trabajo discontinuo
y temperaturas de 150-300°C para trabajo continuo. Se ha
encontrado que los perésteres de acuerdo con el invento
15 tienen una mayor velocidad de descomposición que el per-
pivalato de ter.-butilo, que ha sido el más empleado pa-
ra los fines anteriormente descritos.

Los nuevos perésteres orgánicos pueden ser
preparados haciendo reaccionar un hidroperóxido que tie-
ne la fórmula general :



423770

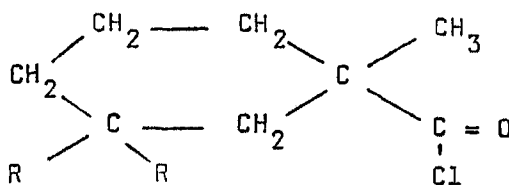


1 MAR 1974

423778

y un cloruro de ácido carboxílico que tiene la fórmula general :

5



10

en que R, R₁ y m tienen los significados anteriormente definidos. La reacción se lleva a cabo preferiblemente en presencia de una sustancia fijadora de HCl, por ejemplo NaOH u otros compuestos básicos, en agua o en un disolvente orgánico, por ejemplo benceno, tolueno o esencia de petróleo.

15

Los siguientes ejemplos ilustran el invento. Los peróxidos preparados en los ejemplos están indicados como sigue.

20

(1) cumilperoxi-1-metilciclohexanocarboxilato.

(2) 2,5-bis-(1-metilciclohexanocarboxilperoxi)-2,5-dimetilhexano

(3) 1,1,3,3-tetrametilbutilperoxi-1-metilciclohexanocarboxilato

25

423778



EJEMPLO I.

5
10
15
20
25

5,7 g de hidroperóxido de ter.-butilo al 78,9% fueron dispuestos en un matraz de tres bocas provisto con un agitador, un termómetro y un embudo de goteo, y luego se añadieron 9,6 g de KOH al 33% a una temperatura por debajo de 20°C, y se agregaron a 20°C 9,4 g de cloruro de 1,3,3-trimetilciclohexanformilo. Luego la mezcla fue agitada a 20°C durante 6 horas. Después, el producto de reacción fue extraído con éter de petróleo. Después de haber sido separada, la capa orgánica fue lavada tres veces con 20 ml de hidróxido de sodio 4 N y subsiguientemente con agua a un pH de 7. Tras secar sobre sulfato de magnesio y evaporar el éter de petróleo a presión reducida se obtuvieron 10,5 g de ter.-butilperoxi-1,3,3-trimetilciclohexancarboxilato. Rendimiento: 71%; O activo : 5,39% en peso; $n_D^{20} = 1,4509$. El espectro de IR mostró una absorción de carbonilo a 1.755 cm^{-1} .

EJEMPLOS II - IV

De una manera análoga a la descrita en el Ejemplo I se obtuvieron los compuestos (1), (2) y (3) a una temperatura por debajo de 15°C.



423770

5

Ejemplo	Peróxido	Rendimiento, % en peso	% de oxígeno activo en peso	
			encontrado	calculado
II	(1)	88	5.21	5.79
III	(2)	65	7.18	7.51
IV	(3)	79	5.43	5.92

10

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda, el 7 de Julio de 1972, bajo el Nº 7209462, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

REIVINDICACIONES

20

25

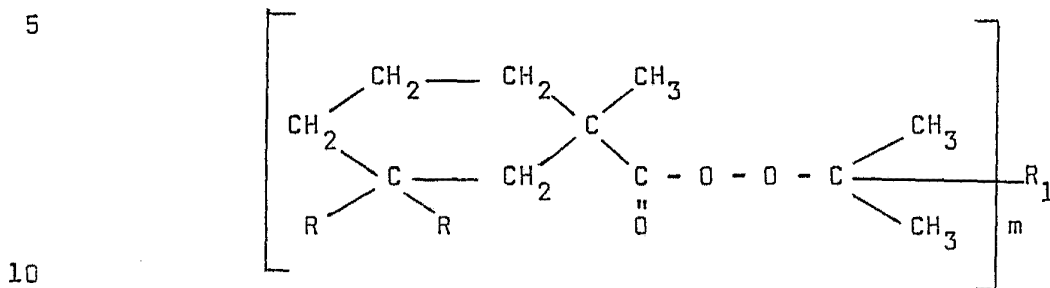
Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen

423778



en las reivindicaciones siguientes.

1ª.- Un procedimiento para preparar nuevos perésteres orgánicos que tienen la fórmula general :

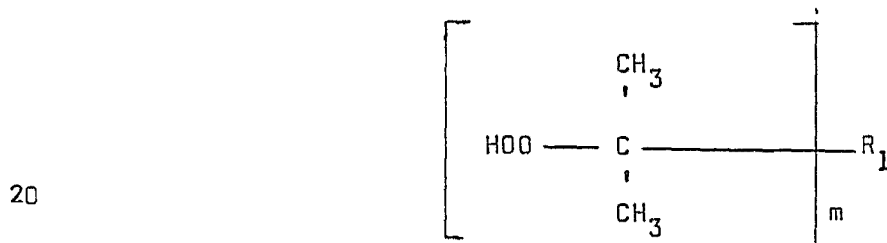


en que cuando $R = H$ y $m = 1$, $R_1 = -C_6H_5$ o $-CH_2-C(CH_3)_3$;

cuando $R = H$ y $m = 2$, $R_1 = -(CH_2)_2-$; y cuando

$R = -CH_3$ y $m = 1$, $R_1 = -CH_3$;

en el que se hace reaccionar un hidroperóxido que tiene la fórmula general



con un cloruro de ácido carboxílico que tiene la fórmula general

25

mCe

19.2.74



423778

8ª.- Un procedimiento para preparar nuevos perésteres orgánicos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 1 MAR. 1974

10

P.A. Oscar de la Haza
For Redu *Orte*

15

20

me

25

19.2.74

- 10 -

EAS.-