



PATENTE DE INVENCION

10 ES	11	NUMERO	10 A 1
	21	441,584	
	22	FECHA DE PRESENTACION	

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 24 48 064.6	9 de octubre de 1.974	Rep. Federal Alemana.
P 24 49 390.1	17 de octubre de 1.974	"

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C08L	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION Procedimiento para la obtención de masas de baja viscosidad y endurecibles con poca merma.

71 SOLICITANTE (S) BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

72 INVENTOR (ES)

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE GOMEZ-ACEBO.

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar masas de baja viscosidad, endurecibles con poca merma, adecuadas para la obtención de masas de prensado y esteras de resina, a base de poliésteres insaturados, compuestos copolimerizables y ciertos ésteres de celulosa.

Las resinas de poliéster insaturadas, endurecibles por calor, convencionales, presentan una considerable merma por polimerización, lo que se aprecia en la fabricación de cuerpos conformados por marcas de rechupe, ondas de empuje, lugares de hundimiento, huecos y grietas. Por numerosas publicaciones (véanse por ejemplo, patente alemana 970 110, publicaciones alemanas DOS 1 192 820, 1 694 857, 1 803 345, 1 953 062, 2 051 663, 2 061 585, patente francesa 1 148 285) se conoce que las masas de moldeo de poliéster, a las que antes del endurecimiento se le han agregado ciertos termoplastos, se pueden endurecer pobres en merma. Como termoplastos adecuados para esta finalidad se han propuesto, por ejemplo, homo- y copolímeros del estireno, poliacrilato y polimetacrilatos, ésteres de celulosa y polietileno. Estos aditivos, si bien producen una disminución de la merma por polimerización, son en la mayoría de los casos incompatibles con la resina de poliéster, de manera que en la mayoría de los casos, a mas tardar durante la reacción con espesadores químicos, tales como óxidos o hidróxidos de metal del 2º grupo principal del sistema periódico, se presenta desmezclamiento, lo que además de una pobreza en merma desigual y en caso dado mas reducida, conduce a una pigmentación desigual, a la formación de revestimientos sobre las herramientas de moldeo y manchas mate sobre las superficies de las piezas prensadas. Esteras de resina de esta clase se mantienen pegajosas y las lámi-

nas de separación resultan muy difíciles de retirar.

Como los ésteres de celulosa son compatibles con las resinas de poliéster insaturadas, aporta su empleo como aditivo disminuidor de la merma una serie de ventajas:

5 Mientras las resinas de poliéster endurecibles con poca merma conteniendo otros aditivos de termoplastos, por las razones arriba indicadas, se han de almacenar y suministrar como sistemas de dos componentes, esto no es necesario en el caso de los aditivos de ésteres de celulosa. Los gastos en el almacenamiento se reducen considerablemente, se suprime la necesidad de un dispositivo mezclador para ambos componentes. Como los ésteres de celulosa se mantienen compatibles con las resinas de poliéster, también después del espesamiento, no se presenta en ninguna etapa de la elaboración ninguna desmezcla; las esteras de resina obtenidas de estas masas tiene una superficie seca, por lo que se pueden retirar fácilmente las láminas de separación. Ni sobre las herramientas de conformación ni sobre las piezas conformadas se forma revestimiento alguno y las piezas conformadas se destacan por superficies brillantes y un excelente pobreza en merma igualada.

10

15

20

El empleo de los ésteres de celulosa usuales presenta sin embargo también graves desventajas: la viscosidad de las mezclas de poliésteres insaturados, compuestos copolimerizables y ésteres de celulosa es tan extraordinariamente alta que en la fabricación de esteras de resina solo se puede incorporar una cantidad muy reducida de materiales de carga. Al agregar las cantidades usuales, es decir, de un 100 a 200 % en peso, referido a la mezcla de poliéster insaturado, monómeros y termoplásticos, de materiales de carga

25

30

ya no es posible la elaboración en las instalaciones de impregnación para esteras de resina empleadas en la tecnología de los poliésteres.

5 Sorprendentemente se ha descubierto que la viscosidad de estas mezclas, mediante el empleo de ésteres de celulosa con un índice OH mas reducido a los valores hasta ahora demasiado altos, es decir , desde unos 5000 a 6000 cP (véase el ejemplo 1), que se oponían a una amplia aplicación industrial de estas resinas, se puede bajar a valores que se encuentran dentro del margen de las viscosidades de las resinas de poliéster libres de termoplastos, es decir, por 10 lo tanto, entre unos 1000 y 2000 cP (vease el ejemplo 2). Este hallazgo resulta más sorprendente al comprobarse que también en el caso de dos ésteres de celulosa de distinto índice OH, que en el mismo disolvente presentan las mismas viscosidades, el éster de celulosa con índice OH mas reducido 15 produce en cada caso una viscosidad en mucho más inferior de las masas de poliéster.

20 Las masas de poliéster de baja viscosidad de la presente invención ofrecen considerables ventajas industriales: La elaboración se puede realizar en las instalaciones de impregnación de esteras de resina usuales; el material de carga se aumentar drásticamente en su proporción, lo que no solo es una ventaja económica, sino que también contribuye a mejorar la calidad de la superficie y a una ulterior 25 disminución de la merma por polimerización.

El objeto de la invención es, por lo tanto, un procedimiento para preparar masas de baja viscosidad, endurecibles con poca merma, a base de A) poliésteres α, β -etilénica-

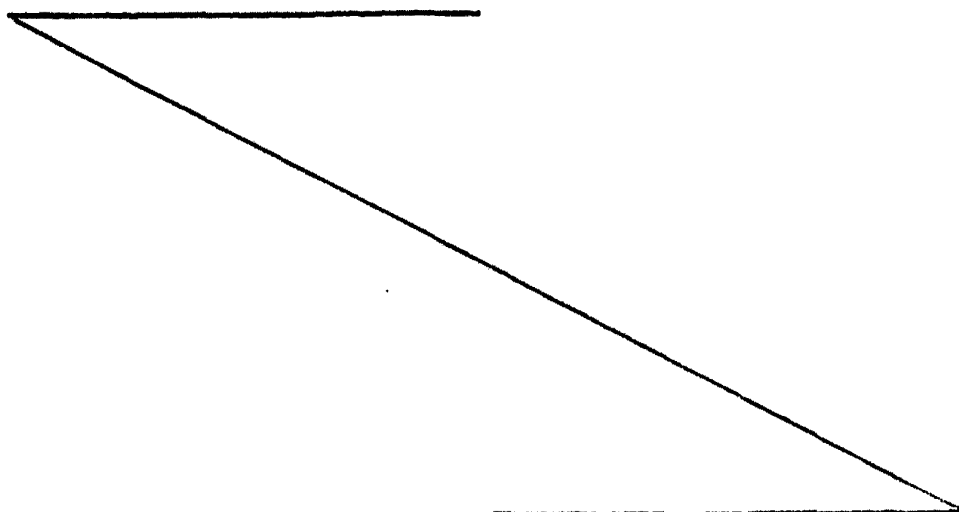
mente insaturados, B) compuestos olefinicamente insaturados, copolimerizables con los poliésteres insaturados y C) ésteres de celulosa con ácidos monocarboxílicos alifáticos, preferentemente con 2 a 4 átomos de carbono, cuyo procedimiento se caracteriza por la realización de las siguientes etapas operativas:

5 1. calentar ácidos dicarboxílicos alfa,beta-etilenicamente insaturados, o sus derivados formadores de ésteres, lentamente a unos 180°C, con alcoholes divalentes;

10 2. extraer el agua de condensación disociada por arrastre con una corriente de gas inerte;

3. estabilizar a continuación con hidroquinona u otro estabilizador;

15 4. disolver el poliéster obtenido y un éster celulósico, libre de agentes de oxidación, de ácidos monocarboxílicos alifáticos, con índice OH comprendidos entre 5 y 25, en un compuesto olefinicamente insaturado, copolimerizable con el poliéster insaturado obtenido, con preferencia a unos 80°C, debiendo ascender la cantidad de éster de celulosa a un valor de 5 a 30% en peso aproximadamente, referido a la suma del
20 poliéster, compuesto copolimerizable y éster de celulosa.



Las proporciones de poliéster insaturado A se encuentran por regla general entre 20 y 60 %, la de los compuestos copocoimerizables B entre un 30 y 70 % en peso, en cada caso referido a la suma de los componentes A - C.

5 Los poliésteres insaturados A, a emplear, se obtienen según procedimientos conocidos por policondensación de como mínimo un ácido dicarboxílico α, β -etilénicamente insaturado con 4 a 6 átomos de carbono, o sus derivados formadores de éster, en caso dado en mezcla con uno o varios ácidos dicarboxílicos, con 4 a 20 átomos de carbono, que no
10 contienen grupos alifáticos insaturados, ó sus derivados formadores de éster, como mínimo con un alcohol divalente con 2 a 30 átomos de carbono. Ejemplos de los ácidos dicarboxílicos insaturados o de sus derivados a emplear con preferencia son el ácido maléico o el anhídrido del ácido maléico y ácido fumárico. Sin embargo, también se pueden emplear, por ejemplo, ácido mesacoico, ácido citracoico y ácido itacoico. Ejemplos de ácidos dicarboxílicos que no contienen grupos alifáticos insaturados, o de sus derivados, son el ácido ftálico o anhídrido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido hexa- o tetrahidroftálico o bien sus anhídridos, ácido endometilentetrahidroftálico o su anhídrido, el ácido succínico o bien el anhídrido del ácido succínico y los ésteres y cloruros del ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido sebáico, ácido trimelítico. Para obtener resinas de difícil inflamación se pueden emplear, por ejemplo, ácido hexacloroendometilentetrahidroftálico (ácido Het), ácido tetracloroftálico o ácido tetrabromoftálico. La ininflamabilidad se puede lograr también mediante adición de

5

10

15

20

25

compuestos halogenosos, no condensados en el poliéster, tales como por ejemplo, cloroparafina. Poliésteres a emplear preferentemente contienen ácido maléico, que puede estar sustituido hasta 25 moles-% por ácido ftálico o ácido iso-ftálico. Como alcoholes divalentes se pueden emplear etilenglicol, propandiol-1,2, propandiol-1,3, dietilenglicol, dipropilenglicol, butandiol-1,3, butandiol-1,4, neopentilglicol, hexandiol-1,6, perhidrobisfenol, bisfenoles oxalquilados y otros. Con preferencia se emplean etilenglicol, propandiol-1,2, dietilenglicol y dipropilenglicol.

Los poliésteres insaturados A a emplear preferentemente deberán presentar después del endurecimiento con los compuestos copolimerizables B un alto grado de reticulación, ya que las masas de la presente invención se prensan y desmoldean a temperaturas, por regla general, entre unos 140 y 160°C y por lo tanto deben presentar una estabilidad térmica correspondientemente alta. Por esta razón deberán componerse los ácidos dicarboxílicos allí condensados en una proporción principal, preferentemente como mínimo de 75 moles-%, de ácidos dicarboxílicos α, β -etilénicamente insaturados.

La temperatura de transición de cristal de la combinación endurecida de poliéster A y compuesto copolimerizable B se encuentra preferentemente por encima de 140°C y que en caso contrario es de esperar una merma por polimerización demasiado alta. Los índices de acidez de los poliésteres se encuentran entre 1 y 50, preferentemente entre 5 y 25, los índices OH entre unos 10 y unos 100, preferentemente entre unos 20 y 50, y los pesos moleculares calculados entre unos 500 y 10.000, preferentemente entre unos 700 y 3.000, calculado según el índice de acidez y el índice OH.

Preferentemente se emplean aquellos poliésteres que tienen mala compatibilidad con los compuestos copolimerizables B (a continuación: compatibilidad B) ya que mediante esta medida se logra una merma por polimerización especialmente reducida.

Por lo tanto, preferentemente son adecuados aquellos poliésteres insaturados que tienen una compatibilidad B entre un 30 % en peso y un 90 % en peso, preferentemente entre un 35 % en peso y un 90 % en peso de poliéster insaturado siempre y cuando su contenido en restos de ácido dicarboxílico α, β -etilénicamente insaturado radicalmente polimerizable se encuentre entre 0,53 y 0,20 equivalentes por 100 g de poliéster insaturado.

La compatibilidad B ó también la solubilidad B de poliésteres insaturados es en la química y tecnología de las resinas de poliéster insaturadas un concepto conocido análogo a la compatibilidad de estireno: véase sobre este particular Johannes Schreiber, "Chemie und Technologie der künstlichen Harze", tomo I, "Die Polymerisatharze", Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH, Stuttgart, 1961, 2ª edición, págs. 563 y s. especialmente páginas 566 y 571/572,

La compatibilidad B de los poliésteres insaturados, indicado en % en peso de poliéster insaturado, referido a la cantidad de poliéster insaturado y componente B se define y determina como sigue:

A unos 80 - 100°C se disuelve justamente tanto poliéster insaturado en el componente B de manera que después de enfriar inmediatamente a temperatura ambiente se obtenga una solución clara de concentración conocida. Esta se mezcla bajo agitación a temperatura ambiente con ulterior componente B

hasta que la solución se enturbie. La concentración, referida a la cantidad total de componente B y poliéster insaturado, del poliéster insaturado en % en peso en el punto de enturbiamiento se define como compatibilidad B.

5 La apreciación del punto de enturbiamiento se puede facilitar mediante el empleo de un fondo oscuro o negro durante la diluición con el componente B. El componente B contiene convenientemente cantidades mayores de un inhibidor, por ejemplo, un 0,2 % de terc.butilpirocatequina, para
10 evitar un enturbiamiento que dificulte la determinación por sustancias extrañas, tales como, por ejemplo, poliestireno. Sirva como explicación el ejemplo siguiente:

E (g) = Cantidad pesada en gramos de la solución de poliéster, disuelta en el componente B con P % de poliéster insaturado, por ejemplo, 20 g
15

P (%) = % en peso de poliéster insaturado, disuelto claramente en el componente B, por ejemplo, 60 %

S (g) = Componente B en gramos agregados hasta el punto de enturbiamiento, por ejemplo, 10 g

20
$$\text{Compatibilidad B} = \frac{E(g) \cdot P(\%)}{E(g) + S(g)} \text{ por ej.: } \frac{20 \text{ g} \cdot 60 \%}{20 \text{ g} + 10 \text{ g}} = 40 \%$$

La compatibilidad B de un poliéster insaturado se influencia, como es sabido por experiencia, por los componentes poliéster que participan en su constitución, es decir, por los ácidos y compuestos hidroxilados empleados en la
25 sintetización del poliéster.

Componentes de esterificación que le hacen B-incompatible son, por ejemplo, ácido maléico, su anhídrido, ácido fumárico, etilenglicol, dietilenglicol, hexandiol-1,6.

30 Componentes de esterificación que le hacen B-

compatible son, por ejemplo, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tetracloroftálico, ácido hexacloroendometilentetrahidroftálico ó sus anhídridos, propilenglicol-1,2, dipropilenglicol, butilenglicol-1,3, neopentilglicol, trimetilolpropanaliléter, perhidrobisfenol, bis-oxalquilbifenol, etc.

Las masas de la presente invención contienen uno o varios compuestos olefínicamente insaturados, líquidos a temperatura ambiente, que se pueden copolimerizar con los poliésteres insaturados A.

Como compuestos B copolimerizables en el sentido de la invención son adecuados los compuestos insaturados usuales en la tecnología de los poliésteres que preferentemente llevan grupos vinilo α -sustituido ó grupos alilo β -sustituido, preferentemente estireno; pero también, por ejemplo, estirenos clorados y alquilados en el núcleo, pudiendo los grupos alquilo contener 1 - 4 átomos de carbono, tales como, por ejemplo, viniltolueno, divinilbenceno, α -metilestireno, terc.butilestireno, cloroestirenos; ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos con 2 - 6 átomos de carbono, preferentemente acetato de vinilo; vinilpiridina, vinilnaftalina, vinilciclohexano, ácido acrílico y ácido metacrílico y/o sus ésteres con 1 - 4 átomos de carbono en el componente alcohol, sus amidas y nitrilos, anhídrido, semi- y diéster de ácido maléico con 1 - 4 átomos de carbono en el componente alcohol, semi- y diamidas o imidas cíclicas tales como N-metilmaleinimida ó N-ciclohexilmaleinimida; compuestos alílicos tales, tales como alilbenceno y aliléter tal como alilacetato, alilacrilato, alilmetacrilato, ftalato de alilo, isoftalato de dialilo, fumarato de dialilo, alilcarbonatos, dialilcarbonatos, trialilfosfato y trialilcianurato,

El éster de celulosa C esencial para la mezcla de la presente invención se obtiene según procedimientos usuales por esterificación de la celulosa con anhídridos de ácido monocarboxílico alifáticos, preferentemente anhídrido de ácido acético y ácido butírico ó ácido acético y ácido propiónico. La hidrólisis a realizar en la solución en bruto se regula mediante un reducido exceso de agua de manera que se obtenga un reducido contenido hidroxilo (5 a 25). El blanqueo oxidativo del éster de celulosa aislado de la solución se ha de realizar de manera que en el producto final no se puede demostrar ningun agente de oxidación más; en caso dado se ha de realizar un tratamiento ulterior con agente reductor.

Para determinar el índice OH se esterifican los grupos hidroxilo libres del éster de celulosa con acetanhidrido en piridina, el exceso de anhídrido se hace reaccionar con agua y se retriba [Instrucciones : C.J.Mahn, L.B. Genung y R.F. Williams, Analysis of Cellulose Derivatives, Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 14, nº 12, 935 - 940 (1942)].

La viscosidad de los ésteres de celulosa C deberá ser de 0,3 a 0,5 Poise, medido en acetona como solución al 20 % en peso. Los ésteres de celulosa C a emplear con preferencia muestran en el caso de los acetobutiratos un contenido en ácido acético de un 17 a 23 % en peso y un contenido en ácido butírico de un 45 a 50 % en peso, en el caso de los acetopropionatos un contenido en ácido propiónico de un 61 - 69 % en peso y un contenido en ácido acético de un 2 a 7 % en peso. Los índices OH se encuentran generalmente entre 4 y 25.

En un momento arbitrario antes del endurecimiento se le agregan a las masas de resina de la presente invención cantidades usuales, preferentemente 0,5 a 5 % en peso, referido a la suma de los componentes A-C, de iniciadores de la polimerización. Como tales son adecuados, por ejemplo, los diacilperóxidos, tales como peróxido diacético, peróxido dibenzóilico, peróxido di-p-clorobenzóilico, peroxiésteres, tales como peroxiacetato ter.butílico, peroxibenzoato ter.butílico, peroxidicarbonato dicitclohexílico ó 2,5-dimetilhexan-2,5-diperectoato, alquilperóxidos, tales como bis-(terc.butilperoxibutano), peróxido dicumílico, peróxido terc.butilcumílico, hidroperóxidos tales como hidroperóxido cumílico, hidroperóxido terc.butílico, peróxido cetónico, peróxidos cetónicos tales como hidroperóxido ciclohexanonico, hidroperóxido metiletilcetónico, peracetales, peróxido acetilacetónico ó azoisobutirodinitrilo.

Los espesadores químicos se agregan a las masas de resina de la presente invención en cantidades de 1,0 a 3,0 % en peso, preferentemente 1,3 a 2,5 % en peso, en caso dado junto con 0,1 a 0,5 % en peso de agua, en cada caso referido a las masas de resina sin reforzar y sin rellenar.

Para evitar una indeseada polimerización prematura de las masas de poliéster se recomienda ya durante la obtención de las mismas la adición de 0,001 - 0,1 % en peso, referido a la suma de los componentes A - C, de inhibidores de la polimerización o de antioxidantes. Agentes auxiliares adecuados de esta clase son, por ejemplo, los fenoles y los derivados del fenol que en ambas posiciones o con respecto al grupo hidroxil fenólico llevan sustituyentes alquilo

con 1 - 6 átomos de carbono, aminas, preferentemente arilami-
nas secundarias y sus derivados, quinonas, sales de cobre de
ácidos orgánicos, compuestos de adición de haluros de cobre
(I) a fosfitos, tales como, por ejemplo, 4,4'-bis-(2,6-di-
5 terc.butilfenol), 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris-(3,5-di-terc.bu-
til-4-hidroxi-bencil)-benceno, 4,4'-butiliden-bis-(6-terc.
butil-m-cresol). 3,5-di-terc.butil-4-hidroxi-bencil)-fosfona-
to de dietilo, N,N'-bis-(β -naftil)-p-fenilendiamina, N,N'-
bis-(1-metilheptil)-p-fenilendiamina, fenil- β -naftalina,
10 4,4'-bis-(α , α -dimetilbencil)-difenilamina, 1,3,5-tris-(3,5-
di-terc.butil-4-hidroxi-hidrocinaoíl)-hexahidro-s-triazina,
hidroquinona, p-benzoquinona, toluhidroquinona, p-terc.bu-
tilpirocatequina, cloranilo, naftoquinona, naftenato de co-
bre, octoato de cobre, Cu(I)Cl/trifenilfosfito, Cu(I)Cl/tri-
15 metilfosfito, Cu(I)Cl/triscloroetil-fosfito, Cu(I)Cl/tripro-
pilfosfito, p-nitrosodimetilanilina. Otros estabilizadores
adecuados se describen en "Methoden der organischen Chemie"
(Houben-Weyl), 4ª edición, tomo XIV/1, pág. 433-452, 756,
Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1961. Muy adecuada es por
20 ejemplo, la p-benzoquinona en una concentración de 0,01 a 0,05
% en peso, referido a la dispersión terminada.

Las masas de resina obtenidas según la presen-
te invención pueden recibir hasta un 300 % en peso, preferen-
temente un 50 a 200 % en peso, referido a la suma de los
25 componentes A) y B) de materiales de carga y de refuerzo.
Como tales son de mencionar los materiales inorgánicos, tales
como espato pesado, carbonato de calcio, silicatos, arcillas,
creta, cal, carbón, amianto, vidrio, metales y materiales
orgánicos tales como algodón, yute, poliésteres, poliamidas,
30 preferentemente en forma de fibras. Con preferencia se emplean

como materiales de refuerzo fibras de vidrio en cualquier forma, especialmente en forma de esteras.

Además se pueden agregar, si se desean, pigmentos inorgánicos u orgánicos, colorantes, lubricantes y desmoldeadores, tales como estearato de zinc, absorbedores de rayos ultravioleta, etc. en cantidades usuales.

Además de las ventajas ya descritas mas arriba, las masas de poliéster de la presente invención presentan ulteriores ventajas: La merma por polimerización es considerablemente inferior que en aquellas resinas de poliésteres que como aditivo termoplasto reductor de la merma contienen ésteres de celulosa con mayores índices OH, tal y como se aprecia de la reducida merma lineal de las piezas prensadas, de la reducida profundidad de los lugares de hundimiento en frente de los regruesamiento de material, de la estructura de fibras de vidrio no apreciable y de la superficie extraordinariamente lisa.

Por esta razón se pueden emplear las masas de la presente invención con ventaja allí donde se deseen exactitud de medidas y superficies impecables, esto es, por ejemplo, en el sector de los muebles y en la industria del automovil.

La temperatura del molde se selecciona ventajosamente entre 120 y 180°C, preferentemente unos 140°C; el tiempo de prensado asciende con una fuerza de presión de 10 a 100 kp/cm² por regla general a 2 - 10 minutos, preferentemente unos 4 minutos.

Ejemplos

Las partes mencionadas a continuación son par-

tes en peso, los porcentos son % en peso.

Ejemplo 1 (Comparación)

En 45 partes de estireno se disuelven 12 partes de acetatobutirato de celulosa con una viscosidad correspondiente a 0,1 [segundos], medido según ASTM D 871-56, fórmula B, ó bien 0,4 [dPa.s], medido como solución al 20 % en acetona a 20°C, con un contenido en ácido acético de un 19 %, un contenido en ácido butírico de un 48 % y un índice OH de 35 a unos 60°C. En la solución de éster de celulosa caliente se disolvieron entonces 43 partes de un poliéster insaturado, obtenido de 0,7 moles de propandiol-1,2, 0,4 moles de etilenglicol, 0,2 moles de anhídrido ftálico y 0,8 moles de anhídrido maléico, con un índice OH de 42 y un índice de acidez de 30. La viscosidad de la solución clara fué de 5850 cP.

Ejemplo 2

Se repitió el ejemplo 1 con la diferencia de que como éster de celulosa se empleo un butirato de acetato de celulosa con las siguientes características: Viscosidad correspondiente a 0,1 [segundos], medido según ASTM D 871-56, fórmula B, o bien de 0,41 [dPa.s], medido como solución al 20 % en acetona a 20°C, contenido en ácido acético: 19,7 %, contenido en ácido butírico: 48 %, índice OH: 15. La viscosidad de la solución clara era de 1350 cP.

Ejemplo 1 a)

De la masa de poliéster según el ejemplo 1 se preparó una estera de resina según la receta siguiente:

	Masa de poliéster según el ejemplo 1 a)	100 partes
	Material de carga, carbonato de calcio (Durcal 5 [®] , producto comercial de la firma Omya)	150 partes
5	Oxido de magnesio (Marmag [®] , producto comercial de la Fa. Merck, Darmstadt)	15 partes
	Estearato de zinc	4 partes
	terc.butilperbenzoato	0,75 partes

La mezcla formada no se pudo seguir elaborando en una instalación de impregnación de esteras de resina usual debido a su viscosidad extraordinariamente alta. Por esta razón se elaboraron en una instalación de laboratorio empleando esteras de vidrio a esteras de resina con un contenido en vidrio de un 26 %.

15 Ejemplo 2 a)

De la masa de poliéster según el ejemplo 2 se preparó según el método del ejemplo 1a un preparado de base para esteras de resina que, sin más, se podía elaborar en una instalación de impregnación de esteras de resina usual a esteras de resina impecables con un contenido en vidrio de un 35 %.

Para poderla comparar con el ejemplo 1 a) se prepararon con el mismo preparado de base en la instalación de laboratorio empleando esteras de seda de vidrio unas esteras de resina con un contenido en vidrio de un 27 %.

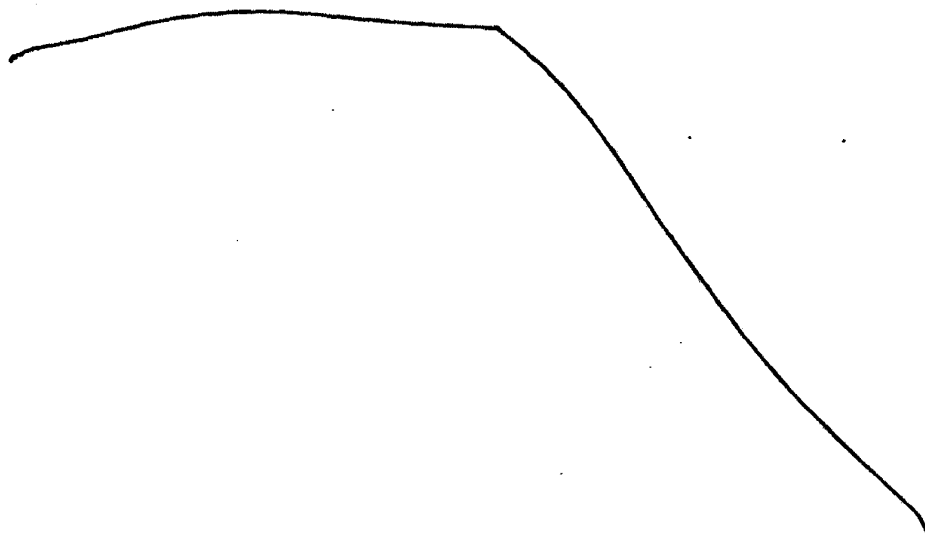
25 Ejemplos 1b, 2b:

De las esteras de resina según los ejemplos 1a) y 2a), que se habían preparado a partir de esteras de seda de vidrio, se conformaron bajo una temperatura de prensa-

do de 140°C y una fuerza de presión de 70 kp/cm² placas de ensayo que mostraban una nervadura y un saliente. La pieza prensada de la estera de resina según el ejemplo 1 a) mostraba claramente una estructura de fibras de vidrio y tenía al dorso de la nervadura y del saliente claros lugares de hundimiento. La profundidad del lugar de hundimiento enfrente del saliente era de 70 μ, la merma lineal de la placa ascendió a 0,04 %.

La pieza prensada de la estera de resina según el ejemplo 2a) mostraba una superficie muy lisa sin estructura de fibras de vidrio con reducidos lugares de hundimiento enfrente de la nervadura y el saliente. La profundidad del lugar de hundimiento enfrente del saliente era de 30 μ, la merma lineal de la placa era de 0,06 %.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la obtención de masas de
baja viscosidad y endurecibles con poca merma, caracterizado
porque en una primera etapa, ácidos α , β -etilenicamente in-
saturados, o derivados formadores de éster de los mismos, se
calientan con alcoholes divalentes, lentamente a unos 180°C;
en una segunda etapa, el agua de condensación disociada se
extrae por arrastre con una corriente de gas inerte; en una
10 tercera etapa, se estabiliza con hidroquinona u otro estabi-
lizador; en una cuarta etapa, el poliéster obtenido y un éster
celulósico, libre de agentes de oxidación, de ácidos mono-
carboxílicos alifáticos, con índices OH entre 5 y 25, se
disuelven en un compuesto olefinicamente insaturado, copoli-
15 merizable con el poliéster insaturado obtenido, preferente-
mente a unos 80°C, debiendo ascender la cantidad del éster
de celulosa a un 5 - 30 % en peso, referido a la suma del poli-
éster, compuesto copolimerizable y éster de celulosa.

20 2.- Procedimiento para la obtención de masas de
baja viscosidad y endurecibles con poca merma, tal y como queda
sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, 18 MAR. 1977

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

Dr. ...
...
...

