



ESPAÑA

⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ A1
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	
	-458.250	
	28-4-77	

458.250

PATENTE DE INVENCION

③① PRIORIDADES:		
③② NUMERO	③③ FECHA	③④ PAIS
P 26 18 860.3	29 Abril 1976	República Federal Alemana

④⑦ FECHA DE PUBLICIDAD	⑤① CLASIFICACION INTERNACIONAL	⑥② PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D, C08L	

⑤④ TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COMPOSICIONES DE MOLDEO Y REVESTIMIENTO DE POLIESTER"

⑦① SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.
⑦② INVENTOR (ES)
Harald Selbeck, Rolf Dhein, Rolf Küchenmeister, Otto Bendszus.
⑦③ TITULAR (ES)
⑦④ REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO.

La presente invención se refiere a resinas de poliéster insaturadas, que además de formadores de radicales, aceleradores y, en caso dado, ulteriores aditivos usuales, contienen aceleradores adicionales especiales (promocionadores).

5 En el secado de lacados se pueden diferenciar en el caso de las resinas de poliéster insaturadas, que contienen parafina, tres etapas, la gelificación, la segregación de parafina y la resistencia a la abrasión de la parafina. De interés práctico es especialmente la segregación de parafina, es decir, el
10 desarrollo de una capa de parafina sobre la superficie de la laca, que ha de proteger la capa de laca del efecto inhibitor del oxígeno de la atmósfera. Después de la formación de esta capa de parafina se puede, si se desea, secar térmicamente la laca.

La resistencia a la abrasión de la parafina se logra
15 cuando la capa de laca se ha secado hasta el punto de que las piezas lacadas se puedan apilar sin dañar la laca. Después de este período de tiempo se puede, por ejemplo, lacar los dorsos.

Es sabido que los compuestos de β -dicarbonilo, tales como, por ejemplo, el éster del ácido acetoacético (publicación
20 alemana DOS 1 694 099), acetilacetona (Deutsche Farbenzeitschrift 14, cuaderno 11 (1960), 422), benzoilacetona, acetilciclopentanonona (publicación alemana DOS 1 927 320) o las amidas de ácido acetoacético N-sustituídas (publicación alemana DAS 1 195 491) son adecuadas como promotores.

25 También los compuestos que contienen azufre, tal como, por ejemplo, los tioéteres, son conocidos como aceleradores adicionales (patente alemana 1 262 595).

Las masas de poliéster, que contienen los mencionados
30 aceleradores adicionales, endurecen ya a temperatura ambiente en un tiempo relativamente corto.

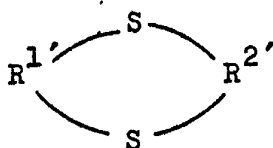
Como, sin embargo, en la técnica del lacado los tiempos de compás acortados permiten un aumento del rendimiento, existe una urgente necesidad de acortar más aún los tiempos de endurecimiento.

5 Lo desventajoso en las masas de poliéster, que contienen acelerador adicional, es que también bajo ausencia de iniciadores presentan una estabilidad al almacenamiento limitada. Por esta razón parece ser deseable desarrollar sistemas aceleradores adicionales, que presenten un alto efecto promotor y, sin em
10 bargo, no empeoren considerablemente la estabilidad al almacenamiento de las masas de poliéster libres de iniciador. Además, no deben influenciar negativamente el color, la resistencia a los arañazos y la fluidez y, además, tengan buena solubilidad en las resinas de poliéster insaturadas, pudiéndose, por lo
15 tanto, prescindir de disolventes auxiliares.

Aceleradores adicionales, que imprimiesen a las resinas de poliéster insaturadas tal combinación de propiedades deseables, especialmente una máxima reactividad con simultáneamente excelente estabilidad al almacenamiento, no estaban hasta
20 ahora disponibles.

La invención se basa en el conocimiento de que determinados derivados de la pirrolidona-2, de la γ -butirolactona y de la 1-tiaciclopentanona-2, en combinación con compuestos de fórmula

25

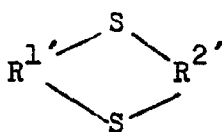


en presencia de iniciadores conducen a un rápido endurecimiento de las masas de moldeo y revestimiento de poliéster insaturado,

bajo ausencia de iniciadores les imprimen a estas resinas, sin embargo, una estabilidad al almacenamiento considerable.

Objeto de la invención son aceleradores adicionales de fórmula

5



10

donde $R^{1'}$ y $R^{2'}$ pueden ser iguales o diferentes y significan restos alquilo con 1 a 3 átomos de carbono, que, en caso dado, pueden estar sustituidos por restos alifáticos con 1 a 8 átomos de carbono, por restos cicloalifáticos con 5 a 6 átomos de carbono y grupos alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono.

15

Ulterior objeto de la invención son las masas de molde y de revestimiento endurecibles después de la adición de un 0,1 a 8,0, preferentemente 0,3 a 5,0 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de iniciadores de polimerización C, a base de resinas de poliéster de

20

A. 20 - 90 % en peso, preferentemente 40 - 70 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de poliésteres α, β - etilénicamente insaturados y
B. 80 - 10 % en peso, preferentemente 60 - 30 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de compuestos copolimerizables,

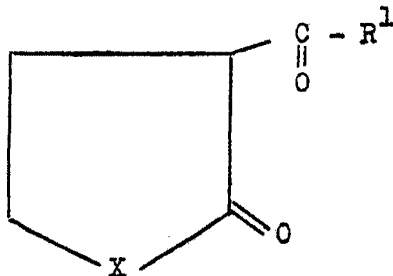
pudiendo estas masas de poliéster contener, además de eventuales ulteriores aditivos

25

D. 0,001 a 0,5, preferentemente 0,01 a 0,1 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de inhibidores,
E. 0,001 a 5,0, preferentemente 0,01 a 0,1 % en peso, referido

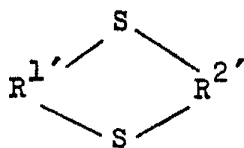
a la suma de los componentes A y B, de aceleradores usuales, F. en caso dado, 0,01 a 1,0 % en peso, preferentemente 0,03 - 0,3 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de parafina o de sustancias cerosas,

- 5 G. 0,05 a 5,0, preferentemente 0,1 a 1,5 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de aceleradores adicionales G de fórmula



- 10 donde X significa O ó S, preferentemente NR², R¹ significa un resto alifático con 1 a 8 átomos de carbono, hidrógeno, hidroxilo, NR⁴R⁵, ciclohexilo, ciclopentilo, alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente CH₃ o COOR³,
 R² significa hidrógeno, un resto alifático con 1 a 8 átomos de carbono, un resto cicloalifático con 5 a 8 átomos de carbono,
 15 no, acetilo, benzoílo, bencilo, preferentemente hidrógeno o CH₃,
 R³ significa hidrógeno, un resto alifático con 1 a 8 átomos de carbono, un resto aromático, tal como el resto fenilo, o un resto fenilo alifáticamente sustituido, presentando el resto alifático 1 a 4 átomos de carbono,
 20 R⁴, R⁵, en cada caso, significan hidrógeno, un resto alifático con 1 a 4 átomos de carbono, fenilo, ciclohexilo, o R⁴ y R⁵, juntos, representan un resto alifático con 4 a 8 átomos de carbono,
 y
 25 H. 0,05 hasta 5,0, preferentemente 0,1 hasta 1,5 % en peso,

referido a la suma de los componentes A y B, de aceleradores adicionales H, caracterizado porque los aceleradores adicionales H son compuestos de fórmula



5 Es el ulterior objeto de la invención el empleo de los compuestos H, preferentemente en combinación con los compuestos G, como aceleradores adicionales para las resinas de poliéster insaturadas.

10 Aceleradores adicionales G especialmente preferentes son los compuestos derivados de la pirrolidona-2, esto es, por ejemplo, 3-acetilpirrolidona-2, N-metil-3-acetilpirrolidona-2 y N-metil-3-etoxialil-pirrolidona-2. Como aceleradores adicionales H son especialmente adecuados los compuestos, tales como 1,3-ditiano, 1,4-ditiano, 2,5-dimetoxi-1,4-ditiano, 1,4-ditiano-2,5-
15 diol, 1,4-ditiano-2-metanol y 1,4-ditiano-2,5-dimetanol. Estos últimos se pueden condensar debido a sus grupos hidroxilo, también directamente en la resina de poliéster insaturada.

20 Las combinaciones de los aceleradores adicionales G y H le imprimen a las resinas de poliéster insaturadas sorprendentemente, además de máxima reactividad, una excelente estabilidad al almacenamiento. Ha demostrado ser especialmente valiosa la combinación de N-metil-3-etoxialil-pirrolidona-2 con 1,4-ditiano.

25 Los aceleradores adicionales conocidos por el actual estado de la técnica, tales como éster de ácido acetoacético, acetilacetona, benzoilacetona, acetilciclopentanona o amidas del ácido acetoacético N-sustituídas, son asimismo mejorados en su

eficacia por la combinación con los promotores H de la presente invención. La eficacia tanto de los aceleradores adicionales G, como también de los aceleradores adicionales H, es, empleados individualmente, más reducida que la eficacia de la combinación (G+H).

Para la práctica es importante el hecho de que los aceleradores adicionales G y H se disuelven sin dificultades en la resina de poliéster insaturada conteniendo monómeros sin el empleo de disolventes auxiliares, que, como es sabido, pueden influenciar negativamente las propiedades de la resina endurecida.

Los poliésteres α, β -etilénicamente insaturados A son los productos de policondensación usuales conteniendo como mínimo un ácido dicarboxílico α, β -etilénicamente insaturado, por regla general con 4 ó 5 átomos de carbono, o sus derivados formadores de éster, en caso dado en mezcla con hasta 90 moles-%, referido al componente ácido insaturado, de como mínimo un ácido dicarboxílico alifático saturado con 4 a 10 átomos de carbono, o un ácido dicarboxílico cicloalifático con 8 a 10 átomos de carbono, o sus derivados formadores de éster como mínimo con un compuesto polihidroxi, especialmente un compuesto dihidroxi con 2 a 8 átomos de carbono, esto es, los poliésteres, tal y como se describen en J.Björkstén et al, "Polyesters and their Applications", Reinhold Publishing Corp., New York, 1956.

Ejemplos de ácidos dicarboxílicos insaturados o de sus derivados a emplear con preferencia son el ácido maléico o el anhídrido del ácido maléico y ácido fumérico. Sin embargo, se pueden emplear también, por ejemplo, el ácido mesacóico, ácido citracóico, ácido itacóico o ácido cloromaléico. Ejemplos de ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados, aromáticos o cicloali

fáticos o sus derivados empleados son el ácido ftálico o el anhídrido del ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido hexa- o tetrahidroftálico o bien sus anhídridos, ácido endometilentetrahidroftálico o su anhídrido, ácido succínico o bien el anhídrido del ácido succínico y el éster y cloruros del ácido succínico, ácido adípico, ácido sebácico. Para obtener resinas de difícil inflamación se pueden emplear, por ejemplo, el ácido hexacloroendometilentetrahidroftálico (ácido Het), ácido tetracloroftálico o ácido tetrabromoftálico. Los poliésteres a emplear con preferencia contienen restos de ácido maléico, que en hasta 70 moles-% pueden estar sustituidos por restos de ácido ftálico o ácido isoftálico. Como alcoholes divalentes se pueden emplear aquéllos con 2 a 15 átomos de carbono, tal como, por ejemplo, etilenglicol, propandiol-1,2, propandiol-1,3, dietilenglicol, dipropilenglicol, butandiol-1,3, butandiol-1,4, neopentilglicol, hexandiol-1,6, perhidrobisfenol y otros. Con preferencia se emplea el etilenglicol, propandiol-1,2, dietilenglicol y dipropilenglicol. Son posibles modificaciones ulteriores mediante la incorporación de hasta 10 moles-%, referido al componente alcohol o bien ácido, de alcoholes mono- y polivalentes con 1 a 10 átomos de carbono, tal como butanol, alcohol bencílico, ciclohexanol y alcohol tetrahidrofurfurílico, trimetilolpropano y pentaeritrita, así como mediante la incorporación de ácidos monobásicos, tales como ácido benzóico, ácido terc.butilbenzóico, ácido oléico, ácido graso de aceite de linaza y ácido graso de ricino.

El índice de acidez de los poliésteres debe encontrarse entre 5 y 100, preferentemente entre 20 y 60, los índices OH entre 10 y 100, preferentemente entre 20 y 60, las viscosidades entre 500 y 3000, preferentemente 700 y 2000 c Poise, medido como solución al 65 % en peso en estireno a 20°C.

Como compuestos copolimerizables B son adecuados los compuestos insaturados usuales en la tecnología de los poliésteres, es decir, preferentemente los compuestos de vinilo α -sustituídos, o los compuestos de alilo β -sustituídos, preferentemente estireno; pero también, por ejemplo, los estirenos clorados, alquenilados y alquilados en el núcleo, pudiendo contener los grupos alquenilo o bien alquilo 1 a 4 átomos de carbono, tal como, por ejemplo, viniltolueno, divinilbenceno, α -metilestireno, terc.butilestireno, cloroestirenos; ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos con 2 a 6 átomos de carbono, preferentemente acetato de vinilo; vinilpirrolidona, vinilpiridina, vinilnaftalina, vinilciclohexano, ácido acrílico y metacrílico y/o sus ésteres con 1 a 4 átomos de carbono en el componente alcohol, sus amidas y nitrilos, el anhídrido, semiéster y diéster del ácido maléico con 1 a 4 átomos de carbono en el componente alcohol, las semi- y diamidas o las imidas cíclicas, tales como N-metilmaleinimida o N-ciclohexilmaleinimida; los compuestos de alilo, tales como el benceno de alilo y los ésteres de alilo, tales como acetato de alilo, acrilato de alilo, metacrilato de alilo, éster dialílico del ácido ftálico, éster dialílico del ácido isoftálico, éster dialílico del ácido fumárico, carbonatos alílicos, carbonatos dialílicos, fosfato trialílico y cianurato trialílico.

Como iniciadores de la polimerización C son adecuados, por ejemplo, los peróxidos diacíclicos, tales como el peróxido diacetílico, peróxido dibenzoílico, peróxido di-p-clorobenzoílico, peróxido dilauroílico, los ésteres de peróxido, tales como, por ejemplo, el peroxiacetato terc.butílico, peroxibenzoato terc.butílico, peroxidicarbonato dicitclohexílico, los peróxidos alquílicos, tales como bis-(terc.butilperoxibutano), peróxido dicumílico, peróxido terc.butilcumílico, hidroperóxidos, tales

como hidropéroxido cumóico, hidropéroxido terc.butílico, hidropéroxido ciclohexanónico, péroxido acetilacetónico o azoisobutiridinitrilo.

5 También son adecuados como iniciadores de la polimerización C los conocidos fotosensibilizadores, especialmente del tipo de los derivados de la benzofenona y benzoína, por ejemplo, los bisulfuros aromáticos, 2-fenilacetofenonas, sililéteres de los tetraaril-1,2-glicoles, los derivados del ácido γ, δ -difenilbutírico, las benzofenonas tiometiladas y halógenometiladas, 10 los ácidos valerianicos derivados de la benzoína o bien de los benzoinéteres y sus sales, los compuestos de benzoinaril- y -sililéter, tal y como se describen en la patente alemana 1 233 594 y en las publicaciones alemanas DOS 1 769 168, 2 164 482, 1 807 301, 2 155 000, 1 949 010, 2 022 507, 1 769 576, 15 1 902 051; preferentemente, sin embargo, los benzoinéteres de alcoholes primarios y secundarios, benzoínas sustituidas, benzoinéteres y -ésteres, tal y como se describen, por ejemplo, en las publicaciones alemanas DOS 1 902 930, 1 694 149 y en las publicaciones alemanas DOS 1 769 853 y 1 769 854.

20 Las masas de poliéster de la presente invención contienen, en las cantidades usuales, esto es, en un 0,001 hasta 0,5 % en peso, inhibidores de polimerización D conocidos, que evitan una gelificación prematura e incontrolada. Como tales son adecuados los fenoles y los derivados del fenol, preferente- 25 mente los fenoles estéricamente impedidos, que en ambas posiciones o con respecto al grupo hidroxifenólico, contienen sustituyentes alquilo con 1 - 6 átomos de carbono, aminas, preferentemente arilaminas secundarias y sus derivados, quinonas, sales cúpricas de ácidos orgánicos, compuestos de adición de haluros 30 de Cu(I) a fosfitos, tales como, por ejemplo, 4,4'-bis-(2,6-di-

terc.butilfenol), 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris-(3,5-diterc.butil-
4-hidroxibencil)-benceno, 4,4'-butiliden-bis-(6-terc.butil-m-
cresol), 3,5-di-terc.butil-4-hidroxibencilfosfonato de dietilo,
N,N'-bis-(β -naftil)-p-fenilendiamina, N,N'-bis-(1-metilheptil)-
5 p-fenilendiamina, fenil- β -naftilamina, 4,4'-bis-(α , α -dimetil-
bencil)-difenilamina, 1,3,5-tris-(3,5-di-terc.butil-4-hidroxi-
hidrocinamoil)-hexahidro-s-triazina, hidroquinona, p-benzoqui-
nona, toluhidroquinona, p-terc.butilpirocatequina, cloranilo,
naftoquinona, naftenato de cobre, octoato de cobre, Cu(I)Cl/tri-
10 fenilfosfito, Cu(I)Cl/trimetilfosfito, Cu(I)Cl/triscloroetil-
fosfito, Cu(I)Cl/tripropilfosfito, p-nitrosodimetilanilina.

Como aceleradores E usuales entran en consideración
los compuestos conocidos eficaces, tales como los mercaptanos
y ácidos sulfínicos, por ejemplo, dodecil- y laurilmercaptano,
15 ácido p-tolueno- y bencenosulfínico, así como las dialquilaril-
aminas, por ejemplo, dimetil- y dietilanilina, que, en caso da-
do, pueden estar sustituidas en la posición p por restos fenilo,
metilo, metoxi, hidroxilo o amino. Si estas aminas llevan grupos
funcionales esterificables o copolimerizables, tal como, por
20 ejemplo, la N,N-bis-(β -hidroxietil)-anilina, entonces también
se pueden incorporar en los poliésteres. Aceleradores preferen-
tes son las sales de metal pesado de ácidos carboxílicos, tales
como, por ejemplo, los naftenatos y octoatos de vanadio, de hie-
rro, de manganeso, especialmente, sin embargo, de cobalto. Natu-
25 ralmente, también se pueden emplear mezclas de los aceleradores
mencionados. Así se han acreditado especialmente las combinacio-
nes de aceleradores de sal de cobalto y dialquilarilaminas.

Los aceleradores adicionales G y H se pueden obtener
según Chem. Ber. 90 1290 (1957), *ibid.* 95, 2424, 2444 (1962),
30 J. Chem. Soc. (London) (C) 1971, 999, Chem. Abstracts 52, 11904
f (1958), Fieser/Fieser, Reagents for Organic Synthesis 1, 1071,

ibid. 2, 182, ibid. 3, 135; Organic Synthesis 4, 396 (1963); Comptes rendus 240, 1544 (1955) o basándose en estas instrucciones.

5 Además de buena solubilidad en las resinas de poliéster presentan éstas la ventaja de que ya con reducida dosificación son altamente eficaces y les dan a las resinas de poliéster insaturadas, además de una alta reactividad, una estabilidad al almacenamiento extraordinariamente buena. Al emplearlas como
10 masa de revestimiento de poliéster no sólo acortan el tiempo hasta que comienza la segregación de parafina, sino que también la resistencia a la abrasión de la parafina se alcanza considerablemente antes.

15 La adición de aceleradores E y aceleradores adicionales G y H se efectúa por regla general por separado. En el caso de una posibilidad de formación de complejos entre los aceleradores adicionales G y H y el acelerador E, especialmente cuando éste contiene cobalto como metal de transición, pudiera ser ventajoso agregar el complejo bien sea en forma aislada o bien en forma de solución. Con la adición de los iniciadores de la polimerización C y los aceleradores E o bien los aceleradores adicionales G y H comienza el endurecimiento. No precisa ser mencionado que los iniciadores C y los aceleradores E, debido a
20 peligro de explosión, no se pueden mezclar entre sí, sino que se han de agregar por separado a las resinas de poliéster.

25 Como ulteriores aditivos se pueden emplear, por ejemplo, agentes antiverdeantes, tales como ácido fosfórico, fosfato de mono-n-butilo, fosfato de di-n-butilo .

30 Los ejemplos a continuación explican el objeto de la invención. Las partes indicadas a continuación son partes en peso; las indicaciones de porcentos se indican en % en peso.

Ejemplos:

La resina de poliéster insaturada se preparó como sigue:

5 797 partes de propandiol-1,2, 706 partes de anhídrido de ácido maléico y 414 partes de anhídrido de ácido ftálico se reaccionaron bajo atmósfera de nitrógeno a 180°C hasta alcanzar un índice de acidez de 48. Una solución al 65 % de este poliéster en estireno presentaba una viscosidad de 1400 cP, medido a 20°C. 55 partes del poliéster obtenido se disolvieron en 45 partes de estireno y se estabilizó con 0,01 partes de toluhidroquinona.

Ejemplo 1:

15 En cada caso 100 partes de poliéster se mezclaron con 0,03 partes de cobalto en forma de una solución de octoato de cobalto en tolueno con un contenido de metal del 2,2 %, 0,1 partes de parafina (p.f. 51 - 53°C) en forma de una solución al 10 % en tolueno y los aceleradores adicionales mencionados en la tabla 1. Las mezclas se aplicaron mediante un aparato aplicador en un espesor de capa en película húmeda de aprox. 500 μ sobre placas de vidrio, que previamente se habían dotado de una imprimación activa de 100 g/m^2 . La imprimación activa se compone de 30 partes de nitrocelulosa (humectadas con butanol), 80 partes de acetato de etilo, 45 partes de acetato de butilo, 60 partes de tolueno; 20 partes de polvo de peróxido de ciclohexanona (al 90 %) y 8 partes de pasta de peróxido de ciclohexanona (al 50 %).

25 Para determinar la estabilidad al almacenamiento se almacenaron varias muestras de la solución de poliéster estirénica, mezclada con los aceleradores adicionales, en el armario

secador a 60°. Se determinó el tiempo hasta que comenzó la gelificación de la resina.

Tabla 1

5	Acelera- dor adi- cional G	Can- ti- dad %	Acelera- dor adi- cional H	Can- ti- dad %	Comienzo de la se- gregación de parafi- na (min)	Estabilidad al almacenamiento a 60°C (d)
10	N-metil- 3-etoxi- alilpirro- lidona-2	0,4	1,3-di- tiano	0,4	7	36 - 38
	"	0,4	1,4-di- tiano	0,4	7	44 - 50
15	N-metil- 3-acetil- pirrolido- na-2	0,4	1,3-di- tiano	0,4	8	28 - 31
20	"	0,4	1,4-di- tiano	0,4	8	32
	α-acetil- γ-buti-ro- lactona	0,4	1,4-di- tiano	0,4	9	20 - 21
25	3-acetil- 1-tia-ci- clopentano- na-2	0,4	1,4-di- tiano	0,4	9	19

Tabla 2 (ensayos comparativos)

	Acelerador adicional según el estado de la técnica sin acelerador adicional G ó H	Cantidad %	Comienzo de la segregación de parafina (min)	Estabilidad al almacenamiento a 60°C (d)
5	Sin aditivo	-	26	18 - 21
	Acetoacetato de etilo	0,4	24	17 - 19
		3,0	22	4 - 7
10	Dietilamida de ácido acetoacético	0,4	20	14 - 16
		1,2	18	12 - 15
	2-acetilciclopentanona	0,4	15	7 - 8
	Tiodiglicol	0,4	22	16 - 18

Tabla 3 (Ensayos comparativos)

	Acelerador adicional G (sin acelerador adicional H)	Cantidad %	Comienzo de la segregación de parafina (min)	Estabilidad al almacenamiento a 60°C (d)
15				
20	N-metil-3-etoxialilpirrolidona-2	0,4	14	17 - 19
	N-metil-3-acetilpirrolidona-2	0,4	14	14 - 15

Tabla 4 (Ensayos comparativos)

	Acelerador adicional H (sin acelerador adicional G)	Cantidad %	Comienzo de la segregación de parafina (min)	Estabilidad al almacenamiento a 60°C
5	1,3-ditiano	0,4	22	25 - 35
	1,4-ditiano	0,4	20	32 - 50

Tabla 5

	Acelerador adicional según el estado de la técnica	Canti- dad %	Acelerador adicional H (sin ace- lerador adicional G)	Canti- dad %	Comien- zo de la se- grega- ción de parafi- na (min)	Estabilidad al almacena- miento a 60°C (d)
10	Acetoaceta- to de etilo	0,4	1,4-ditiano	0,4	20	25 - 30
15		3,0	"	0,4	17	20 - 22
	Dietilamida de ácido acetoacético	0,4	"	0,4	14	18
20		1,2	"	0,4	12	22 - 25
25	2-acetil- ciclopenta- nona	0,4	"	0,4	12	18 - 21

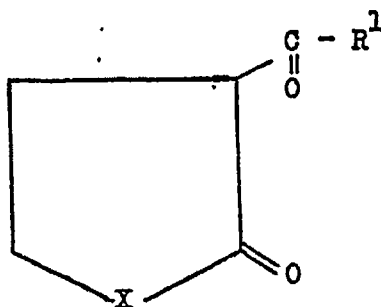
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

5

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento de obtención de composiciones de moldeo y revestimiento de poliéster, que pueden curarse después de la adición de 0,1 a 8% en peso de iniciadores de polimerización C; caracterizado porque ácidos dicarboxílicos α, β -etilenicamente insaturados, o sus derivados formadores de ésteres con un compuesto polihidroxílico, se calientan lentamente hasta 180°C; el agua de condensación separada se elimina de la mezcla de reacción por medio de una corriente de gas inerte; se disuelve:

- 10 (A) 20 - 90 % en peso del poliéster insaturados resultante en (B) 80 - 10 % en peso de compuestos copolimerizables; cuya mezcla se añade por amasado, amasado interno o cualquier otro método de amasado mecánico, a
- 15 (D) 0,001 a 0,5, preferentemente 0,01 a 0,1 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de inhibidores;
- (E) 0,001 a 5,0, preferentemente 0,01 a 0,1 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de aceleradores usuales;
- 20 (F) en caso dado, 0,01 a 1,0 % en peso, preferentemente 0,03 - 0,3 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de parafina o de sustancias cerosas;
- (G) 0,05 a 5,0, preferentemente 0,1 a 1,5 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B de aceleradores adicionales G de fórmula



Handwritten signature or mark.

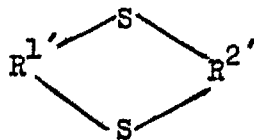
donde X significa O ó S, preferentemente NR², R¹ significa un resto alifático con 1 a 8 átomos de carbono, hidrógeno, hidroxilo, NR⁴R⁵, ciclohexilo, ciclopentilo, alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente CH₃ o COOR³,

5 R² significa hidrógeno, un resto alifático con 1 a 8 átomos de carbono, un resto cicloalifático con 5 a 8 átomos de carbono, acetilo, benzoílo, bencilo, preferentemente hidrógeno o CH₃,

10 R³ significa hidrógeno, un resto alifático con 1 a 8 átomos de carbono, un resto aromático, tal como el resto fenilo, o un resto fenilo alifáticamente sustituido, presentando el resto alifático 1 a 4 átomos de carbono,

R⁴, R⁵, en cada caso, significan hidrógeno, un resto alifático con 1 a 4 átomos de carbono, fenilo, ciclohexilo, o R⁴ y R⁵, juntos, representan un resto alifático con 4 a 8 átomos de carbono, y

15 (H) 0,05 hasta 5,0, preferentemente 0,1 hasta 1,5 % en peso, referido a la suma de los componentes A y B, de aceleradores adicionales H, de fórmula:



20 donde R^{1'} y R^{2'} pueden ser iguales o diferentes y significan restos alquilo con 1 a 3 átomos de carbono, que, en caso dado, pueden estar sustituidos por restos alifáticos con 1 a 8 átomos de carbono, por restos cicloalifáticos con 5 a 6 átomos de carbono y grupos alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono.

25 2.- Procedimiento de obtención de composiciones de moldeo y revestimientos de poliéster, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

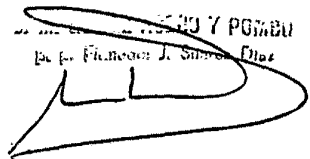
Esta Memoria consta de 20 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid,

14 de Mayo 1977

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

... Y COMPA
Dr. F. Franco J. Siles, Director



129