

20 NOV 1978
Concedido al Registro de acuerdo
con los datos que figuran
en el presente documento
tenido de la memoria a junta.

11	NUMERO	463.746	10	A1
22	FECHA DE PRESENTACION	31.10.77		



PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
737.580	1.11.76	EE.UU.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C08F	
54 TITULO DE LA INVENCION		
"UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE MOLDEO CURABLE"		
71 SOLICITANTE (S)		
UNION CARBIDE CORPORATION (C-11013-SP)		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
270 Park Avenue, Nueva York, Nueva York, 10017, Estados Unidos de América		
72 INVENTOR (ES)		
Kenneth Earl Atkins		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 67.188)		

1 La invención se refiere a un medio para mejorar
la uniformidad de pigmentación en composiciones de moldeo
de poliéster espesables y de baja contracción.

5 Un adelanto fundamental en la tecnología del mol
deo de los poliésteres comerciales fue la introducción ha-
ce varios años de sistemas espesados químicamente. El espe-
samiento químico se emplea siempre en los compuestos de --
moldeo en hoja ("SMC"), y está siendo utilizado creciente-
mente en compuestos de moldeo en masa ("BMC"). En tales --
10 sistemas, se añade un material alcalino tal como óxido de
magnesio o hidróxido de magnesio al poliéster sin curar --
junto con cargas, fibras de vidrio, y otros materiales tí-
picos. El material alcalino interacciona con la acidez re-
sidual del poliéster para aumentar la viscosidad. El siste-
15 ma espesado está relativamente exento de adherencia y es -
fácil de manipular, y la viscosidad elevada lleva el refor-
zamiento de fibras de vidrio a los extremos del molde du--
rante la reticulación del sistema. Así, el uso de sistemas
espesados ha supuesto una contribución importante a la ex-
20 pansion comercial del moldeo de los poliésteres.

 Otra mejora técnica que ha aportado una contribu-
ción importante a la tecnología del moldeo de los poliéste-
res comerciales es el uso de aditivos de bajo perfil para
reducir la contracción durante la reacción de curado, y pa-
25 ra mejorar así la estabilidad dimensional y la lisura de -
la superficie. Los aditivos de bajo perfil son polímeros -
termoplásticos tales como polímeros de acetato de vinilo,
poliestireno, polímeros acrílicos, y policaprolactonas. --
Hay un cierto número de teorías que pretenden explicar la
30 acción de bajo perfil o de anti-contracción de estos polí-

1 meros, pero la única que parece explicar mejor el fenómeno
es la siguiente:

5 El aditivo de bajo perfil es al menos parcialmen
te soluble en la solución de poliéster sin curar/estireno.
A medida que la mezcla poliéster/estireno se reticula, el
polímero termoplástico se hace incompatible o menos solu--
ble y, al menos en parte, se separa de la solución. Esta -
acción causa un aumento de volumen que compensa la contrac-
ción que ocurre cuando se reticula la mezcla poliéster/es-
10 tireno.

15 Cuando se emplea un aditivo de bajo perfil en --
una composición espesada, el aumento de viscosidad que se
produce puede causar que el aditivo de bajo perfil se sepa
re, y ocasionar de este modo una superficie adherente. Es-
te problema es usualmente muy severo con los poliésteres -
más reactivos, esto es, con aquellos que tienen relaciones
de peso molecular a enlaces dobles más bajas. Para comba--
tir esto, se incorpora funcionalidad de ácido carboxílico
en el aditivo de bajo perfil. El polímero termoplástico --
20 propiamente dicho puede intervenir entonces en la reacción
de espesamiento, asegurando así que se obtenga como resul-
tado una superficie exenta de adherencia.

25 Sin embargo, si bien alivia el problema de la --
adhesividad, la introducción de estos carboxilos en el ter
moplástico puede presentar otras dificultades si no se com
prende correctamente. Para que los termoplásticos se com--
porten óptimamente como agentes de control de la contrac--
ción, tienen que hacerse incompatibles con la estructura -
del poliéster reticulado. Por esta razón, si la resina de
30 poliéster, el termoplástico carboxilado, y la estructura -

1 del agente espesante no se controlan y balancean cuidadosa-
mente, el agente de espesamiento químico puede aglutinar -
el termoplástico en el sistema termoendurecible a través -
de los grupos carboxilo. Esto reducirá la magnitud de la -
5 incompatibilidad termoplástico-termoendurecible, reduciend-
do así, y en casos extremos, anulando de hecho el control
de la contracción.

Otra propiedad de estas composiciones que puede
afectarse notablemente por este procedimiento de espesa- -
10 miento es la pigmentabilidad interna. Debido a la incompati-
bilidad termoplástico-termoendurecible, las composicio--
nes de baja contracción y bajo perfil SMC y BMC son más di-
fíciles de pigmentar uniformemente que las SMC y BMC con--
vencionales. Por una formulación cuidadosa, y con el uso -
15 de ciertos pigmentos, es posible balancear un control de -
la contracción y una estabilidad dimensional adecuados con
la pigmentación interna en las composiciones de poliéster
espesadas utilizando como aditivo de bajo perfil policapro-
lactona carboxilada comercialmente asequible. Sin embargo,
20 las composiciones de poliésteres espesados de contracción
verdaderamente nula no se han pigmentado todavía uniforme
y reproduciblemente en moldes comerciales excepto cuando -
se utilizaron ciertos pigmentos negros con policaprolacto-
na carboxilada como aditivo de bajo perfil.

25 La invención proporciona un medio para mejorar -
la uniformidad de pigmentación en composiciones de moldeo
de poliésteres espesados pigmentadas internamente. En un -
aspecto, la invención proporciona una composición curable
que comprende:

30 (a) una resina poliéster que comprende el produc

1 to de reacción de un ácido o anhídrido dicarboxílico olefínicamente insaturado y un polialcohol;

(b) un monómero olefinicamente insaturado que es copolimerizable con dicha resina poliéster;

5 (c) un agente espesante que comprende un óxido o hidróxido de un metal del Grupo I, II ó III de la tabla periódica;

(d) un pigmento;

10 (e) un aditivo de bajo perfil constituido por un polímero de acetato de vinilo carboxilado; y

(f) un compuesto tensioactivo.

15 En otro aspecto, la invención proporciona una composición curable que comprende (a), (b), (c) y (d), como se han definido arriba, y (g) un aditivo de bajo perfil que comprende un copolímero acetato de vinilo/ácido maleico.

La invención proporciona también las composiciones curadas producidas por curado de las composiciones curables descritas arriba.

20 Los poliésteres que se emplean en la invención son productos de reacción de un ácido o anhídrido dicarboxílico, con un alcohol polivalente. Los ácidos o anhídridos dicarboxílicos que se emplean para producir el poliéster, bien sea aisladamente o en combinación, tienen que incluir aquellos que contienen insaturación olefínica, en la que preferiblemente la insaturación es alfa, beta- con respecto a al menos uno de los grupos ácido carboxílico. Tales ácidos incluyen ácido o anhídrido maleico, ácido fumárico, ácido o anhídrido tetrahidroftálico, anhídrido hexa-
30 cloroendometilentetrahidroftálico ("anhídrido cloréndico"),

1 -aductos Diels-Alder de ácido o anhídrido maleico con com-
puestos que tienen insaturación olefínica conjugada, ilus-
trándose tales aductos por el anhídrido biciclo [2,2,1]-
hept-5-en-3-2,3-dicarboxílico, ácido metilmaleico, y ácido
5 itacónico. El ácido o anhídrido maleico y el ácido fumárico
son los más ampliamente utilizados comercialmente.

Además del ácido o anhídrido olefinicamente insa-
turado, se pueden utilizar también ácidos o anhídridos di-
carboxílicos saturados y/o aromáticos en la producción del
10 poliéster. Tales ácidos incluyen ácido o anhídrido ftáli-
co, ácido tereftálico, ácido o anhídrido hexahidroftálico,
ácido adípico, ácido isoftálico, y ácido "dímero" (esto --
es, ácidos grasos dimerizados).

Se emplea también un polialcohol para producir -
15 el poliéster. Tales polialcoholes incluyen etilenglicol, -
dietilenglicol, dipropilenglicol, butilenglicoles, neopen-
tilglicol, glicerina y 1,1,1-trimetilolpropano. Por regla
general, no más del 20% en moles del polialcohol será un -
trialcohol, siendo el resto uno o más dialcoholes.

20 Como es conocido en la técnica, los poliésteres
que se emplean en las composiciones de moldeo espesadas --
tienen que contener acidez residual con objeto de interve-
nir en la reacción de espesamiento. La naturaleza y produc-
ción de los poliésteres utilizados en tales aplicaciones -
25 son conocidas en la técnica.

La composición de poliéster de la invención con-
tiene también un monómero que contiene insaturación etilé-
nica, y que es copolimerizable con el poliéster. El estire-
no es el monómero preferido en la práctica comercial de la
30 actualidad, aunque pueden utilizarse otros. Tales otros in

1 cluyen viniltolueno, metacrilato de metilo, cloroestireno,
y ftalato de dialilo.

5 Dicho monómero se emplea en la composición de poliéster con el propósito de disolver el poliéster (el cual es sólido a las temperaturas del ambiente, esto es, a --
20°-25°C) para asegurar que la composición poliéster sea fluida. Se emplea suficiente monómero para que el grado de espesamiento o viscosidad del fluido sea tal que el fluido pueda manipularse convenientemente. Normalmente deben evitarse cantidades excesivas del monómero, debido a que tal
10 exceso puede tener un efecto desfavorable sobre las propiedades. Por ejemplo, una cantidad excesiva del monómero puede tender a causar fragilización del poliéster curado. Dentro de estas líneas de orientación, las proporciones efectivas del monómero se encuentran normalmente dentro del intervalo que va desde 35 a 70, y preferiblemente de 40 a --
15 55% en peso, basado en el peso de poliéster más monómero, más el aditivo de bajo perfil.

20 Se emplea también en la invención un agente espesante. Tales materiales son conocidos en la técnica, e incluyen los óxidos e hidróxidos de los metales de los Grupos I, II y III de la tabla periódica. Ejemplos ilustrativos específicos de agentes espesantes incluyen óxido de --
magnesio, óxido de calcio, óxido de zinc, óxido de bario,
25 óxido de potasio, hidróxido de magnesio, y otros conocidos en la técnica. Los agentes espesantes se emplean normalmente en proporciones comprendidas entre 0,1 y 6% en peso, basadas en el peso de resina poliéster, más monómero, más --
aditivo de bajo perfil.

30 Se emplean también pigmentos en la invención. --

1 Ejemplos ilustrativos incluyen óxido de hierro negro, di-
óxido de titanio, negro de humo, amarillo de cromo, azul y
verde de ftalocianina, negro cerámico, verde de cromo, - -
azul ultramar, turquesa de cromo-cobalto-alúmina, alumina-
5 to de cobalto (azul), óxido de hierro pardo, amarillo cerá-
mico (antimonio, titanio-óxido de cromo), pigmentos de ti-
tanio (amarillo, ante), molibdato (anarajando), anaranjado
de cromo, manganeso (violeta), cromo-estaño (rojo clavel),
y cadmio-mercurio (castaño, rojo, anarajando).

10 Los pigmentos se emplean también en la invención
en proporciones convencionales, p. ej. de 0,5 a 10% en pe-
so, basado en el peso de resina poliéster más monómero más
aditivo de bajo perfil.

15 La invención ha demostrado mejoras en la pigmen-
tabilidad con todos los pigmentos ensayados hasta ahora.

En un aspecto, la invención emplea un aditivo de
bajo perfil de polímero de acetato de vinilo carboxilado.
Tales polímeros incluyen copolímeros de acetato de vinilo
y ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados tales co-
20 mo ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido
fumárico, y ácido itacónico, así como terpolímero acetato
de vinilo/cloruro de vinilo/ácido maleico. Se hace referen-
cia a la Patente de EE.UU. nº 3.718.714, de Comstock y - -
otros, y a la Patente británica nº 1.361.841, de Comstock
25 y otros, para descripciones de aditivos de bajo perfil de
polímeros de acetato de vinilo carboxilados.

Los aditivos de bajo perfil de polímeros de ace-
tato de vinilo carboxilados útiles tienen ordinariamente -
pesos moleculares comprendidos dentro del intervalo que va
30 desde 10.000 a 250.000, y preferiblemente desde 25.000 a -

1 -175.000. Aquéllos se emplean usualmente en proporciones --
que van desde 6 a 20, y preferiblemente desde 9 a 16% en -
peso, basado en el peso de poliéster más aditivo de bajo -
perfil, más monómero.

5 Como regla general, se prefieren en la práctica
comercial los polímeros de acetato de vinilo carboxilado -
polimerizados en solución, debido a su mejor uniformidad -
entre carga y carga.

10 La composición de moldeo de poliéster puede con-
tener también uno o más de los tipos conocidos de aditivos
convencionales, que se emplean para sus fines conocidos en
las cantidades usuales. Como ejemplos ilustrativos de ta--
les aditivos se pueden citar los siguientes:

15 1. Iniciadores de polimerización tales como hi--
droperóxido de terc.butilo, perbenzoato de terc.butilo, pe
róxido de benzofilo, hidroperóxido de cumeno, peróxido de -
metiletiletona, y otros conocidos en la técnica. El ini--
ciador de polimerización se emplea en una cantidad catali-
ticamente efectiva, tal como de 0,3 a 2 a 3% en peso, basa
20 do en el peso de poliéster más monómero más aditivo de ba-
jo perfil.

 2. Cargas tales como arcilla, alúmina hidratada,
sílice, carbonato de calcio y otras conocidas en la técni-
ca.

25 3. Cargas de refuerzo tales como fibras o telas
de vidrio, fibras o telas de amianto, fibras o telas de di
versos materiales orgánicos tales como las hechas de poli-
propileno, copolímero acrilonitrilo/cloruro de vinilo, y -
otras conocidas en la técnica.

30 4. Agentes de desprendimiento del molde o lubri-

1 cantes, tales como estearato de zinc, estearato de calcio,
y otros conocidos en la técnica.

5 Las composiciones de moldeo de poliésteres de la
invención pueden curarse en condiciones similares a las --
utilizadas para las composiciones de poliésteres conoci- --
das. Condiciones de curado típicas son una temperatura com-
prendida entre 93,3° y 176,7°C, durante 1 a 4 minutos a --
una presión de 21,1 a 140,6 kg/cm².

10 En combinación con los aditivos de bajo perfil -
de polímeros de acetato de vinilo carboxilado, la inven- --
ción emplea un compuesto tensioactivo. Puede emplearse una
gran diversidad de compuestos tensioactivos. Como regla ge-
neral, los compuestos tensioactivos iónicos han dado los -
resultados óptimos. Clases de agentes tensioactivos que me-
15 recen mención particular incluyen:

Sulfonatos de metal alcalino, de metal alcalino-
térreo, y de amonio;

ciertos aductos de óxido de etileno con alcohi--
los alifáticos de cadena larga (por ejemplo, C₉-C₁₈);

20 ciertos copolímeros en bloque polioxietileno-po-
lioxipropileno;

poli(oleato de glicerina);

monooleato de sorbitán etoxilado;

25 2-caprílico-1(ácido etil-beta-oxipropiónico)-imi-
dazolina de sodio;

complejo alcoholguanidina etoxilada-amina;

taurato de sodio y metilo con cadena alifática -
larga en N;

éster de coco-isetionato de sodio;

30 ciertos alcoholfenoles de cadena larga etoxila--

1 dos;

haluro de amonio cuaternario con cadena larga --
alifática en N;

5 haluro de amonio cuaternario de alcohol con cade
na larga alifática en N etoxilado; y

aceite de polidimetilsiloxano y ciertas otras si
liconas.

10 El agente tensioactivo se emplea en la invención
en cantidades efectivas, usualmente en el intervalo que va
desde 0,1 a 8% en peso, basado en el peso de poliéster más
aditivo de bajo perfil más monómero.

Los ejemplos que siguen describen con mayor deta
lle la naturaleza y proporción de los agentes tensioacti--
vos que se utilizan en la invención.

15 En un aspecto alternativo de la invención, el --
aditivo de bajo perfil empleado es un copolímero acetato -
de vinilo/ácido maleico. (El ácido maleico puede reempla--
zarse por el ácido fumárico o anhídrido maleico equivalen--
te). El ácido maleico se utiliza en el copolímero en canti
20 dades convencionales, por ejemplo en cantidades suficien--
tes para proporcionar 0,1 a 3% en peso de grupos carboxilo,
basado en el peso de copolímero. El peso molecular del co-
polímero, y las cantidades en que se utiliza, son conven--
cionales para aditivos de bajo perfil de acetato de vinilo
25 carboxilado. El copolímero se utiliza con o sin agente ten
sioactivo; aunque su uso con un agente tensioactivo se pre
fiere en la mayoría de los casos.

Experimental

30 En los ejemplos que siguen, se utilizaron los ma
teriales siguientes:

1

Poliésteres

Poliéster A - producido a partir de ácido isoftálico, anhídrido maleico, propilenglicol, y dipropilenglicol en proporciones molares aproximadas de 0,3:0,7:0,8:0,2 respectivamente;

5

poliéster B - producido a partir de ácido isoftálico, anhídrido maleico, y propilenglicol en proporciones molares aproximadas de 0,3:0,7:1,0, respectivamente;

10

poliéster C - producido a partir de anhídrido maleico y propilenglicol en proporciones molares de 1:1,1; y

poliéster D - producido a partir de ácido isoftálico, anhídrido maleico, y propilenglicol, en proporciones molares aproximadas de 1,0:3,0:4,4, respectivamente.

15

Los poliésteres anteriores se caracterizan además como sigue:

TABLA I

<u>Poliéster</u>	<u>Número de ácido</u>	<u>% en peso de sólidos en estireno</u>	<u>Relación de peso molecular a enlaces dobles</u>
A	16,4	72,4	286,7
B	-	-	244,4
C	28,5	65,5	156,1
D	19,9	65,4	224,7

20

25

Aditivos diversos

"Camel Wite" - Carbonato de calcio finamente dividido utilizado comercialmente como una carga en poliésteres;

estearato de zinc - utilizado como agente de desprendimiento del molde;

30

- 1 perbenzoato de terc.butilo - un iniciador de tipo peróxi--
do;
- p-benzoquinona - un inhibidor de polimerización;
- "RS-5988" - una dispersión al 33% en peso de óxido de mag-
5 nesio en un poliéster de maleato de polipropileno;
- "Marino H" - hidróxido de magnesio;
- "Modificador M" - una dispersión al 33% en peso de óxido -
de magnesio en un poliéster de maleato de polipropi-
leno;
- 10 fibras de vidrio "JM-308A" - fibras de vidrio cortadas de
6,35 mm, de dureza media;
- fibras de vidrio "PPG-303" - fibras de vidrio cortadas de
6,35 mm, de dureza media, pero un poco más blandas -
que las JM-308A; y
- 15 trihidrato de alúmina - una carga retardante de la llama.

Aditivos de bajo perfil

- LP-A Solución con 40% en peso de sólidos de un copolímero
acetato de vinilo/ácido acrílico 99,2/0,8 (en peso)
en estireno, que tiene las propiedades siguientes:
- 20 Viscosidad de la solución: 4.000-6.000 centipoises a 25°C.
Viscosidad inherente del copolímero: 0,48; copa Ford 16-17.
- M_N 42.000
 M_W 92.000
- 25 LP-B - Solución con 40% en peso de sólidos de un copolíme-
ro acetato de vinilo/ácido maleico en estireno. Ver-
siones diferentes contenían desde 0,7 a 2,1% en peso
de ácido maleico en el copolímero, siendo el resto -
acetato de vinilo. Las viscosidades de la solución -
en estireno variaban desde 3.400 a 16.000 centipoi--
30 ses a 25°C. Las viscosidades en copa Ford del copolí

- 1 mero variaban entre 12,4 y 17,8;
- LP-C - Solución al 35% en peso de poliestireno en estire--
no, que tiene una viscosidad de solución de 5.000 -
cps a 25°C; y
- 5 LP-D - Solución al 33% en peso de un copolímero de metacri-
lato de metilo, acrilato de etilo, y ácido acrílico
(relación en peso 85:12,5:2,5) en estireno.

Pigmentos

- PDI-1416 - Un pigmento verde;
- 10 PDI-1600 - Un pigmento anaranjado;
- CM-3308 - Un pigmento gris;
- CM-2015 - Un pigmento negro; y
- CM-3131 - Un pigmento azul.

15 (Los pigmentos empleados eran todos ellos materiales comer-
ciales existentes en el mercado como dispersiones en un po-
liéster de peso molecular bajo. Los pesos de pigmento indi-
cados en las formulaciones que siguen son todos ellos pe--
sos de la dispersión, y por consiguiente incluyen el medio
de dispersión.)

20 Agentes tensioactivos

Los agentes tensioactivos empleados se describen
en los ejemplos que siguen.

Evaluación

25 La evaluación de la pigmentación se hizo visual-
mente. La no uniformidad de la pigmentación puede manifes-
tarse por cualquiera de diversos modos, tales como la pre-
sencia de pequeñas manchas sobre la muestra, turbidez, mar-
cas de flujo, ondulaciones, carencia de intensidad del co-
lor, estrías, moteado, y otros defectos similares. En la -
30 mayoría de los casos, las diversas muestras se compararon

1 con un testigo. (El testigo empleado era usualmente una --
composición de moldeo de poliéster que contenía espesante,
pigmento, aditivo de bajo perfil LP-A, y no contenía nin--
gún agente tensioactivo.)

5 La invención proporciona un medio para mejorar --
composiciones de poliésteres que contienen aditivo de bajo
perfil LP-A. Aun cuando no siempre se consigue una pigmen-
tación uniforme perfecta, en sus aspectos preferidos la in-
vención proporciona la combinación óptima de pigmentación
10 uniforme y control de la contracción que puede conseguirse
actualmente en las composiciones de moldeo de poliésteres
espesados.

Ejemplo 1

15 Se prepararon composiciones de moldeo en masa a
partir de las formulaciones siguientes:

20

25

30

15117

1

TABLA I

Componente	1	2	3	4
Poliéster D	60	60	60	60
5 LP-B ⁽¹⁾	35	35	-	-
LP-A	-	-	35	35
Estireno	5	2	5	2
Agente tensioactivo A ⁽²⁾	-	6	-	6
Camel Wite	175	175	175	175
Estearato de zinc	3	3	3	3
PDI-1416	10,5	10,5	10,5	10,5
10 Modificador M ⁽³⁾	0,53	0,7	2,5	2,5
Perbenzoato de terc.butilo	1,0	1,0	1,0	1,0
Fibras de vidrio de 6,35 mm ⁽⁴⁾	20	20	20	20

15

(1) Solución al 40% en peso de copolímero de 98,5% de acetato de vinilo y 1,5% de ácido maleico, teniendo la solución una viscosidad de 15.720 centipoises a 25°C.

20

(2) Sal de sodio de ácido isododecilbencenosulfónico ("Siponate DS-10", Alcolac Chemical Company), en solución al 50% en peso en estireno.

25

(3) Se requiere menos óxido de magnesio con la formulación que contiene LP-B que con la que contiene LP-A, debido a que la mayor proporción de grupos carboxilo en LP-B causa más aumento de viscosidad (esto es, espesamiento). La operación 2 utiliza ligeramente más que la operación 1 debido al efecto del agente tensioactivo particular utilizado. La operación 4 no se ajustó análogamente por la presencia del agente tensioactivo debido a que la proporción global de óxido de magnesio en las operaciones 3 y 4 era mucho mayor que en las operaciones 1 y 2, y el efecto del agente tensioactivo no era suficiente, por esta razón, para requerir ajuste.

30

(4) Las operaciones 1-4 se llevaron a cabo primeramente -- utilizando fibras de vidrio PPG-303 y se repitieron -- después utilizando fibras de vidrio JM-308A.

1 El procedimiento general para la fabricación de las composiciones de moldeo en masa que se utilizó en este ejemplo 1 y en muchos de los otros ejemplos fue el siguiente:

5 Procedimiento general para preparación de formulaciones de composición de moldeo en masa (EMC):

Los componentes líquidos (con inclusión de la dispersión de pigmento) se pesaron individualmente en un plato de mezclado Hobart sobre una balanza Toledo. El perbenzoato de terc.butilo se pesó en un vial y se añadió al contenido del plato, y dicho plato se dispuso en un mezclador Hobart modelo C-100 (en una vitrina). Se puso en marcha el agitador a baja velocidad, se aumentó después a velocidad media para mezclar por completo los líquidos y el pigmento durante un período de 3 a 5 minutos. Se paró entonces el agitador, y se añadió el estearato de zinc (agente de desprendimiento del molde interno) al líquido desde una caja de cartón para helados. Se puso nuevamente en marcha el mezclador Hobart y el estearato de zinc se mezcló con el líquido hasta que quedó mojado completamente. Se añadió después el Camel Wite (carga de carbonato de calcio)* al contenido del plato (con el agitador parado), después de lo cual se mezcló, utilizando velocidad media a alta, hasta que se obtuvo una pasta consistente. Se paró de nuevo el mezclador y se vertió en el plato la cantidad pesada de Modificador M, procedente de un vaso aforado. El Modificador M se mezcló en la pasta por espacio de un período de 2-3 minutos, se paró otra vez el mezclador** , y

30 * u otras cargas
** se volvió a pesar y se compensaron las pérdidas de estireno.

1 -se retiraron del plato 175 g de la pasta (utilizando una -
espátula de gran tamaño) que se transfirieron a un frasco
de boca ancha de 120 ml de capacidad. Esta muestra de pas-
ta se guardó en el frasco tapado a la temperatura ambien--
5 te, y la viscosidad se midió periódicamente utilizando un
viscosímetro Brockfield Modelo HBT sobre un soporte Heli--
path.

Después de la separación de la muestra de pasta,
se añadieron lentamente las fibras de vidrio cortadas (pro-
cedentes de una caja de cartón para helados) al plato con
10 el mezclador marchando a velocidad baja. El mezclador se -
tuvo en funcionamiento durante 30 segundos después que se
hubo añadido la totalidad del vidrio a la pasta. Este bre-
ve período de tiempo permitió obtener el mojado del vidrio
15 sin degradación del mismo. Se retiró luego el plato del --
mezclador y se retiraron porciones separadas de la mezcla
BMC de 650 g cada una utilizando espátulas, transfiriendo-
se tales porciones a hojas delgadas de aluminio colocadas
sobre un platillo de balanza (la balanza estaba situada en
20 una vitrina). La mezcla se envolvió herméticamente en la -
hoja delgada de aluminio (para prevenir la pérdida de esti-
reno por evaporación) y se guardó a la temperatura ambien-
te hasta que la viscosidad de la muestra de pasta retenida
alcanzó un valor deseado. Las mezclas utilizadas en este -
25 estudio alcanzaron usualmente esta viscosidad dentro de 24
horas a contar desde su preparación.

El procedimiento general para el moldeo de las -
muestras de BMC fue el siguiente:

Procedimiento general para moldeo de paneles

30 El equipo utilizado para moldeo por compresión -

1 de paneles a partir de las mezclas para moldeo de poliésteres insaturados reforzadas con vidrio fue una prensa hidráulica Queen's de 75 toneladas, provista de un molde de matriz metálica machihembrada de 30 x 30 cm (superficie cromada). Las matrices se calentaron a 148,9°C, y la porción de 650 gramos de mezcla se separó de la hoja delgada y se colocó en el molde. El molde se cerró rápidamente (sin interrupciones) a una presión de 42,2 kg/cm², y el panel se curó durante 2 minutos a 42,2 kg/cm²/148,9°C. Se abrió el molde, se sacó rápidamente el panel, y se dejó enfriar (en una vitrina) bajo pesas (para evitar el abarquillamiento).

Si se hizo alguna alteración importante de los procedimientos generales indicados para preparación del BMC y del panel moldeado, la o las alteraciones se indican en el texto.

Se moldearon los paneles (a 35,2 kg/cm²) a partir de las formulaciones arriba descritas, y se determinó la contracción de los mismos, los cuales se evaluaron también visualmente en cuanto a uniformidad de pigmentación. Los resultados se muestran a continuación en la tabla II:

25

30

15117

Hoja núm. 19

15117

TABLA II

Fibra de vidrio	Aditivo de bajo perfil	Agente tensoactivo	Viscosidad de moldeo, X10 ⁻⁶ , centipoises	Contracción, micras/mm	Pigmentación	Resistencia al impacto Izod kgmetros/cm
JM-308A	LP-B	A	8,5	0,25	Satisfactoria	0,33
JM-308A	LP-B	Ninguno	23,2	0,60	Aceptable	0,27
JM-308A	LP-A	A	14,4	0,30	Aceptable	0,27
JM-308A	LP-A	Ninguno	42,4	0,35	Deficiente	0,24
PFG-303	LP-B	A	7,5 y 34,8	0,3	Aceptable	0,21
PFG-303	LP-B	Ninguno	68,8	0,6	Aceptable-deficiente	0,22
PFG-303	LP-A	A	19,2	0,2	Aceptable-deficiente	0,16
PFG-303	LP-A	Ninguno	19,8 y 44,8	0,25	Deficiente	0,17

1 La contracción se determina en estos paneles de
30 x 30 cm midiendo la longitud de cada uno de los cuatro
lados con un calibre micrométrico, sumando las cuatro lon-
gitudes, restando esta suma de 120, y dividiendo después -
5 la diferencia por 120 para obtener así la contracción te-
tal en cm/cm.

Ejemplo 2

Se preparó una serie de composiciones de moldeo
en masa y se moldearon las mismas en paneles por los proce-
10 dimientos generales descritos en el ejemplo 1. Las formula-
ciones, contracción, y resultados de la evaluación de pig-
mentación se presentan en la tabla III. El aditivo de bajo
perfil LP-B empleado fue el descrito arriba en el ejemplo 1.

15

TABLA III

Componente	Operación n.º				
	1	2	3	4	5
Poliéster A	60	-	60	-	-
Poliéster B	-	60	-	60	-
20 Poliéster C	-	-	-	-	60
LP-B	30	30	30	30	30
Estireno	10	10	10	10	10
Camel Wite	200	200	200	200	200
Pigmento (CM-2015)	12	12	12	12	12
Estearato de zinc	4	4	4	4	4
Perbenzoato de terc.bu- 25 tilo	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1
MgO	0,6	0,6	-	-	-
Mg(OH) ₂	-	-	2,0	2,0	2,0
<u>Vidrio (PPG-303)</u>	15	15	15	15	15
Contracción, micras/mm	3,5	1,9	2,7	0,9	0,7
Pigmentación	Satis- facto- ria	Satis- facto- ria	Satis- facto- ria	Accepta- ble	Acceptable- -deficiente (turbidez)

30

1

Testigo 1

Se preparó una serie de composiciones de moldeo en masa y se moldearon después por los procedimientos generales descritos en el ejemplo 1 a partir de las formulaciones que se indican en la tabla IV:

5

TABLA IV

Componente	Operación nº			
	1	2	3	4
Poliéster D	750	750	-	-
Poliéster C	-	-	360	360
Estireno	125	73	30	-
LP-A	375	-	210	-
LP-C	-	420	-	240
Camel Wite	2500	2500	900	900
Perbenzoato de terc.butilo	13	13	9	9
Estearato de zinc	40	40	24	24
Modificador M (MgO)	30	38	18	18
Vidrio (PPG-303)	671	671	250	250
Pigmento CM-2015	148	148	-	-
Pigmento CM-2020	-	-	50	50

15

20

25

Los paneles se midieron en lo referente a la contracción y se evaluaron visualmente en cuanto a pigmentación, la cual se enjuició sobre la base de la intensidad de color, uniformidad, y presencia de moteado. Los resultados se exponen en la tabla V:

30

1

TABLA V

Operación	Poliéster	Aditivo de bajo perfil	Contracción, micras/mm	Pigmentación
1	D	A	0,27	Aceptable
5	2	D	C	Satisfactoria
	3	C	A	Deficiente
	4	C	C	Aceptable a - satisfactoria

Ejemplo 3

10

Se preparó una serie de composiciones de moldeo en masa utilizando el procedimiento general descrito en el ejemplo 1. La formulación básica se muestra abajo en la ta bla VI:

TABLA VI

15

Componente	Partes en peso
Poliéster D	210
Aditivo de bajo perfil	variable
Agente tensioactivo A	variable
Estireno	variable
Camel Wite	525
20 Alúmina trihidratada	175
Estearato de zinc	14
Pigmento	variable
Perbenzoato de terc.butilo	4,2
p-benzoquinona	0,1
MgO	variable
Vidrio (JM-308A)-hasta 20%	234-238

25

Las partes variables de las formulaciones se indican a continuación en la tabla VII. El LP-B empleado fue el descrito en el ejemplo 1.

30

15117

TABLA VII

Componente	Operación Nº										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
LP-A	122,5	-	-	-	-	-	122,5	-	70	-	70
LP-B	-	122,5	122,5	122,5	122,5	122,5	-	70	-	70	-
LP-C	-	-	-	-	-	-	-	80	80	80	80
Estireno	6	6	17,5	6	12	17,5	6	-	-	-	-
Agente tensioactivo A	22	22	-	22	11	-	22	22	22	22	22
CM 3308	39	39	39	-	-	-	-	39	39	-	-
CM 2015	-	-	-	44	44	44	44	-	-	-	-
PDI 1600	-	-	-	-	-	-	-	-	-	39	39
Modificador M	2,6	-	1,8	2,6	2,6	1,8	7	-	-	-	-
Polvo de MgO (100%)	-	7	-	-	-	-	-	4,2	4,9	4,9	7,5

1 Las formulaciones descritas arriba se moldearon
en un molde de transferencia utilizando una prensa hidráu-
lica de 100 tm. Se añadieron al vástago cargas de 180 g, y
un pistón inyectó el EMC en las diversas cavidades de mol-
5 de utilizando una fuerza de 362,9 kg. En el molde de trans-
ferencia había 5 cavidades de molde, cada una de las cua--
les se conectó con el vástago por tuberías de alimentación
de 126 mm de diámetro. Las aberturas circulares que condu-
cían a las cavidades de molde tenían diámetro de 64 mm. Ha-
10 bía dos cavidades rectangulares, cada una de las cuales te-
nía dimensiones de 12,5 x 1,27 x 1,27 cm, una cavidad cir-
cular de 5 cm por 3,18 mm, y una cavidad en forma de "hue-
so de perro" (barra para ensayos de tracción) de 17,5 x --
1,27 x 0,318 cm. El EMC se curó en el molde durante 2 minu-
15 tos a 147,9°C, y luego se sacó del mismo.

Las muestras moldeadas se evaluaron como sigue:

Contracción

La longitud de una de las barras nominalmente de
12,5 cm procedente de la misma cavidad de molde ... se mi-
20 dieron en todos los casos) se midió con calibres micromé-
tricos. Para cada operación se indica la contracción en mi-
cras (1 micra = 0,001 mm).

Pigmentación

Se examinó el gran disco circular en cuanto a in-
25 tensidad de color, uniformidad, y moteado. La muestra me-
jor se clasificó como "4", y la peor como "1". Las demás --
se clasificaron visualmente utilizando éstas como patrones.
Los resultados se presentan en la tabla VIII:

30

15117

1

TABLA VIII

Operación Nº	Aditivo de bajo perfil	Agente ten- sioactivo A % peso	Contra- ción micras	Pigmen- tación	
5	1	LP-B	3	304,8	4
	2	LP-A	3	254	3
	3	LP-B	-	254	3
	4	LP-B	3	330,2	3
10	5	LP-B	1,5	254	2
	6	LP-B	-	431,8	2
	7	LP-A	3	304,8	1
	8	LP-B+C	3	508	4
	9	LP-A+C	3	482,6	3
15	10	LP-B+C	3	508	4
	11	LP-A+C	3	482,6	2

Ejemplo 4

20 Se preparó una serie de composiciones de moldeo en masa, las cuales se moldearon luego utilizando el molde de transferencia descrito en el ejemplo 3. Las diversas -- operaciones diferían en la presencia o ausencia del agente tensioactivo A, las proporciones (% en peso) de ácido ma-- leico en el copolímero de LP-B, y el peso molecular (evi--

25 denciado por la viscosidad de la solución en estireno) del copolímero de LP-B. Se incluyeron también dos operaciones testigo con LP-A. La formulación básica utilizada se mues- tra a continuación en la tabla IX:

30 Se incluyeron también operaciones testigo con -- LP-A. La formulación básica utilizada se muestra a conti--

1 continuación en la tabla IX:

TABLA IX

5	Componente	Partes en peso	
		Operación 1	Operaciones 2-9
	Poliéster D	630	210
	Aditivo de bajo perfil	408	122,5
	Agente tensioactivo A	66	variable
10	Estireno	18	variable
	Camel Wite	1575	525
	Alúmina trihidratada	525	175
	Estearato de zinc	42	14
	Pigmento PDI-1416	117	39
15	Perbenzoato de terc.butilo	12,6	4,2
	p-benzoquinona	0,1	0,1
	Modificador M	16,5	variable
	Vidrio (JM 308A)	808	235

20 Las partes variables de la formulación se muestran a continuación en la tabla X, junto con la contracción, en micras. La mejor pigmentación se consiguió en la operación N° 1, y la peor en la operación N° 9, siendo las operaciones 2-8 intermedias entre ellas, en orden descendente. El hecho de que la operación N° 5 se clasificase como mejor que la operación N° 7 se considera ahora anómalo.

25

30

15117

TABLA X

Operación N°	Aditivo de bajo perfil	Viscosidad del LP a 25°C, cps	% de ácido en el copolímero del aditivo LP sioactivo A	Partes de agente ten- sioactivo A	Estireno partes	Modifica- dor M, partes	Contracción, micras
1	LP-B	3920	0,71	66	18	16,5	406,4
2	LP-B	3920	0,71	-	17,5	3,5	609,6
3	LP-B	6060	1,2	22	6	4,2	381,0
4	LP-B	8060	1,6	22	6	3,1	457,2
5	LP-B	14840	1,4	-	17,5	1,8	406,4
6	LP-B	3400	1,1	22	6	4,2	355,6
7	LP-B	14840	1,4	22	6	2,8	508,0
8	LP-A	5000	0,8	22	6	12	381,0
9	LP-A	5000	0,8	-	17,5	8	406,4

1

Ejemplo 5

Se moldeó por compresión una serie de paneles de 30 x 30 cm a partir de BMC utilizando los procedimientos generales descritos arriba en el ejemplo 1. Las varias operaciones diferían en la proporción de ácido maleico en el copolímero de LP-B, y en el peso molecular del copolímero de LP-B que se evidenciaba por la viscosidad de la solución en estireno. No se utilizó ningún agente tensioactivo en esta serie. Se incluye un testigo que contenía LP-A. La formulación general se muestra abajo en la tabla XI:

10

TABLA XI

	<u>Componente</u>	<u>Partes, en peso</u>
15	Poliéster D	360
	Aditivo de bajo perfil	210
	Estireno	30
	Camel Wite	1050
	Pigmento PDI 1416	63
20	Estearato de zinc	18
	Modificador M	variable
	Perbenzoato de terc.butilo	6
	Vidrio (JM 308A)	391

25

Las partes variables de la formulación se exponen a continuación en la tabla XII, junto con la contracción, en micras/mm, medida como se describe anteriormente en el ejemplo 1. Como se hizo en el ejemplo 4, las operaciones se clasifican en la tabla en orden descendente de evaluación de pigmentación.

30

15117

TABLA XII

Operación No	Aditivo de bajo perfil	Viscosidad del LP a 25°C, cps	% de ácido en el copolímero LP	Modificador M, partes	Contracción, micras
1	LP-B	3400	1,1	7,0	0,42
2	LP-B	6060	1,2	3,4	0,52
3	LP-B	3480	1,7	4,0	0,00
4	LP-B	3970	1,4	3,8	0,42
5	LP-B	3920	0,71	6,0	0,33
6	LP-B	7540	1,5	3,0	0,65
7	LP-B	11860	1,2	2,8	0,52
8	LP-A	5000	0,8	12	0,19

1

Ejemplo 6Estudios de clasificación de los agentes tensioactivos

En esta serie de experimentos, la formulación patrón siguiente se mezcló en un bote de 0,24 litros, se agitó con un disolvedor Cowles (de tipo de hélice giratoria), se vertió en un platillo de aluminio de 7,5 cm de diámetro, y se curó inmediatamente durante 15 minutos a 150°C. Si bien las muestras eran todas coladas, y no moldeadas a presión, los resultados de la evaluación de pigmentabilidad se correlacionan bien con los resultados obtenidos para formulaciones similares en piezas moldeadas. Si bien el espesante (MgO en este caso) tiene que estar presente en las muestras, la mezcla tiene que curarse antes que la misma se haya espesado o haya aumentado su viscosidad. La razón probable de esto es que, en ausencia de presión, existe insuficiente flujo en las mezclas espesadas para obtener piezas coladas homogéneas.

La formulación patrón utilizada en estos experimentos de clasificación se muestra en la tabla XIII:

20

TABLA XIII

<u>Componente</u>	<u>Partes en peso</u>
Poliéster D	30
Aditivo de bajo perfil	17,5
Estireno	2,5
Camel Wite	87,5
Estearato de zinc	1,5
Pigmento CM-2015	5,3
Perbenzoato de terc.butilo	0,5
Modificador M	variable
Agente tensioactivo	variable

30

Después del curado y la retirada del platillo de

1 -aluminio, las piezas coladas se clasificaron visualmente --
 en cuanto a intensidad de color, uniformidad de pigmenta--
 ción, presencia o ausencia de pequeñas manchas blancas, y
 moteado. Las seis formulaciones que se muestran a continua
 5 ción en la tabla XIV se utilizaron como patrones contra --
 los cuales se compararon todas las demás. Se concedió a la
 peor una evaluación de 1, y a la mejor de 6, siendo las --
 otras intermedias entre ellas. Las 6 formulaciones patrón
 fueron las siguientes (el LP-B empleado en este ejemplo fue
 10 el descrito en el ejemplo 1):

TABLA XIV

Componente	Evaluación					
	1	2	3	4	5	6
LP-A	17,5	-	-	-	-	-
LP-B	-	17,5	17,5	17,5	-	17,5
LP-C	-	-	-	-	17,5	-
20 Modificador M	1,25	1,25	0,75	0,75	0,5	0,75
Agente tensioactivo A	3	-	3	6	-	-
Agente tensioactivo B (1)	-	-	-	-	-	3,6

25 En las series de clasificación de los agentes --
 tensioactivos, el aditivo de bajo perfil empleado fue LP-B.
 Cada agente tensioactivo se utilizó en dos proporciones, 3

30 (1) solución al 42% en peso en estireno de sal de sodio de
 alfaolefinsulfonato.

1 y 6% en peso de agente tensioactivo, basado en el peso de
 poliéster, LP-B, más estireno. El Modificador M se utilizó
 en cantidades de 0,75 partes en peso. La tabla XV, a conti-
 5 nuación, contiene el nombre químico del agente tensioacti-
 vo, su nombre comercial, su clasificación en la edición de
 1975 de la obra de McCutcheon "Detergentes y Emulsificado-
 res", y las evaluaciones de pigmentabilidad para las dos -
 proporciones de agente tensioactivo utilizadas. En la ta-
 10 bla, "EO" representa óxido de etileno, "PO" representa óxi-
 do de propileno, "NC" representa "no se curó", y los agen-
 tes tensioactivos marcados con un asterisco* se emplearon
 como una solución en estireno.

TABLA XV

Agente tensioactivo	Clase	Pigmentabilidad	
		3%	6%
"TERGITOL Min Foam 2x" Aducto EO/PO de alcohol lineal	AT-28	2	1
"TERGITOL Min Foam 1x" Aducto EO/PO de alcohol lineal	AT-28	1	1
"TERGITOL 15-S-3" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	1	2
"TERGITOL 15-S-5" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	3	1
"TERGITOL 15-S-9" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	1	3
"TERGITOL 15-S-15" * Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	2	2
"TERGITOL 15-S-30" * Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	2	1

1

TABLA XV
(continuación)

	<u>Agente tensioactivo.</u>	<u>Clase</u>	<u>Pigmentabilidad</u>	
			<u>3%</u>	<u>6%</u>
5	"TERGITOL 15-S-50" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	1	2
	"TERGITOL TMN-6" Trimetilnonil-poli(EO)-éter	AR-12	4	3
10	"TERGITOL TMN-10" Trimetilnonil-poli(EO)-éter	AR-12	4	3
	"TERGITOL-08" (2-etil-1-hexanol)sulfato de sodio	AP-10	4	NC
15	"TERGITOL-4" (7-etil-2-metil-4-undecanol)sulfato de sodio	AP-12	3	1
	"TERGITOL 15-S-7" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	1	NC
20	"Pluronic F-98"* Aducto EO/PO de propilenglicol	AW-80	2	3
	"Pluronic F-88"* Aducto EO/PO de propilenglicol	AW-80	2	1
	"Pluronic F-68"* Aducto EO/PO de propilenglicol	AW-80	2	2
25	"Pluronic F-68LF"* Aducto EO/PO de propilenglicol	AW-80	2	2
	"TERGITOL XH"* Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	2	2
30	"TERGITOL XJ" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	2	2

1

TABLA XV
(continuación)

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>Pigmentabilidad</u>	
			<u>3%</u>	<u>6%</u>
5	"TERGITOL 15-S-40" * Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	2	2
	"TERGITOL 15-S-12" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	2	1
10	"Pluronic 31R4" Aducto EO/PO de etilenglicol	AW-82	2	1
	"Pluronic 31R1" Aducto EO/PO de etilenglicol	AW-82	2	1
	"Pluronic 17R4" Aducto EO/PO de etilenglicol	AW-82	3	2
15	"Neodol 25-3" Aducto EO de etilenglicol	AT-28	1	1
	"Neodol 25-7" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	1	1
20	"Neodol 25-12" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	2	2
	"Neodol 25-3A" Sal de NH ₄ de aducto EO de sulfato de alcohol lineal	AQ-18	4	1
25	"Neodol 25-3S" Sal de Na de aducto EO de sulfato de alcohol lineal	AQ-18	4	NC
	"Plurafac RA-43" Aducto EO/PO de etilenglicol	AW-82	1	2
30	"Plurafac RA-40" Aducto EO de alcohol lineal	AT-28	1	1

15117

1

TABLA XV
(continuación)

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>Pigmentabilidad</u>	
			<u>3%</u>	<u>6%</u>
5	"Plurafac D-25" Aducto EO de alcohol lineal (modificado)	AT-28	2	2
	"Ucane 11" Alcoholbencenosulfonato de sodio	AK-8	6	-
10	"Calsoft T-60" Dodecibencenosulfonato de trie- tanolamina	B-13	6	6
	Monooleato de glicerilo	AE-14	2	2
15	Dioleato de glicerilo	AE-14	2	1
	Trioleato de glicerilo	AE-23	1	1
	Poli(oleato de glicerilo)	AE-14	3	2
	"Tween 80" Monooleato de sorbitán	W-9	1	2
20	"Tween 21" Aducto EO de monooleato de sorbi- tán	W-5	3	3
	"Abrosol O" Condensado de dietanolamina-áci- do oleico	A-28	2	2
25	"Brij 30" Aducto EO de alcohol laurílico, con 4 moléculas de EO	BB-4	2	2
	Propiloleatosulfonato de sodio	AO-2	4	4
30				

TABLA XV
(continuación)

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>Pigmentabilidad</u>	
			<u>3%</u>	<u>6%</u>
5	"Miranol MSA" 2-caprílico-1-(ácido etil-beta- -oxipropanoico)imidazolina de - sodio	BA-6	4	1
	"Petronate K" Petróleo-sulfonato de Na	AI-6	2	1
10	Xilensulfonato de Na	AJ-18	4	3
	"Tide" Mezcla de sebo-alcohol-sulfato de Na y alcoholbencenosulfonato lineal	BO	4	3
15	Alfa-olefinsulfonato de Na*	AG-1	6	5
	Alfa-olefinsulfonato de Na (for ma de polvo)	AG-1	2	1
	"Centrolene-S", lecitina	M-1	2	1
20	"Aerosol C-61" Complejo alcoholguanidina etoxi lada-amina	BM	3	1
	"Igepon T-33" N-oleiltaurato de sodio y meti- lo	H-4	3	3
25	"Igepon TN-74" N-palmitoiltaurato de sodio y - metilo	H-6	3	-
	"Igepon AC-78" Ester de coco-isetionato de Na	I-12	4	3

30

15117

1

TABLA XV
(continuación)

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>Pigmentabilidad</u>	
			<u>3%</u>	<u>6%</u>
5	"Aerosol OT-75" Dioctil-isetionato de Na	I-12	4	3
	"Triton X-100" Aducto EO de octilfenol	AR-8	2	?
10	"Triton X-45" Aducto EO de trimetilnonilfenol	AR-12	3	2
	"Emulphor ON-877" Aducto EO de alcohol graso	AT-26	5	5
	"Emulphor VN-430" Aducto EO de ácido graso	AU-22	1	1
15	"Emulphor EL-719" Aducto EO de aceite vegetal	AU-24	2	2
	Monocoleato de poli(etilenglicol) 600	AW-6	2	2
20	Dioleato de poli(etilenglicol)- 600	AW-8	2	2
	Monoestearato de poli(etilengli- col)200	AW-42	1	2
	Diestearato de poli(etilengli- col)200	AW-48	2	1
25	"Arquad C-50" Cloruro de trimetil-coco-amonio	D-17	3	5
	"Arquad S-50" Cloruro de trimetil-soja-amonio	D-17	3	6
30	"Arquad T-50" Cloruro de trimetil-sebo-amonio	D-17	5	5

1

TABLA XV
(continuación)

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>Pigmentabilidad</u>	
			<u>3%</u>	<u>6%</u>
5	"Ethoquad O/12" Cloruro de amonio cuaternario polietoxilado-alcoholol-amida/ami na etoxilada-oleico	C-33	4	2
10	"Ethomeen T-12" Bis(2-hidroxietil)-sebo-amina	C-37	2	2
	"Ethodumeen T-20" N,N'-polioxietilen-(10)-N-sebo- -1,3-diaminopropano	C-37	2	2
15	"Nekal BA-77" Alcoholnaftalensulfonato de Na	S-15	2	2
	"Daxad 21" Poli(alcoholarilsulfonato)mono- cálcico	AB-2	4	2
	"Byk-Mallinkrodt ST-80" Silicona	P-2	2	3
20	"Byk-Mallinkrodt ST-60" Silicona	P-2	3	1
	"Byk-Mallinkrodt FL-0" Silicona	P-2	3	3
25	"Byk-Mallinkrodt FL-1" Silicona	P-2	3	3
	"Norlig 11 DA" Derivado del ácido lignosulfóni- co	L-10	2	1
30	"Marasperse N-22" Lignosulfonato de Na	L-8	4	4

15117

1

TABLA XV
(continuación)

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>Pigmentabilidad</u>	
			<u>3%</u>	<u>6%</u>
5	"Ultrawet DS" Alcoholarilsulfonato de Na	AK-8	4	4
	"Sellogen HR-90" Alcoholnaftalensulfonato de Na	S-15	4	1
10	"Conoco SA-597" Acido dodecilbencenosulfónico	AK-12	5	5
	"Dowfax 2A1" Dodecildifenil-éter-disulfonato de Na	AL-8	4	4
15	"Tamol SN" Sal de sodio de naftalensulfonato condensado	S-15	3	3
	"Silicona L-76" ⁽¹⁾	P	4	2
	"Silicona Y-5900" ⁽¹⁾	P	2	2
20	"Silicona L-45" ⁽¹⁾ Polidimetilsiloxano	P-2	5	1
	"Silicona Y-6446" ⁽¹⁾	P	4	1
	"Silicona W-900" ⁽¹⁾	P	4	2
	"Silicona S-10" ⁽¹⁾	P	2	1
25	"Silicona S-50" ⁽¹⁾	P	1	1
	"Silicona L-5420" ⁽¹⁾ Copolímero en bloque siloxano- -polioxialcohileno	P-6	2	2
30	"Silicona L-5303" ⁽¹⁾ Copolímero en bloque siloxano- -polioxialcohileno	P-6	2	2

1

TABLA XV
(continuación)

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>Pigmentabilidad</u>	
			<u>3%</u>	<u>6%</u>
5	"Siponate DS-10"* Dodecylbencenosulfonato de Na	AK-8	3	4
	Sulfosuccinato de dioctil-sodio	V-8	3	3

10 Aquellos agentes tensioactivos que son sólidos en la forma 100 por cien activa deben disolverse en un disolvente, preferiblemente estireno, antes de ser añadidos a la mezcla con el fin de asegurar una distribución completa y uniforme por toda la mezcla.

15 Los agentes tensioactivos siguientes exhibieron una evaluación de pigmentabilidad de 3 o más, al menos en una de las dos concentraciones empleadas, lo que significa que aquéllos mejoraban la pigmentabilidad cuando se comparaban con la misma formulación que no contenía ningún agente tensioactivo.

20

25

30

(1) Todas las siliconas se utilizaron en proporciones de 0,3 y 0,6 por ciento.

15117

TABLA XVI

Los tipos de estructura siguientes con LP-B dieron mejores evaluaciones de color que el poliéster más LP-B y sin agente tensioactivo

Tipo de estructura	Nombre comercial	Agente tensioactivo nº de clase	Fabricante
1.- Amidas/aminas etoxiladas/ propoxiladas	Ethoquad O/12	C-33	Armak Co.
2.- Aminas y derivados cuaternarios	Arquad C-50; S-50; T-50	D-17	Amrak Co.
3.- Tauratos grasos	Igepon T-33 Igepon TN-74	H-4 H-6	GAF GAF
4.- Isetionatos	Igepon AC-78	I-12	GAF
5.- Derivados de lignina	Marasperse N-22	L-8	American Can Co.
6.- Derivados de silicona	Byk-Mallinckrodt FL-0; FL-1 UCC L-45; L-76; W-900; Y-6446	p-2 p-2	Byk-Mallinckrodt Union Carbide Corp.
7.- Succinato, sulfoderivados	Aerosol OT-75	V-8	American Cyanamid
8.- Derivados de sorbitán	Tween 21	W-5	ICI America
9.- Naftalensulfonatos	Sellogen HR-90 Tamol SN	S-15 S-15	Nopco Chemical Div. Rohm and Haas

15117

TABLA XVI (continuación)

Tipo de estructura	Nombre comercial	Agente tensioactivo nº de clase	Fabricante
10.- Polímeros	Daxad 21	AB-2	Dewey and Almy Chem. Co.
11.- Esteres grasos de glicerina	Poli(éster glicérido) de ácido oleico	AE-14	-
12.- (Alfa)olefinsulfonatos	Alfa-olefinsulfonato	AG-1	-
13.- Arilsulfonatos	Xilensulfonato de sodio	AJ-18	-
14.- Difenilsulfonatos	Dowfax 2A1	AI-8	Dow Chemical Co.
15.- Sulfatos y sulfonatos de ácido graso (aceite)	Propiloleato sulfatado, sal de sodio	AO-2	-
16.- Alcohol-sulfatos	Tergitol O8 Tergitol 4	AP-10 AP-12	Union Carbide Union Carbide
17.- Sulfatos y sulfonatos de alcohol etoxilado	Neodol 25-3A Neodol 25-3S	AQ-18 AQ-18	Shell Shell
18.- Alcohol-(aril)fenil-sulfatos etoxilados	Tergitol TMV-6; TMV-10 Triton X-45	AR-12 AR-12	Union Carbide Rohm and Haas

TABLA XVI (continuación)

Tipo de estructura	Nombre comercial	Agente tensioactivo nº de clase	Fabricante
19.- Alcoholes etoxilados (propoxilados)	Emulphor ON-877 Tergitol 15-S-9; 15-S-5	AT-26 AT-28	GAF Union Carbide
20.- Glicoles y glicoles -- propoxilados grasos	Pluronic F-98 Pluronic 17R4	AW-80 AW-82	BASF Wyandotte BASF Wyandotte
21.- Alcohilarilsulfonatos	UCANE 11 Ultrawet DS Siponate DS-10 Conoco SA-597 Calsoft T-60	AK-8 AK-8 AK-8 AK-12 AK-16	Union Carbide ARCO Chemical Alcolac, Inc. Conoco Chemical Co. Pilot Chemical Co.
22.- Anfóteros	Miranol MSA	BA-6	Miranol Chem. Co.
23.- Agentes tensioactivos catiónicos (general)	Aerosol C-61	BM	American Cyanamid
24.- Composiciones y mez-- clas formuladas/mez-- cladas	TIDE (mezcla de al cohol-sulfonato de sebo y alcoholiben- denosulfonato li-- neal)	BO	Proctor and Gamble

1

Ejemplo 7

Se repitió el procedimiento descrito en el ejemplo 6, con la excepción de que la formulación empleó LP-A como el aditivo de bajo perfil. El Modificador M se empleó en una proporción de 1,25 partes en peso. En la tabla XVI se da el nombre comercial del agente tensioactivo (todos están identificados arriba en la tabla XV), la clase de agente tensioactivo, el % en peso en el que se utilizó en agente tensioactivo (basado en el peso de poliéster más aditivo de bajo perfil más estireno), y la evaluación de pigmentabilidad, utilizando como patrones de pigmentabilidad las seis formulaciones descritas en la tabla XIV.

15

TABLA XVII

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>%</u>	<u>Pigmentabilidad</u>
	"Arquad S-50"	D-17	4,2	5
	"Emulphor ON-877"	AT-26	4,3	1
	Alfa-olefinsulfonato de sodio	AG-1	4,1	1
20	"Tween 80"	W-9	4,4	1
	"Silicona L-45"	P-2	0,3	2
	"Tergitol 08"	AP-10	4,1	1
	"Tergitol TM-10"	AR-12	4,4	2
	"Daxad 21"	AB-2	4,4	5
25	Xilensulfonato de sodio	AJ-18	4,2	1
	"Conoco SA-597"	AK-12	4,4	4
	"Ethoquad O/12"	C-33	4,3	4
	"Marasperse N-22"	L-8	4,4	2
	"Siponate DS-10" (solución en estireno)	AK-8	4,2	3
30	Testigo (sin agente tensioactivo)	-	0	1

15117

1 Los agentes tensioactivos siguientes dieron eva-
luaciones de pigmentabilidad de 2 o más, lo que significa
que los mismos mejoraban la pigmentabilidad comparados con
la formulación que no contenía ningún agente tensioactivo.

5

TABLA XVIII

Tipo de estructura	Nombre Comercial	Agente ten- sioactivo Nº de clase	Fabricante
1.- Amidas/amina etoxiladas/proproxi- ladas	Ethoquad O/12	C-33	Armak Co.
2.- Aminas y deriva- dos cuaternarios	Arquad S-50	D-17	Armak Co.
3.- Derivados de -- lignina	Marasper- se N-22	L-8	American Can Co.
4.- Derivados de si- licona	L-45	P	Union Carbide
5.- Polímeros	Daxad 21	AB-2	Dewey and Almy Chem. Co.
6.- Alcohilarilsul- fonatos	Siponate DS-10 Conoco SA-597	AK-8 AK-12	Alcolac, Inc. Conoco Chem.
7.- Alcohil(aril)- fenol-sulfatos eto- xilados	TERGITOL TMN-10	AR-12	Union Carbide

15

20

25

Ejemplo testigo 2

30 Se repitieron los experimentos de clasificación
de agentes tensioactivos de los ejemplos 6 y 7, excepto --
que el aditivo de bajo perfil empleado fue el de base acrí-
lica LP-D. El Modificador M se empleó en una proporción de
1,25 partes en peso. La tabla XIX da el nombre comercial -

1 de los agentes tensioactivos, la clase de agente tensioac-
 tivo, el % en peso en el que se utilizó el agente tensioac-
 tivo, y la evaluación de pigmentabilidad.

5

TABLA XIX

	<u>Agente tensioactivo</u>	<u>Clase</u>	<u>%</u>	<u>Pigmenta- bilidad</u>
	"Ethoquad O/12"	C-33	4,3	2
	"Daxad 21"	AB-2	4,4	3
10	"Marasperse N-22"	L-8	4,4	2
	"Arquad S-50"	D-17	4,2	4+
	"Emulphor ON-877"	AT-26	4,3	3
	"Siponate DS-10" (solución en estireno)	AK-8	4,2	2
15	Testigo (sin agente tensio- activo)	0	0	4+

Ninguno de los agentes tensioactivos mejoró al -
 testigo, y todos menos uno dieron un resultado de evalua-
 ción más bajo que el testigo.

20

Ejemplo 8

Se empleó el procedimiento general del ejemplo 1
 para preparar paneles moldeados de 30 x 30 cm a partir de
 las formulaciones siguientes:

25

30

15117

1

TABLA XX

	Componente	Operación N°			
		(1)	(2)	(3)	(4)
5	Poliéster D	300	300	300	300
	LP-A	150	-	-	-
	LP-C	-	172	-	-
	LP-B	-	-	150	-
	LP-D	-	-	-	180
10	Estireno	50	28	50	20
	Camel Wite	875	875	875	875
	Estearato de zinc	20	20	20	20
	Perbenzoato de terc.butilo	5	5	5	5
	CM-2015	42	42	42	42
15	Modificador M	15	15	10	10
	Muestra de pasta	175	175	175	175
	Vidrio PPG-303 (10%)	128	128	128	128

20

Las evaluaciones visuales de los paneles para -- pigmentabilidad consistieron en comparar los paneles acabados en cuanto a intensidad de color (pigmento), dispersión del pigmento, brillo, etc. Las evaluaciones de pigmentabilidad de estos cuatro sistemas que contenían diferentes -- aditivos de bajo perfil fueron como sigue:

25

<u>Formulación N°</u>	<u>Pigmentabilidad</u>
N° 2 (que contenía LP-C)	Optima
N° 3 (que contenía LP-B)	Menos buena
N° 4 (que contenía LP-D)	Menos buena
N° 1 (que contenía LP-A)	La peor

30

1

Ejemplo 9

Se empleó el procedimiento general del ejemplo 1 para producir paneles moldeados de 30 x 30 cm a partir de las formulaciones siguientes:

5

TABLA XXI

	<u>(1)</u>	<u>(2)</u>	<u>(3)</u>	<u>(4)</u>	<u>(5)</u>	<u>(6)</u>
Poliéster D	300	300	300	300	300	300
LP-A	150	150	150	150	150	150
10 Estireno	50	50	50	50	50	50
Camel Wite	875	875	875	875	875	875
Estearato de zinc	20	20	20	20	20	20
Perbenzoato de terc.butilo	5	5	5	5	5	5
15 CM-2015	42	42	42	42	42	42
Modificador M	15	15	15	15	15	15
TERGITOL TMN-10	23	-	-	-	-	-
Conoco SA-597	-	23	-	-	-	-
Daxad-21	-	-	23	-	-	-
20 Siponate DS-10 (solución al 50% en estireno)	-	-	-	46	-	-
Tween 80	-	-	-	-	23	-
Silicona L-45	-	-	-	-	-	2,3
Muestra de pasta	175	175	175	175	175	175
Vidrio PPG-303 (10%)	130	130	130	130	130	128
25 (Todos los agentes tensioactivos se describen arriba en la tabla XV.)						

Las evaluaciones de pigmentabilidad de estos paneles fueron como sigue:

30

15117

	<u>Formulación Nº</u>	<u>Pigmentabilidad</u>
1	Nº 2 (que contenía SA-597)	Optima
	Nº 4 (que contenía DS-10)	Optima
	Nº 6 (que contenía L-45)	Menos buena
5	(Testigo sin agente tensioactivo)	Menos buena
	Nº 3 (que contenía Daxad-21)	Menos buena
	Nº 1 (que contenía TMN-10)	Menos buena
	Nº 5 (que contenía Tween 80)	La peor

10 Como serie, estos paneles son generalmente peores que los de los experimentos que contienen LP-B, que siguen en el ejemplo 10.

Ejemplo 10

15 Utilizando el procedimiento general del ejemplo 1, se prepararon paneles de 30 x 30 cm a partir de las formulaciones siguientes:

TABLA XXII

	<u>(1)</u>	<u>(2)</u>	<u>(3)</u>	<u>(4)</u>	<u>(5)</u>	<u>(6)</u>
20	Poliéster D	300	300	300	300	300
	LP-B	150	150	150	150	150
	Estireno	50	50	50	27	50
	Camel Wite	875	875	875	875	875
	Estearato de zinc	20	20	20	20	20
	Perbenzoato de terc.butilo	5	5	5	5	5
25	CM-2015	42	42	42	42	42
	Modificador M	10	10	10	10	10
	TERGITOL SA-597	23	-	-	-	-
	Conoco SA-597	-	23	-	-	-
	Daxad-21	-	-	23	-	-
30	Siponate DS-10	-	-	-	46	-

1

TABLA XXII
(continuación)

	<u>(1)</u>	<u>(2)</u>	<u>(3)</u>	<u>(4)</u>	<u>(5)</u>	<u>(6)</u>
Tween 80	-	-	-	-	23	-
5 Silicona L-45	-	-	-	-	-	2,3
Muestra de pasta	175	175	175	175	175	175
Vidrio PPG-303 (10%)	130	130	130	130	130	128

10 Las evaluaciones de pigmentabilidad comparativas de los paneles preparados a partir de estas formulaciones son como sigue:

	<u>Formulación Nº</u>	<u>Intensidad de color</u>	<u>Comentarios</u>
15	Nº 4 (que contenía DS-10)	Optima	(Más oscura que el ejemplo 9, Nº 4)
	Nº 2 (que contenía SA-597)		(Más oscura que el ejemplo 9, Nº 2)
	(Sin agente tensio activo, testigo)	Testigo	
	Nº 3 (que contenía Daxad-21)		Superficie totalmente limpia, más oscura que el - - ejemplo 9, Nº 6)
20	Nº 1 (que contenía TMN-10)		(idem id. ejemplo 9, Nº 1)
	Nº 5 (que contenía Tween 80)	La peor	(idem id. ejemplo 9, Nº 5)

25 Ejemplo 11

Utilizando el mismo procedimiento descrito en el ejemplo 9 y 10, se prepararon paneles moldeados de 30 x 30 cm empleando el aditivo de bajo perfil acrílico carboxilado LP-D, y evaluando los mismos agentes tensioactivos que en los ejemplos 9 y 10. En esta serie, el testigo, que no
30 contenía ningún agente tensioactivo, resultó mejor que to-

P-

Hoja núm. 51

1 - dos los paneles que contenían agentes tensioactivos. Había
muy poca o ninguna diferencia entre los varios paneles que
contenían agentes tensioactivos.

5

10

15117

REIVINDICACIONES

1
5
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 en las reivindicaciones siguientes:

10 1a.- Un método para preparar una composición de moldeo curable pigmentada que incluye la mezcla de un poliéster insaturado que es adecuado para su uso en operaciones de moldeo y comprende el producto de reacción de un ácido o anhídrido dicarboxílico olefinicamente insaturado
15 y un poliol, un monómero olefinicamente insaturado que es copolimerizable con dicha resina de poliéster, un agente espesante que comprende un óxido o hidróxido de un metal de los grupos I, II o III de la tabla periódica, una adición de bajo perfil y diversas cargas, caracterizado por
20 disolver la resina de poliéster en dicho monómero y dosificar luego componentes líquidos de dicha composición en un recipiente de mezcla y realizar una acción de mezcla hasta que haya dispersión, añadir a dicha mezcla un pigmento y al menos 6% aproximadamente en peso de una adición de bajo
25 perfil referido al peso del poliéster y de la adición de bajo perfil, siendo dicha adición de bajo perfil un polímero o copolímero de acetato de vinilo carboxilado con un peso molecular dentro del margen de 10.000 a 250.000 aproximadamente, y mezclar luego dicha composición hasta que se
30 obtenga una mezcla sustancialmente uniforme de los componen

1 tes.

2a.- El método de la reivindicación 1a, caracterizado porque se añade un compuesto tensioactivo a la composición en una cantidad suficiente para aumentar la uniformidad de la pigmentación de los artículos curados preparados a partir de dicha composición curable.

5
10 3a.- El método de la reivindicación 1a, caracterizado porque dicha adición de bajo perfil consiste en esencia en un copolímero de acetato de vinilo-ácido málico.

15 4a.- El método de la reivindicación 2a, caracterizado porque el compuesto tensioactivo se añade en una cantidad de al menos aproximadamente 0,1% en peso referido al peso del poliéster insaturado, del monómero insaturado y de la adición de bajo perfil.

20 5a.- El método de las reivindicaciones 2a y 4a, caracterizado porque dicho compuesto tensioactivo es un miembro seleccionado del grupo consistente en a) un ácido sulfónico o una sal de metal alcalino, de metal alcalinotérreo o de amonio del mismo, b) un aducto de óxido de etileno de un alcohol alifático de cadena larga, c) un copolímero en bloque de polioxietileno-polioxipropileno, d) oleato de poliglicerol, e) monooleato de sorbitán etoxilado, f) 2-caprílico (ácido etil-beta-oxipropanoico)imidazolina de sodio, g) complejo de alcoholguanidina etoxilada-
25 -amina, h) taurato de sodio y metilo con cadena larga alifática en N; i) éster de coco-isetonato de sodio; j) alcoholifenol etoxilado de cadena larga; y k) haluro de amonio cuaternario de cadena alifática larga en N.

30

6a.- Un método para preparar una composición

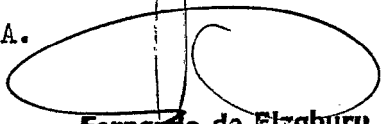
1 de moldeo curable.

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

5 Esta Memoria consta de cincuenta y cuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14. JUL 1978

P.A.


Fernando de Elizaburu
Por Poder.

10

15

20

25

30