



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0711277-7 A2**

(22) Data de Depósito: 02/04/2007
(43) Data da Publicação: 04/10/2011
(RPI 2126)



(51) **Int.Cl.:**

C08K 7/16
C08K 5/14
C08L 67/06
C08J 3/24
C08F 299/04
C08K 7/28

(54) **Título:** MICROESFERAS COMO AGENTES
ESPESSANTES PARA PERÓXIDOS ORGÂNICOS

(30) **Prioridade Unionista:** 03/05/2006 US 11/417.231

(73) **Titular(es):** Illinois Tool Works, INC.

(72) **Inventor(es):** Jeffrey Andrew Reynolds

(74) **Procurador(es):** Nellie Anne Daniel-shores

(86) **Pedido Internacional:** PCT US2007008179 de
02/04/2007

(87) **Publicação Internacional:** WO 2007/130249de
15/11/2007

(57) **Resumo:** MICROESFERAS COMO AGENTES
ESPESSANTES PARA PERÓXIDOS ORGÂNICOS. É descrito um
método de preparar uma composição endurecedora espessa usada
em um sistema de resina de duas partes. A composição endurecedora
espessa inclui um veículo, um catalisador peróxido, e um agente
espassante e que aumenta volumetricamente, em que o agente
espassante e que aumenta volumetricamente é microesfera. Um
método de preparar uma resina de termocura de um sistema de resina
de poliéster de duas partes também é fornecido.



PI0711277-7

"MICROESFERAS COMO AGENTES ESPESSANTES PARA PERÓXIDOS ORGÂNICOS"

Este pedido de patente é uma continuação em parte do pedido de patente U.S. No. de série 11/178.652, depositado em 11 de julho de 2005, intitulado Poliéster Composi-
5 ção de resina.

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção diz respeito a resinas de poliéster e seu uso em iniciadores, cargas de corpo, adesivos, e pastas aderentes que são usadas em finalizações de reparos e superfície para substratos de metal e plástico para usos em arquitetura e construção, e
10 para equipamento e veículos, tais como veículos automotivo, marinho, agrícola e aerotransportado, e equipamentos industriais.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Tradicionalmente, o mercado de reparo de poliéster utiliza processos bem definidos na área de reparo de danos. Resinas de poliéster insaturadas, iniciadores, cargas,
15 adesivos, ou pastas aderentes são usados para reendireitar e reformar áreas danificadas. Para fácil entendimento, o termo "resina" será usado na seguinte descrição; entretanto, entende-se que o termo inclui resinas curadas e pré-polímeros (resinas não curadas), iniciadores, cargas, adesivos, e pastas aderentes. O método para catalisação e aplicação da resina é tanto uma tecnologia quanto uma ciência. Isto se deve, em parte, à quantidade
20 muito pequena de endurecedor de peróxido (catalisador) que é usado para curar as quantidades muito grandes de resina de poliéster insaturada adequadamente. O nível de peróxido ideal necessário para curar a resina é, no geral, cerca de 1 a 3 partes por cento da resina em peso. A resina e peróxido são empacotados em recipientes separados, tipicamente uma lata grande para a carga (8 oz. a 55 gal.), e um tubo pequeno para o catalisa-
25 dor peróxido (0,25 oz. a 4 oz.).

O usuário dispensa uma quantidade variável de resina em um copo ou na mesa de mistura, e adiciona o catalisador peróxido, essencialmente estimando a quantidade correta para catalisação adequada. As consequências de catalisação inadequada da resina incluem perda de adesão ao substrato, superfície não curada (pegajosa), quebra da resina em virtude
30 de excessiva geração de calor, migração de resinas orgânicas não curadas para subseqüentes revestimentos resultando em descoloração dos revestimentos de topo, liberação de gases de material não curado na presença de ultravioleta ou energia térmica da luz solar ou sistemas de queimar tintas resultando em disposição de ampola e outros danos aos revestimentos superiores, bem como outros problemas que podem requerer remoção e substituição
35 do reparo.

Consequentemente foram feitos esforços para medição controlada do peróxido orgânico para garantir que a quantidade adequada seja misturada com a resina de termocura.

Em virtude da natureza de muitas das soluções de peróxido comercialmente disponíveis, que têm uma viscosidade similar à água, foi difícil dispensar em um sistema de medição mecânico em aplicações de não aspersão. Uma tentativa de resolver este problema é descrita na patente U.S. No. 5.880.181, que descreveu peróxidos orgânicos em combinação com um éster de celulose como um agente espessante, e uma sílica pirogênia e/ou um óleo de rícino hidrogenado como um agente tixotrópico para formar uma forma espessante do peróxido orgânico.

Permanece a necessidade na tecnologia de uma forma volumetricamente mais controlável do peróxido orgânico.

10 SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção atinge esta necessidade fornecendo um método de preparar uma composição endurecedora espessa usada em um sistema de resina de duas partes. O método inclui fornecer um veículo; fornecer um catalisador peróxido; e adicionar um agente espessante e que aumenta volumetricamente, em que o agente espessante e que aumenta volumetricamente são microesferas; e misturar o veículo, o peróxido orgânico, e o agente espessante e que aumenta volumetricamente para formar a composição endurecedora espessa.

Um outro aspecto da invenção é um método de preparar uma resina de termocura a partir de um sistema de resina de poliéster de duas partes. O método inclui fornecer a composição endurecedora espessa compreendendo: fornecer um veículo; fornecer um catalisador peróxido; e adicionar um agente espessante e que aumenta volumetricamente, em que o agente espessante e que aumenta volumetricamente é microesfera; misturar o veículo, o peróxido orgânico, e o agente espessante e que aumenta volumetricamente para formar a composição endurecedora espessa; fornecer uma composição de resina compreendendo um polímero reativo, um monômero reativo, ou combinações destes; misturar a composição endurecedora espessa e a composição de resina em uma razão de cerca de 1:10 a cerca de 1:2; e curar a mistura para formar a resina de termocura.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A presente invenção envolve um iniciador de poliéster, resina, carga, adesivo, ou pasta adesiva que podem ser aplicados aos substratos de metal, tais como aço laminado a frio, aço galvanizado, e alumínio, bem como a substratos plásticos, tais como poliésteres, poliuretanos, poliolefinas, compostos de moldagem de lâmina (SMC), e compostos de moldagem de volume (BMC).

A invenção faz uso de microesferas como um agente espessante e que aumenta volumetricamente. O uso das microesferas permite a manipulação da razão volumétrica do lado de dispersão do peróxido em relação ao lado da resina.

A capacidade de medir a razão de mistura do catalisador para a resina exatamen-

te reduzirá ou eliminará os problemas mais comuns associados ao uso do produto de reparo de poliéster insaturado, e aumentará o valor do produto para o usuário.

As microesferas podem ser de vidro, plástico ou cerâmica, conforme desejado. As microesferas adicionam volume, abaixando ao mesmo tempo a densidade. A densidade mais baixa tem benefícios de desempenho e distribuição. Uma composição contendo microesferas pode ser areada facilmente em virtude de o areamento ser penetrante através da maioria do ar. Pastas aderentes menos densos também têm melhor resistência ao ar-queamento em superfícies verticais. Em termos de distribuição, produtos clareadores são menos caros para expedir.

Microesferas de vidro têm uma vantagem em virtude de sua facilidade de area-mento. Elas também têm absorção de óleo muito baixa, contribuição de resina decrescente e custos reduzidos. A baixa absorção de óleo também fornece características de fluxo únicas e desejáveis.

O tamanho e densidade das microesferas pode variar amplamente. Algumas são relativamente grandes e leves a cerca de 0,13 g/cc, tal como bolhas de vidro K-1 3M Scotchlite™ da 3M, ou Q-Cel 6014 disponível da Potters Industries Inc., enquanto que outras são menores e mais pesadas a cerca de 0,6 g/cc, tais como bolhas de vidro S-60 3M Scotchlite™ disponível da 3M, ou 60P 18 disponível da Potters Industries Inc. Em virtude das variações de tamanho e densidade, a faixa de peso total das microesferas na dispersão de peróxido pode variar de cerca de 1 % para microesferas maiores e mais leves, a cerca de 50 % para as microesferas menores e mais pesadas.

A presente invenção pode incluir tanto um veículo não reativo quanto um veículo reativo. Veículos não reativos incluem, mas sem limitações, plastificantes para peróxidos. Exemplos de plastificantes incluem, mas sem limitações, plastificantes de benzoato, plastificantes de ftalato, e poliésteres saturados de cadeia pequena. Plastificantes de ftalato adequados incluem, mas sem limitações, ftalato de dimetila, ftalato de dietila, ftalato de dibutila, ftalato de diisobutila, ftalato de butil benzila, e combinações destes. O plastificante pode ser adquirido em combinação com o catalisador peróxido. Exemplos de produtos contendo tanto plastificantes quanto catalisador peróxidos incluem, mas sem limitações, os disponíveis da Akzo Nobel com a designação Perkadox BTW-50, da Norac com a designação Benox B-50, e uma pasta de peróxido de benzoíla 50 % disponível da Catalyst Sistemas.

O uso de um veículo reativo aumente muito o desafio da estabilização da mistura. Ele seria um componente reativo no sistema, mas pode ser estabilizado na presença do catalisador sozinho. Veículos reativos adequados incluem, mas sem limitações, poliésteres insaturados não estirenados de baixo peso molecular, epóxis a base de éter diglicídico bisfenol A, e alcóxilatos de bisfenol A. Poliésteres insaturados não estirenados de baixo

peso molecular adequados incluem, mas sem limitações, poliésteres a base de Poliésteres a base de ácido dicarboxílico alifático insaturado de cadeia curta adequados incluem, mas sem limitações, maleatos e fumaratos com uma viscosidade na faixa de cerca de 100 a cerca de 10.000 cps, geralmente cerca de 100 a cerca de 2.000.

5 Catalisadores peróxidos adequados incluem, mas sem limitações, peróxidos de cetona, hidroperóxidos de cumila, peróxidos de dibenzoíla, peroxiésteres, peroxicetais, e peroxidicarbonatos. Peróxidos de cetona adequados incluem, mas sem limitações, peróxido de metil etil cetona, peróxido de 2,4-pentadiona, peróxido de metil isobutil cetona, peróxido de acetil acetona, peróxido de cicloexanona.

10 O lado endurecedor também pode incluir cargas, tais como talcos, carbonatos, pigmentos, modificadores reológicos, agentes de umectação e dispersão de pigmento, parafinas, e reforço de fibra.

O lado da resina do sistema pode incluir um polímero reativo, ou um monômero, ou uma combinação dos dois. Polímero reativos adequados incluem, mas sem limitações, sistemas poliésteres insaturados, ésteres de vinila, e epóxi-poliéster híbrido, uretano-poliéster híbrido, e acrilato-poliéster híbrido que polimerizam por meio de um mecanismo de radical livre. Monômeros adequados incluem, mas sem limitações, estireno, vinil tolueno, outros monômeros metil estireno, metacrilato de metila, e outros monômeros de acrilato.

20 O lado da resina também pode incluir cargas, tais como talcos, carbonatos, pigmentos, modificadores reológicos, microesferas, agentes de umectação e dispersão de pigmento, parafinas, e reforço de fibra.

As microesferas podem ser incluídas no lado endurecedor, de maneira tal que o volume das composições endurecedoras e de resina sejam aproximadamente o mesmo. A razão do volume do lado endurecedor para o volume do lado da resina é geralmente cerca de 1:10 a cerca de 1:1, tipicamente cerca de 1:10 a cerca de 1:2. Com a razão do volume nesta faixa, é mais fácil fornecer a quantidade correta de endurecedor para a quantidade de resina usada, eliminando a hipótese dos sistemas da tecnologia anterior.

30 O controle do volume de cada lado permitirá o uso de uma variedade de aplicadores de tubo de mistura. Um exemplo de aplicador de tubo de mistura é um aplicador de tubo de mistura de barril duplo que tem a composição endurecedora em um lado e a composição de resina no outro lado. O êmbolo dispensa a composição endurecedora e composição de resina nas quantidades apropriadas, de maneira tal que elas possam ser misturadas e aplicadas.

35 Um outro aplicador de tubo de mistura adequado é um "cartucho universal." O cartucho universal incorpora ambos os lados do produto em um único barril. Ele usa uma câmara de frente e verso com um tubo de transferência do verso para distribuir ambos os lados na razão correta. O benefício de um cartucho universal é a capacidade de usá-lo com qualquer

canhão de calafetar, em vez de canhões lado a lado específicos. Sistemas de distribuição de cartucho universal são descritos nas patentes U.S. Nos. 5310091 e 6938797.

De maneira que a invenção possa ser mais prontamente entendida, é feita referência aos seguintes exemplos, que se destinam a ilustrar a invenção, mas não limitar o escopo desta.

Exemplo 1

Este teste foi projetado para testar o efeito de microesferas de borossilicato de soda e lima na composição endurecedora. O uso de microesferas de vidro permitiu grandes aumentos volumétricos na composição endurecedora em relação à composição de resina do sistema de duas partes. O veículo reativo foi maleato de dipropileno glicol (DPG) de cadeia curta que não é diluído com o monômero, o catalisador foi Peróxido de benzoíla (50%), antioxidante 1 foi 2,6-di-terciário-butil-n,n-dimetilamino-paracresol, e antioxidante 2 foi 2,6-di-terciário-butil-para-cresol.

Raw Material	A	B	C	D	E	
Veículo reativo	73,7	66,6	66,6	66,6	66,6	66,6
Microesferas	15,8	16,7	16,7	16,7	16,7	16,7
Peróxido de benzoíla (50% paste)	10,5	16,7	16,7	16,7	16,7	16,7
1,4 NQ Solo				$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	
Antioxidante 2			$2,5 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$5,0 \cdot 10^{-3}$	$5,0 \cdot 10^{-3}$
Antioxidante 1			$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$
Total	100	100	100	100	100	100
Estabilidade em prateleira	>90 dias	>90 dias	>330 dias	>330 dias	>330 dias	>330 dias

Amostras foram mantidas em temperatura ambiente.

Todos os valores são representativos de porcentagem em peso da dispersão de peróxido.

Os resultados mostraram que o peróxido poderia ser estabilizado em uma resina de poliéster insaturada de baixa viscosidade não diluída na presença de microesferas.

Exemplo 2

Formulações de amostra típicas para diferentes razões de mistura são mostradas.

Composição de resina		1:10	1:4	1:2	1:1
Resina de poliéster insaturada estirenada	43,74	35,23	28,28	24,33	

Monômero	8,75	12,92	16,06	17,92	
cera	0,07	0,07	0,07	0,07	
Ácido tereidroftálico	1,94	1,88	1,81	1,77	
TiO ₂	2,43	2,35	2,26	2,21	
Modificador reológico	0,49	0,47	0,45	0,44	
Microtalco	13,37	12,92	12,44	12,16	
Carbonato de cálcio	12,15	11,75	11,34	11,06	
Microesferas	8,51	5,87	4,52	1,66	
Composição endurecedora					
Veículo reativo	4,86	11,74	16,97	19,91	
Microesferas	1,22	2,35	3,39	6,08	
Peróxido de benzoíla (50% paste)	2,43	2,35	2,26	2,21	
Antioxidante 1	0,01	0,02	0,03	0,04	
Antioxidante 2	0,03	0,08	0,12	0,14	
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	

Todos os valores são representativos da porcentagem em peso da composição total (dispersão de peróxido e resina).

Exemplo 3

- 5 Este exemplo foi projetado para testar como os tempos do gel foram afetados pela quantidade de veículo reativo. O promotor da resina foi N-(2-Hidroxietil)-N-metil-para-toluidina.

Composição de resina	2:1	4:1
Poliéster insaturado	90	120
Poliéster insaturado	40	40
Monômero de estireno	49	39
Sol. de cera. 33 %	9	9
Ácido tereidroftálico	8	8
TiO ₂	10	10
Promotor de resina	0,5	0,5
Modificador reológico	2	2
Talco	55	55
Carbonato de cálcio	50	50
S-22 Microesferas	20	25

	333,5	358,5
Composição de peróxido		
Poliéster não estirenado de baixo PM	70	40
Peróxido de benzoíla (50 % de pasta)	10	10
S-22 Microesferas	15	10
	95	60
Veze de gel	5,0	3,33

Todos os valores são representativos de peso em grama da composição total (composição de peróxido e composição de resina).

Com o uso de um promotor e manipulação do nível de inibidor, o gel e a taxa de cura podem ser customizados para uma aplicação particular.

5

Exemplo 4

A estabilidade do catalisador peróxido foi avaliada usando vários antioxidantes e inibidores. A solução NQ é 10 % 1, 4-Naftaquinona (inibidor)/90 % metanol.

Composição de peróxido	1	2	3	4
Poliéster não estirenado de baixo PM	33,3	33,3	33,3	33,3
Peróxido de benzoíla (50 % de pasta)	8,3	8,3	8,3	8,3
S-22 Microesferas	8,3	8,3	8,3	8,3
Antioxidante 2	0,125	0,125	0,25	0,25
Antioxidante 1	0,075	0,075	0,075	0,075
Sol. NQ		0,075		0,075
Tempos de gel	14,0	12,0	28,0	22,0
Tempo de gel depois de 1 ano		9,0		14,0

Todos os valores são representativos de peso em grama da composição total (composição de peróxido).

10

Amostras 1-4 foram colocadas em um forno a 110 °F. As amostras gelaram em duas semanas. Amostras foram mantidas em temperatura ambiente (68-78 °F) permaneceram sem gel por mais de 1 ano.

Depois de 1 ano, o tempo de gel foi ré-testado para as amostras 2 e 4. O tempo de gel caiu de 12 a 9 minutos para a amostra 2, e caiu de 22 a 14 minutos para a amostra 4.

Isto indica que os inibidores e antioxidantes foram parcialmente consumidos.

Exemplo 5

Este exemplo foi projetado para determinar se as características de desempenho dos produtos catalisador por peróxido já existentes poderiam ser alcançadas pelas modalidades da invenção. Um poliéster não estirenado de baixo peso molecular com um promotor da resina e um catalisador peróxido de benzoíla (50 %) foram misturados com uma resina estirenada sem os outros componentes típicos presentes.

Poliéster não estirenado de baixo PM	50 %	60 %	70 %	90 %	Promotor de resina
50 %	5'30"				
40 % (2+1)		4'00"			
40 % (2+1)		1'00"			0,6 %
30 % (4+1)			3'40"		
30 % (4+1)			1'00"		0,5 %
10 % (10+1)				3'00"	
10 % (10+1)				1'00"	0,4 %

Todos os valores representativos de porcentagem em peso da mistura de resina.

10 Todas as amostras catalisadas a 4 % em peso de peróxido de benzoíla (50 % de dispersão de pasta).

Os tempos de gel para diferentes misturas de poliéster foram medidos. A adição de um promotor sucedeu na diminuição do tempo de gel para o tempo de 1 minuto desejado para várias razões de mistura.

15 Formulações 2:1, 4:1, e 10:1 adequadas correspondentes ao experimento anterior são mostradas a seguir.

Composição de resina	2:1	4:1	10:1
Poliéster estirenado	250	300	360
Estireno	110	110	110
Sol. de cera. 33 %	1,0	0,8	0,6
Ácido tereidroftálico	16	16	16
TiO ₂	20	20	20
Modificador reológico	4	4	4
Talco	110	110	110
Carbonato de cálcio	100	100	100

S-22 Microesferas	40	50	65
-------------------	----	----	----

Composição de peróxido			
Poliéster não estirenado de baixo PM	150	100	40
Peróxido de benzoíla (50 % de pasta)	20	20	20
S-22 Microesferas	30	20	5

Todos os valores são representativos do peso em grama da composição total (composição de peróxido e composição de resina).

Exemplo 6

- 5 Uma composição endurecedora foi preparada de acordo com a seguinte formulação. A composição base foi então misturada com microesferas de maneira a avaliar o efeito de diferentes microesferas. Solução de antioxidante 2 foi 10 % de antioxidante 2, e 90 % de poliéster insaturado não estirenado de baixo peso molecular. Solução de antioxidante 2 foi 50 % de antioxidante 1, e 50 % de metanol.
- 10 Todos os valores são representativos do peso em grama da composição total (composição de peróxido e composição de resina).

Composição endurecedora	1	2	3	4	5
Poliéster não estirenado de baixo PM 300					
Éter digicidal bisfenol A 100					
Peróxido de benzoíla (50 % de pasta) 300					
Sol. antioxidante 2 20					
Sol. antioxidante 1 6					
Pré-mistura Total 726	140	140	140	140	140
Agente espessante de sílica precipitada	5	5			

Agente espessante de sílica pirogênia			2,5	2,5	
60P 18 Microesferas	20		20		
S-60 Microesferas		20		20	
	165	165	162,5	162,5	140
Tempo de gel 10 a 1 com carga de corpo de poliéster de peso leve 11:00	11:20	11:10	11:05	11:05	

O uso de diferentes microesferas não impactou no tempo de gel. O tempo de gel dos exemplos 1-4 foi comparável ao de um endurecedor sem agente espessante de sílica ou microesferas.

Exemplo 7

- 5 Isto foi projetado para testar a estabilidade em alta temperatura do endurecedor contendo as microesferas em cartuchos. O peróxido foi um peróxido de cetona, peróxido de 2, 4 pentadiona, e antioxidante 3 foi 15 % de solução de N-isopropilidroxilamina aquosa

Composição endurecedora	1	2	3
Poliéster não estirenado de baixo PM	30	40	40
Éter diglicídico bisfenol A	10		
Peróxido		30	30
Peróxido de benzoíla (50 % de pasta)	30		
Antioxidante 2	0,273		
Antioxidante 1	0,1		
Antioxidante 3	0,05		
60P 18 Microesferas	15	15	
Sílica precipitada	5	5	
	90,423	90,0	90,0
Estabilidade a 120 °F	7 dias		

Todos os valores são representativos de peso em grama da composição total.

- 10 As amostras de peróxido de cetona carregadas não apresentaram decomposição, mas não tiveram liberação de gases depois de 3 dias a 120 °F. Isto pode ter sido em virtude dos solventes presentes na fórmula do peróxido de cetona do fornecedor que escapou em alta pressão.

- 15 Peróxidos são extremamente sensíveis à temperatura. Entretanto, a relação entre temperatura e decomposição não é linear. Em temperatura ambiente (68-78 °F), a dispersão de peróxidos contendo veículo reativo e/ou veículos não reativos com microesferas como o agente espessante e que aumenta volumetricamente foram estáveis por mais de um ano. A 100 °F, elas foram estáveis por vários meses, enquanto que a 120 °F, a gelação ocorreu em

cerca de 14 a 16 dias.

Tendo descrito a invenção em detalhe e com referência a modalidades específicas desta, será evidente que modificações e variações são possíveis sem fugir do escopo da invenção definida nas reivindicações em anexo. Mais especificamente, embora alguns aspectos da presente invenção sejam identificados aqui como preferidos ou particularmente vantajosos, contempla-se que a presente invenção não é necessariamente limitada a estes aspectos preferidos da invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de preparar uma composição endurecedora espessa usada em um sistema de resina de duas partes, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

fornecer um veículo;

5 fornecer um catalisador peróxido; e

adicionar um agente espessante e que aumenta volumetricamente, em que o agente espessante e que aumenta volumetricamente é microesfera;

misturar o veículo, o peróxido orgânico, e o agente espessante e que aumenta volumetricamente para formar a composição endurecedora espessa.

10 2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo compreende um veículo reativo.

3. Método, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo reativo é selecionado de poliésteres insaturados não estirenados de baixo peso molecular, epóxis a base de éter diglicídico bisfenol A, alcóxidos de bisfenol A, ou combinações destes.

15 4. Método, de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo reativo é o poliéster insaturado não estirenado de baixo peso molecular selecionado de poliésteres a base de ácido dicarboxílico alifático insaturado de cadeia curta.

20 5. Método, de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que os poliésteres a base de ácido dicarboxílico alifático insaturado de cadeia curta são selecionados de poliésteres a base de maleato ou poliésteres a base de fumarato.

6. Método, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o poliéster a base de maleato ou o poliéster a base de fumarato tem uma viscosidade em uma faixa de cerca de 100 a cerca de 10.000 cps.

25 7. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo compreende um veículo não reativo.

8. Método, de acordo com a reivindicação 7, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo não reativo compreende um plastificante para peróxidos.

30 9. Método, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o plastificante é selecionado de plastificantes de ftalato, plastificantes de benzoato, poliésteres saturados de cadeia curta, ou combinações destes.

10. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o catalisador peróxido é selecionado de peróxidos de cetona, hidroperóxidos de cumila, peróxidos de dibenzoíla, peroxiésteres, peroxicetais, e peroxidicarbonatos.

35 11. Método, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o catalisador peróxido é um peróxido de cetona selecionado de peróxido de metil etil cetona, peróxido de 2,4-pentadiona, peróxido de metil isobutil cetona, peróxido de acetil acetona,

peróxido de cicloexanona.

12. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que a composição endurecedora espessa adicionalmente compreende pelo menos uma carga selecionada de talcos, carbonatos, pigmentos, modificadores reológicos, agentes de umectação e dispersão de pigmento, parafinas, reforços de fibra, ou combinações destes.

13. Método de preparar uma resina de termocura de um sistema de resina de poliéster de duas partes, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

fornecer composição endurecedora espessa compreendendo:

fornecer um veículo;

fornecer um catalisador peróxido; e

adicionar um agente espessante e que aumenta volumetricamente, em que o agente espessante e que aumenta volumetricamente é microesfera;

misturar o veículo, o peróxido orgânico, e o agente espessante e que aumenta volumetricamente para formar a composição endurecedora espessa;

fornecer uma composição de resina compreendendo um polímero reativo, um monômero reativo, ou combinações destes;

misturar a composição endurecedora espessa e a composição de resina em uma razão de cerca de 1:10 a cerca de 1:2; e

curar a mistura para formar a resina de termocura.

14. Método, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo compreende um veículo reativo.

15. Método, de acordo com a reivindicação 14, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo reativo é selecionado de poliésteres insaturados não estirenados de baixo peso molecular, epóxios a base de éter diglicídico bisfenol A, alcoxilatos de bisfenol A, ou combinações destes.

16. Método, de acordo com a reivindicação 15, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo reativo é um poliéster insaturado não estirenado de baixo peso molecular selecionado de poliésteres a base de ácido dicarboxílico alifático insaturado de cadeia curta.

17. Método, de acordo com a reivindicação 16, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que os poliésteres a base de ácido dicarboxílico alifático insaturado de cadeia curta são selecionados de poliésteres a base de maleato ou poliésteres a base de fumarato.

18. Método, de acordo com a reivindicação 17, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o poliéster a base de maleato ou o poliéster a base de fumarato tem uma viscosidade em uma faixa de cerca de 100 a cerca de 10.000 cps.

19. Método, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o veículo compreende um veículo não reativo.

20. Método, de acordo com a reivindicação 19, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que

o veículo não reativo compreende um plastificante para peróxidos.

21. Método, de acordo com a reivindicação 20, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o plastificante é selecionado de plastificantes de ftalato, plastificantes de benzoato, poliésteres saturados de cadeia curta, ou combinações destes.

5 22. Método, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o catalisador peróxido é selecionado de peróxidos de cetona, hidroperóxidos de cumila, peróxidos de dibenzoila, peroxiésteres, peroxicetais, e peroxidicarbonatos.

23. Método, de acordo com a reivindicação 22, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o catalisador peróxido é o peróxido de cetona selecionado de peróxido de metil etil
10 cetona, peróxido de 2,4-pentadiona, peróxido de metil isobutil cetona, peróxido de acetil acetona, peróxido de ciclohexanona.

24. Método, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que a composição endurecedora espessa compreende adicionalmente pelo menos uma
15 carga selecionada de talcos, carbonatos, pigmentos, modificadores reológicos, agentes de umectação e dispersão de pigmento, parafinas, reforços de fibra, ou combinações destes.

25. Método, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que a composição de resina adicionalmente compreende, pelo menos, uma carga.

26. Método, de acordo com a reivindicação 25, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que a pelo menos uma carga é selecionada de talcos, carbonatos, pigmentos, modificadores reológicos, microesferas, agentes de umectação e dispersão de pigmento, parafinas,
20 reforços de fibra, ou combinações destes.

27. Método, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o polímero reativo é selecionado de poliésteres insaturados, ésteres de vinila, sistemas epóxi-poliéster híbrido, sistemas acrilato-poliéster híbrido, sistemas uretano-poliéster híbrido,
25 do, ou combinações destes.

28. Método, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o monômero reativo é selecionado de monômeros de estireno, monômeros de vinil tolueno, monômeros de metil estireno, monômeros de metacrilato de metila, monômeros de acrilato, ou combinações destes.

30 29. Método, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que a composição endurecedora espessa e a composição de resina são fornecidas em um aplicador de tubo de mistura.

30. Método, de acordo com a reivindicação 29, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o aplicador de tubo de mistura é selecionado de aplicador de tubo de mistura de barril duplo
35 ou um aplicador de tubo de mistura de cartucho universal.

RESUMO

"MICROESFERAS COMO AGENTES ESPESSANTES PARA PERÓXIDOS ORGÂNICOS"

5 É descrito um método de preparar uma composição endurecedora espessa usada em um sistema de resina de duas partes. A composição endurecedora espessa inclui um veículo, um catalisador peróxido, e um agente espessante e que aumenta volumetricamente, em que o agente espessante e que aumenta volumetricamente é microesfera. Um método de preparar uma resina de termocura de um sistema de resina de poliéster de duas partes também é fornecido.