

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 389 275**

51 Int. Cl.:

C08K 5/14 (2006.01)

C07C 409/34 (2006.01)

C07C 407/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08157736 .3**

96 Fecha de presentación: **06.06.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2130858**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.12.2009**

54 Título: **Preparado para la iniciación de reacciones por radicales**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
24.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
24.10.2012

73 Titular/es:
**DEGUSSA INITIATORS GMBH & CO. KG (100.0%)
DR.-GUSTAV-ADOLPH-STRASSE 3
82049 PULLACH, DE**

72 Inventor/es:
**WEINMAIER, JOSEF HELMUT;
HERMANN, DOMINIK y
KUNZ, MARTIN**

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, Isabel

ES 2 389 275 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Preparado para la iniciación de reacciones por radicales

- 5 Objeto de la invención son preparados para la iniciación de reacciones por radicales que se adecuan, en particular, para la reticulación en caliente de caucho de silicona.

10 Peróxido de dibenzoilo y peróxidos de dibenzoilo sustituidos de forma simétrica son conocidos por el experto en la materia como iniciadores para reacciones por radicales. En tal caso, el efecto del iniciador se consigue mediante calentamiento, lo cual conduce a la descomposición en los radicales del peróxido de dibenzoilo bajo formación de radicales fenilo o bien radicales fenilo sustituidos.

15 Reacciones por radicales técnicamente importantes que pueden ser iniciadas mediante peróxido de dibenzoilo y peróxidos de dibenzoilo sustituidos de forma simétrica son polimerizaciones en los radicales y la reticulación por radicales de polímeros.

20 De particular importancia es la producción de caucho de silicona vulcanizado en caliente mediante reticulación de un poliorganosiloxano. La producción de artículos de caucho de silicona vulcanizados en caliente comprende, por norma general, un proceso de extrusión o de colada por inyección con subsiguiente reticulación a temperatura elevada en el interior o exterior de un molde. Para ello, el peróxido se incorpora en el caucho de silicona por

25 mezcla en un amasador o en un juego de cilindros, y la mezcla resultante se elabora luego en una extrusora, una máquina de colada por inyección, una prensa u otro dispositivo conformador. Después de esta conformación, se inicia luego en la vulcanización en caliente la reacción de reticulación mediante el aumento de la temperatura por encima de la temperatura de descomposición del peróxido. En el caso de este procedimiento se utilizan, habitualmente los peróxidos de dibenzoilo sustituidos de forma simétrica peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoilo) o peróxido de di-(4-metilbenzoilo) en calidad de iniciadores, los cuales, para la mejor incorporación en el caucho de silicona, se emplean habitualmente en forma de mezclas con aceite de silicona.

30 El documento EP 1 004 622 describe el uso de mezclas a base de peróxido de di-(4-metilbenzoilo) y uno o varios peróxidos de la serie peróxido de dibenzoilo, peróxido de dicumilo, peróxido de 2,5-dimetilhexan-2,5-di-terc-butilo y peróxido de di-terc-butilo para la vulcanización en caliente de caucho de silicona. En tal caso, la vulcanización en caliente tiene lugar bajo las mismas condiciones que con peróxido de di-(4-metilbenzoilo) solo. Los productos obtenidos con las mezclas muestran propiedades mecánicas mejores, así como ningún amarilleamiento y escaso mal olor.

35 El documento WO 99/36466 da a conocer los peróxidos de dibenzoilo sustituidos de forma asimétrica, peróxido de o,p'-bis(metilbenzoilo) y peróxido de m,p'-bis(metilbenzoilo) en calidad de iniciadores para aumentar la viscosidad en estado fundido de polipropileno.

40 A iniciadores para reacciones por radicales se les establecen dos requisitos, los cuales, por norma general, son antagonistas. Por una parte, el iniciador debe presentar una temperatura de descomposición de los peróxidos lo más baja posible, con el fin de que pueda iniciarse la reacción por radicales a una temperatura baja, lo cual ahorra energía y evita empeoramientos de las propiedades del producto condicionados por la temperatura o, en el caso de la misma temperatura, puede alcanzarse una reacción más rápida, lo cual posibilita, por ejemplo en el caso de la

45 reticulación por radicales de polímeros, un aumento de la capacidad de tratamiento. Por otra parte, el iniciador debe ser, sin embargo, lo suficientemente estable al almacenamiento, debiendo ser la estabilidad preferiblemente de tal magnitud que el iniciador pueda ser almacenado y transportado sin refrigeración, lo cual, en el caso de un peróxido orgánico clasificado como de tipo D, requiere una temperatura de descomposición auto-acelerante (SADT, siglas de self accelerating decomposition temperature) de al menos 50°C y no requiera ningún efecto o un ligero efecto

50 durante el calentamiento para la inclusión en los casos de ensayos de la serie E de la "Recommendations on the Transport of Dangerous Goods, Manual of Test and Criteria" ("Recomendaciones sobre el Transporte de Artículos Peligrosos, Manual de Ensayo y Criterios") de las Naciones Unidas.

55 Se encontró entonces, de manera sorprendente que preparados que contienen al menos 50% en moles de un peróxido de dibenzoilo simétrico y 0,3 a 50% en moles de un peróxido de dibenzoilo asimétrico, presentan una temperatura de descomposición de los peróxidos claramente menor que el correspondiente peróxido de dibenzoilo simétrico, sin que la temperatura de descomposición auto-acelerante sea reducida en la misma medida.

60 Objeto de la invención es un peróxido de dibenzoilo sustituido de forma asimétrica, que comprende un radical 2,4-diclorobenzoilo y un radical benzoilo sustituido, seleccionado del grupo que consiste en 2-clorobenzoilo, 3-

clorobenzoílo, 4-clorobenzoílo, 2,3-diclorobenzoílo, 2,5-diclorobenzoílo, 2,6-diclorobenzoílo, 3,4-diclorobenzoílo, 3,5-diclorobenzoílo, 2,3,4-triclorobenzoílo, 2,3,5-triclorobenzoílo, 2,3,6-triclorobenzoílo, 2,4,5-triclorobenzoílo, 2,4,6-triclorobenzoílo, 3,4,5-triclorobenzoílo, 2,3,4,5-tetraclorobenzoílo, 2,3,4,6-tetraclorobenzoílo, 2,3,5,6-tetraclorobenzoílo y pentaclorobenzoílo.

5 Además, se describe un preparado para el inicio de reacciones por radicales que comprende una mezcla de peróxidos de dibenzoílo, conteniendo la mezcla de peróxidos de dibenzoílo de 50 a 99,7% en moles de un peróxido de dibenzoílo simétrico y 0,3 a 50% de peróxidos de dibenzoílo asimétricos.

10 También se describe el uso del preparado de acuerdo con la invención para la reticulación en caliente de caucho de silicona, así como un procedimiento para producir el preparado de acuerdo con la invención, que comprende la reacción de una mezcla a base de cloruros de benzoílo que contiene un primer cloruro de benzoílo y un segundo cloruro de benzoílo distinto del anterior, con peróxido de hidrógeno, conteniendo la mezcla de los cloruros de benzoílo 70 a 99,7% en moles del primer cloruro de benzoílo y 0,3 a 30% en moles del segundo cloruro de benzoílo.

15 Además, se describen nuevos peróxidos de dibenzoílo sustituidos de forma simétrica, que contienen un radical 4-metilbenzoílo y un radical benzoílo sustituido del grupo 2,3-dimetilbenzoílo, 2,4-dimetilbenzoílo, 2,5-dimetilbenzoílo, 2,6-dimetilbenzoílo, 3,4-dimetilbenzoílo, 3,5-dimetilbenzoílo, 2,3,4-trimetilbenzoílo, 2,3,5-trimetilbenzoílo, 2,3,6-trimetilbenzoílo, 2,4,5-trimetilbenzoílo, 2,4,6-trimetilbenzoílo, 3,4,5-trimetilbenzoílo, 2,3,4,5-tetrametilbenzoílo, 2,3,4,6-tetrametilbenzoílo, 2,3,5,6-tetrametilbenzoílo y pentametilbenzoílo.

20 El preparado para la iniciación de reacciones por radicales comprende una mezcla de peróxidos de dibenzoílo. Esta mezcla de peróxidos de dibenzoílo contiene 50 a 99,7% en moles de un peróxido de dibenzoílo simétrico y 0,3 a 50% de peróxidos de dibenzoílo asimétricos. Peróxidos de dibenzoílo simétricos son peróxido de dibenzoílo no sustituido y peróxidos de dibenzoílo sustituidos que presentan dos radicales benzoílo sustituidos de la misma manera. Peróxidos de dibenzoílo asimétricos en el sentido de la invención son peróxidos de dibenzoílo que presentan un radical benzoílo no sustituido y un radical benzoílo sustituido, o dos radicales benzoílo sustituidos de manera diferente. El peróxido de dibenzoílo simétrico puede ser un peróxido de dibenzoílo sustituido con dos radicales benzoílo sustituidos de la misma manera.

30 La mezcla puede contener 80 a 97% en moles de un peróxido de dibenzoílo simétrico y 1 a 20% en moles de peróxidos de dibenzoílo asimétricos. Mediante la elección de las proporciones de peróxido de dibenzoílo simétrico y peróxidos de dibenzoílo asimétricos se puede alcanzar una temperatura de descomposición de los peróxidos claramente disminuida con respecto al peróxido de dibenzoílo simétrico, sin que se reduzca en la misma medida la temperatura de descomposición auto-acelerante.

40 Los peróxidos de dibenzoílo asimétricos de la mezcla contienen un radical benzoílo que presenta el mismo modelo de sustitución que el radical benzoílo del peróxido de dibenzoílo simétrico contenido en la mezcla. Esto tiene la ventaja de que los productos formados en la descomposición de los peróxidos de dibenzoílo contenidos en la mezcla sólo se diferencian en escasa medida de los productos formados en la descomposición del peróxido de dibenzoílo simétrico. Por lo tanto, pueden emplearse preparados de este tipo en lugar de preparados que contienen sólo al peróxido de dibenzoílo asimétrico, sin que se produzcan variaciones en las propiedades de los productos finales producidos con el preparado.

45 Junto al peróxido de dibenzoílo simétrico contenido en 50 a 99,7% en moles, la mezcla puede contener, además, otros peróxidos de dibenzoílo simétricos. Sin embargo, la proporción de otros peróxidos de dibenzoílo simétricos en la mezcla puede ser menor que 5% en moles, de manera particularmente preferida menor que 1% en moles.

50 El preparado puede contener peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo) en calidad de peróxido de dibenzoílo simétrico. Un preparado de este tipo posibilita la vulcanización en caliente de caucho de silicona con una velocidad de reticulación particularmente elevada.

55 En particular, se mencionan preparados que contienen peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo) y un peróxido de dibenzoílo asimétrico, conteniendo el peróxido de dibenzoílo asimétrico un radical 2,4-diclorobenzoílo y un radical del grupo benzoílo, 2-clorobenzoílo, 3-clorobenzoílo, 4-clorobenzoílo, 2,3-diclorobenzoílo, 2,5-diclorobenzoílo, 2,6-diclorobenzoílo, 3,4-diclorobenzoílo, 3,5-diclorobenzoílo, 2,3,4-triclorobenzoílo, 2,3,5-triclorobenzoílo, 2,3,6-triclorobenzoílo, 2,4,5-triclorobenzoílo, 2,4,6-triclorobenzoílo, 3,4,5-triclorobenzoílo, 2,3,4,5-tetraclorobenzoílo, 2,3,4,6-tetraclorobenzoílo, 2,3,5,6-tetraclorobenzoílo y pentaclorobenzoílo. Estos preparados pueden emplearse sin variaciones en la receta en lugar de peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo) para la vulcanización en caliente de caucho de silicona y posibilitan una velocidad de reticulación incrementada con respecto a peróxido de bis-(2,4-

60

diclorobenzoilo).

Además, se describe un preparado que contiene peróxido de di-(4-metilbenzoílo) en calidad de peróxido de dibenzoílo simétrico.

5 Se describen preparados que contienen peróxido de di-(4-metilbenzoílo) y un peróxido de dibenzoílo asimétrico, en donde el peróxido de dibenzoílo asimétrico contiene un radical 4-metilbenzoílo y un radical del grupo benzoílo, 2-metilbenzoílo, 3-metilbenzoílo, 2,3-dimetilbenzoílo, 2,4-dimetilbenzoílo, 2,5-dimetilbenzoílo, 2,6-dimetilbenzoílo, 3,4-dimetilbenzoílo, 3,5-dimetilbenzoílo, 2,3,4-trimetilbenzoílo, 2,3,5-trimetilbenzoílo, 2,3,6-trimetilbenzoílo, 2,4,5-trimetilbenzoílo, 2,4,6-trimetilbenzoílo, 3,4,5-trimetilbenzoílo, 2,3,4,5-tetrametilbenzoílo, 2,3,5,6-tetrametilbenzoílo, 2,3,5,6-tetrametilbenzoílo y pentametilbenzoílo. Estos preparados posibilitan la vulcanización en caliente de caucho de silicona con una velocidad de reticulación elevada, sin la formación de metabolitos clorados del iniciador.

15 El preparado puede contener, adicionalmente a la mezcla de peróxidos de dibenzoílo, además otros componentes tales como, p. ej., compuestos estabilizantes y flegmatizantes que impiden o ralentizan una descomposición de los peróxidos de dibenzoílo a temperaturas por debajo de la temperatura de descomposición. El preparado puede contener, adicionalmente a la mezcla de peróxidos de dibenzoílo, además agua o aceite de silicona. Los preparados pueden contener 10 a 60% en peso de la mezcla de peróxidos de dibenzoílo y 40 a 90% en peso de aceite de silicona y, junto a estas proporciones de peróxidos de dibenzoílo y aceite de silicona, menos de 1% en peso de agua. Los preparados a base de peróxidos de dibenzoílo y aceite de silicona con una pequeña proporción de agua se adecuan particularmente para la iniciación de reacciones por radicales en medios no polares, p. ej. en masas fundidas o disoluciones de polímeros no polares.

25 Los preparados se utilizan para la reticulación en caliente de caucho de silicona, utilizándose preparados que contienen 10 a 60% en peso de la mezcla de peróxidos de dibenzoílo y 40 a 90% en peso de aceite de silicona. Con los preparados se puede aumentar, durante la reticulación en caliente de caucho de silicona, la velocidad de tratamiento con respecto a preparados con un peróxido de dibenzoílo simétrico, dado que la temperatura de descomposición de los peróxidos se alcanza de una manera más rápida y la reticulación discurre de una manera más rápida.

30 Los preparados se pueden producir por mezcladura de un peróxido de dibenzoílo simétrico y un peróxido de dibenzoílo asimétrico, así como de otros componentes opcionales.

35 Preferiblemente, los preparados se preparan según el procedimiento en el que se hace reaccionar una mezcla de cloruros de benzoílo, que contiene un primer cloruro de benzoílo y un segundo cloruro de benzoílo distinto del anterior, con peróxido de hidrógeno, conteniendo la mezcla de los cloruros de benzoílo 70 a 99,7% en moles del primer cloruro de benzoílo y 0,3 a 30% en moles del segundo cloruro de benzoílo. La expresión "cloruro de benzoílo" comprende tanto cloruro de benzoílo no sustituido como cloruros de benzoílo sustituidos. La mezcla de los cloruros de benzoílo contiene en tal caso preferiblemente 90 a 98% en moles del primer cloruro de benzoílo y 2 a 10% en moles del segundo cloruro de benzoílo. Para la unión del cloruro de hidrógeno que se libera durante la reacción se añade, antes o durante la reacción, una base en al menos una cantidad estequiométrica tal como, p. ej., lejía de sosa acuosa. La basa puede disponerse junto con peróxido de hidrógeno, y la mezcla de los cloruros de benzoílo puede aportarse dosificadamente durante la reacción, o se dispone peróxido de hidrógeno y los cloruros de benzoílo y la base se aportan dosificadamente en paralelo. En lugar de la mezcla de los cloruros de benzoílo pueden aportarse dosificadamente por separado en paralelo, alternativamente, también los dos cloruros de benzoílo.

50 Los cloruros de benzoílo y peróxido de hidrógeno pueden emplearse en una relación molar de 2 : 1 a 2 : 4, de manera particularmente preferida de 2 : 1 a 2 : 1,5. La relación molar de cloruros de benzoílo a base se encuentra, p. ej., en el intervalo de 1 : 1 a 1 : 2, de manera particularmente preferida de 1 : 1 a 1 : 1,5. La adición de la base tiene lugar, p. ej., de manera que en la fase acuosa de la mezcla de reacción resulta un valor del pH en el intervalo de 8 a 14 o de 10 a 14. La reacción tiene lugar, p. ej., a una temperatura en el intervalo de -10 a 50°C, de manera particularmente preferida de 0 a 40°C.

55 Por ejemplo, como primer cloruro de benzoílo se emplea peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo). Como primer cloruro de benzoílo puede emplearse peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo) y como segundo cloruro de benzoílo puede emplearse un compuesto de la serie cloruro de benzoílo, cloruro de 2-clorobenzoílo, cloruro de 3-clorobenzoílo, cloruro de 4-clorobenzoílo, cloruro de 2,3-diclorobenzoílo, cloruro de 2,5-diclorobenzoílo, cloruro de 2,6-diclorobenzoílo, cloruro de 3,4-diclorobenzoílo, cloruro de 3,5-diclorobenzoílo, cloruro de 2,3,4-triclorobenzoílo, cloruro de 2,3,5-triclorobenzoílo, cloruro de 2,3,6-triclorobenzoílo, cloruro de 2,4,5-triclorobenzoílo, cloruro de 2,4,6-

triclorobenzoílo, cloruro de 3,4,5-triclorobenzoílo, cloruro de 2,3,4,5-tetraclorobenzoílo, cloruro de 2,3,4,6-tetraclorobenzoílo, cloruro de 2,3,5,6-tetraclorobenzoílo y cloruro de pentaclorobenzoílo.

5 Además, también puede emplearse cloruro de 4-metilbenzoílo como primer cloruro de benzoílo. Por ejemplo, como primer cloruro de benzoílo se emplea cloruro de 4-metilbenzoílo y como segundo cloruro de benzoílo se emplea un compuesto de la serie cloruro de benzoílo, cloruro de 2-metilbenzoílo, cloruro de 3-metilbenzoílo, cloruro de 2,3-dimetilbenzoílo, cloruro de 2,4-dimetilbenzoílo, cloruro de 2,5-dimetilbenzoílo, cloruro de 2,6-dimetilbenzoílo, cloruro de 3,4-dimetilbenzoílo, cloruro de 3,5-dimetilbenzoílo, cloruro de 2,3,4-trimetilbenzoílo, cloruro de 2,3,5-trimetilbenzoílo, cloruro de 2,3,6-trimetilbenzoílo, cloruro de 2,4,5-trimetilbenzoílo, cloruro de 2,4,6-trimetilbenzoílo, cloruro de 3,4,5-trimetilbenzoílo, cloruro de 2,3,4,5-tetrametilbenzoílo, cloruro de 2,3,4,6-tetrametilbenzoílo, cloruro de 2,3,5,6-tetrametilbenzoílo y cloruro de pentametilbenzoílo.

10 La producción de preparados que, adicionalmente a la mezcla de peróxidos de dibenzoílo, contienen además aceite de silicona, tiene lugar preferiblemente según los procedimientos descritos en los Ejemplos del documento EP 235 537.

Los siguientes Ejemplos ilustran la invención, pero sin limitar el objeto de la invención.

Ejemplos:

20 Determinación de la temperatura de descomposición

25 La temperatura de descomposición de los preparados con contenido en peróxido se determinó mediante termoanálisis diferencial con un aparato DSC20 de la razón social Mettler. Para ello, aprox. 3 mg de muestra se pesaron en un crisol de aluminio abierto de 40 µl, se regularon a una temperatura de 70°C y se calentaron a razón de 1°C/min hasta 150°C. La temperatura de descomposición es la temperatura a la que se determinó la exotermia máxima durante el calentamiento.

30 Ejemplo 1

Preparado húmedo que contiene peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo) y peróxido de 2-clorobenzoil-2,4-diclorobenzoílo

35 Se mezclaron 125 g de cloruro de 2,4-diclorobenzoílo, 6,6 g de cloruro de 2-clorobenzoílo y 35 g de isohexano y, bajo agitación y enfriamiento, se añadieron a 20°C a una mezcla a base de 180 g de agua, 132 g de lejía de sosa al 25% en peso y 21 g de peróxido de hidrógeno al 70% en peso. Después de la adición, se continuó agitando durante otros 30 minutos, se filtró y el sólido se lavó con agua.

40 De igual manera se produjeron preparados a base de mezclas de cloruro de 2,4-diclorobenzoílo y cloruro de 2-clorobenzoílo, en las que la proporción de cloruro de 2-clorobenzoílo ascendía a 1, 2, 10 y 20% en peso en lugar de 5% en peso.

45 La Tabla 1 muestra las temperaturas de descomposición determinadas para los preparados en comparación con un preparado que contenía en calidad de peróxido solamente peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo).

Tabla 1

50 Temperatura de descomposición de preparados húmedos que contienen peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo) y peróxido de 2-clorobenzoil-2,4-diclorobenzoílo

Proporción de cloruro de 2-clorobenzoílo en la mezcla empleada con cloruro de 2,4-diclorobenzoílo en % en peso	Temperatura de descomposición en °C
0*	101,5
1	100,5
2	99
5	97
10	94
20	88

*no de acuerdo con la invención

Ejemplo 2

Preparado que contiene peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo), peróxido de 2-clorobenzoil-2,4-diclorobenzoílo y aceite de silicona

5 A una mezcla a base de 3,75 kg de agua, 485 g de peróxido de hidrógeno al 35% en peso, 243 g de aceite de silicona AK 350 de la razón social Wacker y 1134 g de lejía de sosa al 25% en peso se añadió, en el espacio de 30 min y bajo fuerte agitación y enfriamiento hasta 10 a 20°C, una mezcla a base de 854 g de cloruro de 2,4-diclorobenzoílo, 45 g de cloruro de 2-clorobenzoílo, 500 g de aceite de silicona AK 350 de la razón social Wacker y 203 g de isohexano. Se agitó durante otros 30 min, la fase acuosa se separó y el producto se lavó tres veces con sendos 8 l de agua. El producto pastoso se neutralizó con un poco de lejía de sosa y se amasó en una amasadora a 30°C haciendo pasar aire durante 4 h con el fin de evaporar la humedad residual. A continuación, se añadió tanta cantidad de aceite de silicona adicional que el contenido en peróxido orgánico se encontraba en el intervalo de 49 a 52% en peso.

15 De igual manera, se produjeron preparados a base de mezclas de cloruro de 2,4-diclorobenzoílo y cloruro de clorobenzoílo, en las que la proporción de cloruro de 2-clorobenzoílo ascendía a 1, 3, 10 y 20% en peso en lugar de 5% en peso.

20 La Tabla 2 muestra las temperaturas de descomposición determinadas para los preparados en comparación con un preparado que contenía en calidad de peróxido solamente peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo).

Tabla 2

25 Temperatura de descomposición de preparados que contienen peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo), peróxido de 2-clorobenzoil-2,4-diclorobenzoílo y aceite de silicona

Proporción de cloruro de 2-clorobenzoílo en la mezcla empleada con cloruro de 2,4-diclorobenzoílo en % en peso	Temperatura de descomposición en °C
0*	103
3	99
5	96
10	94
20	84

*no de acuerdo con la invención

30 Para los preparados que se produjeron partiendo de mezclas de cloruro de 2,4-diclorobenzoílo y cloruro de 2-clorobenzoílo con porciones de cloruro de 2-clorobenzoílo de 3, 5 y 10% en peso, se determinó la SADT con el ensayo H.4 de la "Recommendations on the Transport of Dangerous Goods, Manual of Tests and Criteria" de las Naciones Unidas. Para los tres preparados, la SADT ascendía a más de 50°C. Por lo tanto, estos preparados pueden almacenarse y transportarse sin refrigeración.

35 Ejemplo 3

Preparado que contiene peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo), peróxido de 4-clorobenzoil-2,4-diclorobenzoílo y aceite de silicona

40 Se repitió el Ejemplo 2, pero con cloruro de 4-clorobenzoílo en lugar de cloruro de 2-clorobenzoílo.

Para el preparado obtenido se determinó una temperatura de descomposición de 93°C.

45 Para un preparado análogo a base de peróxido de di-4-clorobenzoílo y aceite de silicona se determinó una temperatura de descomposición de 137°C.

Ejemplo 4

50 Preparado que contiene peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo), peróxido de 2,3-diclorobenzoil-2,4-diclorobenzoílo y aceite de silicona

La producción del preparado tuvo lugar análogamente al Ejemplo 2, con una mezcla a base de 891,5 g de cloruro de 2,4-diclorobenzoílo y 8,2 g de cloruro de 2,3-diclorobenzoílo.

Para el preparado obtenido se determinó una temperatura de descomposición de 100°C.

5

Ejemplo 5

Preparado que contiene peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo), peróxido de 2,4-diclorobenzoil-2,6-diclorobenzoílo y aceite de silicona

10

La producción del preparado tuvo lugar análogamente al Ejemplo 2, con una mezcla a base de 891 g de cloruro de 2,4-diclorobenzoílo y 9,0 g de cloruro de 2,6-diclorobenzoílo.

Para el preparado obtenido se determinó una temperatura de descomposición de 102°C.

15

Ejemplo 6

Preparado que contiene peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo), peróxido de 2,4-diclorobenzoil-3,4-diclorobenzoílo y aceite de silicona

20

La producción del preparado tuvo lugar análogamente al Ejemplo 2, con una mezcla a base de 891 g de cloruro de 2,4-diclorobenzoílo y 12,3 g de cloruro de 3,4-diclorobenzoílo.

Para el preparado obtenido se determinó una temperatura de descomposición de 99°C.

25

Ejemplo Comparativo 7

Preparado que contiene peróxido de di-(4-metilbenzoílo), peróxido de 2-metilbenzoil-4-metilbenzoílo y aceite de silicona

30

A una mezcla a base de 6,29 kg de agua, 507 g de peróxido de hidrógeno al 35% en peso, 270 g de aceite de silicona AK 350 de la razón social Wacker y 1890 g de lejía de sosa al 25% en peso se añadió, en el espacio de 30 min y con intensa agitación y refrigeración hasta 10 a 20°C, una mezcla a base de 1040 g de cloruro de 4-metilbenzoílo, 114 g de cloruro de 2-metilbenzoílo, 589 g de aceite de silicona AK 350 de la razón social Wacker y 247 g de isohexano. Se agitó durante otros 30 min, la fase acuosa se separó y el producto se lavó tres veces con sendos 10 l de agua. El producto pastoso se neutralizó con un poco de lejía de sosa y se amasó en una amasadora a 30°C haciendo pasar aire durante 4 h con el fin de evaporar la humedad residual. A continuación, se añadió tanta cantidad de aceite de silicona adicional que el contenido en peróxido orgánico se encontraba en el intervalo de 49 a 52% en peso.

40

De igual manera, se produjo un preparado a partir de una mezcla de cloruro de 4-metilbenzoílo y cloruro de 2-metilbenzoílo, en la que la porción de cloruro de 2-metilbenzoílo ascendía al 20% en peso en lugar de 10% en peso.

45

La Tabla 3 muestra las temperaturas de descomposición determinadas para los preparados en comparación con un preparado que contenía en calidad de peróxido solamente peróxido de di-(4-metilbenzoílo).

Tabla 3

Temperatura de descomposición de preparados que contienen peróxido de di-(4-metilbenzoílo), peróxido de 2-metilbenzoil-4-metilbenzoílo y aceite de silicona

50

Proporción de cloruro de 2-metilbenzoílo en la mezcla empleada con cloruro de 4-metilbenzoílo en % en peso	Temperatura de descomposición en °C
0*	136
10	128
20	123

*no de acuerdo con la invención

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Peróxido de dibenzoílo sustituido de forma asimétrica, que comprende un radical 2,4-diclorobenzoílo y un radical benzoílo sustituido, seleccionado del grupo que consiste en 2-clorobenzoílo, 3-clorobenzoílo, 4-clorobenzoílo, 2,3-diclorobenzoílo, 2,5-diclorobenzoílo, 2,6-diclorobenzoílo, 3,4-diclorobenzoílo, 3,5-diclorobenzoílo, 2,3,4-triclorobenzoílo, 2,3,5-triclorobenzoílo, 2,3,6-triclorobenzoílo, 2,4,5-triclorobenzoílo, 2,4,6-triclorobenzoílo, 3,4,5-triclorobenzoílo, 2,3,4,5-tetraclorobenzoílo, 2,3,4,6-tetraclorobenzoílo, 2,3,5,6-tetraclorobenzoílo y pentaclorobenzoílo.