

274302



5 ABR 1962

5 ABR 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

PATENTE D E INVENCION

formulada el 5 de Febrero de 1.962, con el Núm. 274.302

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de MINNESOTA MINING AND MANUFACTURING COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 900 Bush Avenue, Saint Paul, Minnesota, Estados Unidos de América, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE COMPOSICIONES DESTINADAS A USARSE EN LA IMPREGNACION Y EMPOTRAMIENTO DE BOBINAS ELECTRICAS"

Este invento se refiere a composiciones licuadas de epoxi-resina halogenada, normalmente sólida, que endurecen al calentarse pasando a un estado curado resistente, tenaz, retardador de la llama. Las nuevas composiciones son particularmente adecuadas para impregnacion y encapsulado de componentes eléctricos, ya que su viscosidad es tal, especialmente cuando se calientan, que, en general, penetran por los minúsculos intersticios de bobinas eléctricas finas y otros elementos de redes eléctricas.

274302



Se sabe ya que la presencia de grupos bromo o cloro en composiciones de resina termoendurecibles comunica a los productos curados la facultad de retardar la llama. El grado de retardación de la llama así comunicado depende en primer lugar de la proporción de grupos o bromo, pero, cuanto mayor sea la proporción, mayor será el punto de fusión de la composición, resultando que las resinas halogenadas que dan un grado útil de retardación de la llama son sólidas. Como la principal utilidad de las resinas retardadoras de la llama es para encapsulado eléctrico, en el que convienen especialmente los líquidos que fluyen libremente, el uso de resinas termoendurecibles halogenadas sólidas ha estado hasta ahora bastante restringido, a causa de la falta de medio de licuación realmente eficaces. Cualquiera que sea el procedimiento que se emplee para licuar estas resinas, se considera esencial, para los usos de colada, el que no se desprenda prácticamente nada de materia volátil durante el curado, de manera que la composición curada esté exenta de vacíos. Además, el producto curado debe ser fuerte, tenaz y proporcionar buen aislamiento eléctrico.

Como las composiciones de resina de colada líquidas autocurables no son, en general, completamente estables a temperatura ambiente, es necesario venderlas en dos partes separadas, encargándose el consumidor de mezclarlas poco antes del uso. También es importante que cada una de las dos partes sea líquida, de manera que ambas puedan agitarse simplemente juntas por el consumidor final. Así, pues, cuando una parte incluye una resina halogenada de alto punto de fusión, debe mezclarse la resina con un agente licuante no volátil, y, para aplicaciones comerciales prácticas, la mezcla tiene que ser estable durante meses y permanecer líquida, por lo menos 6 meses, a temperatura ambiente.

274302



Este invento se refiere a composiciones de resina de colada líquidas en dos partes, que se basan en epoxi-resina de alto punto de fusión, que es un éter poliglicídico de un fenol polinuclear que tiene una pluralidad de grupos bromo, o bien grupos cloro, directamente unidos a átomos de carbono nucleares, cuyo éter está libre de grupos funcionales distintos de grupos hidroxilo y grupos epoxi. Puede prepararse una resina de este tipo haciendo reaccionar epiclorhidrina y bisfenol bromado, es decir, 2,2-bis(4-hidroxi-3,5-dibromofenil) propano, como sigue:

10

Eter poliglicídico bromado

Se cargaron 590 gramos (6,4 moles) de epiclorhidrina y 544 gramos (1,0 moles) de bisfenol bromado en un matraz de dos litros y se agitó hasta que se había disuelto el fenol. Se disolvieron 80 gramos (2 moles) de hidróxido sódico en 320 gramos de alcohol metílico. Se elevó la temperatura de la solución del bisfenol bromado en la epiclorhidrina hasta 65° C., y se añadieron 20 cc. de la base alcohólica. Después de agitar durante 1 hora a 65° C, se añadió el resto de base alcohólica gota a gota a lo largo de un periodo de 3 a 4 horas. La mezcla de reacción se refluó durante una hora más y la sal precipitada se separó por filtración. El filtrado se arrastró mediante destilación en columna de un plato hasta 130° C a 10 mm Hg. El producto, constituido por 594,5 gramos de una resina dura, de color claro, era un éter de poliglicídilo bromado que tenía un punto de ablandamiento Durrans de 45 a 50° C., aproximadamente, y un contenido de oxígeno oxiránico de 4,4%. El equivalente epoxidico era de 364, aproximadamente.

Un medio, de acuerdo con el invento, para licuar en forma estable dicho epoxi-resina halogenada de alto punto de fusión,

30



2 13 67
5 ABR.

consiste en mezclarla con un anhídrido de ácido policarboxílico que tenga un punto de fusión no mayor de unos 40°C, cuyo anhídrido es un aducto de anhídrido maléico y una olefina. Entre tales anhídridos está el anhídrido metil-endometilen-tetrahidroftálico (líquido semiviscoso, amarillo claro, que tiene una viscosidad de 138,4 centipoises a 25°C., asequible en el comercio con el nombre de "Methyl Nadic Anhydride"). Otro es el aducto de mirceno y anhídrido maléico, que puede prepararse del modo siguiente: Se carga anhídrido maléico (15,7 kg.) en la vasija de reacción y se calienta a 98°C. Se agrega mirceno (29,05 kg) lentamente en la vasija, y se mantiene la temperatura de los reaccionantes por debajo de 101° C hasta que se ha añadido todo el mirceno. Una vez terminada la adición del mirceno, se calienta la vasija de reacción a 129° C durante dos horas. Después se deja enfriar hasta 101°C. a cuya temperatura disminuye lentamente la presión en la vasija a 20 - 30 mm., después de lo cual se aumenta la temperatura a 185° C. Cuando se ha eliminado todo el destilado de este modo, se enfría la vasija de reacción a 115° C., y el producto de reacción, aducto de mirceno-anhídrido maléico, se vacía a un recipiente de almacenaje.

Un grupo de anhídridos de ácido policarboxílico que tienen particular utilidad en este invento, a causa de que forman mezclas de viscosidad especialmente baja, son los anhídridos alquilsuccínicos, tal como el anhídrido tetraprofenilsuccínico, que se prepara calentando juntos proporciones equimolares de anhídrido maléico y olefina que es principalmente el tetrámero de propileno.

Se mezcla una cantidad suficiente del anhídrido de bajo punto de fusión con la epoxi-resina halogenada para producir, por simple mezclado con el mismo, una viscosidad de menos de 80.000 cps

274312

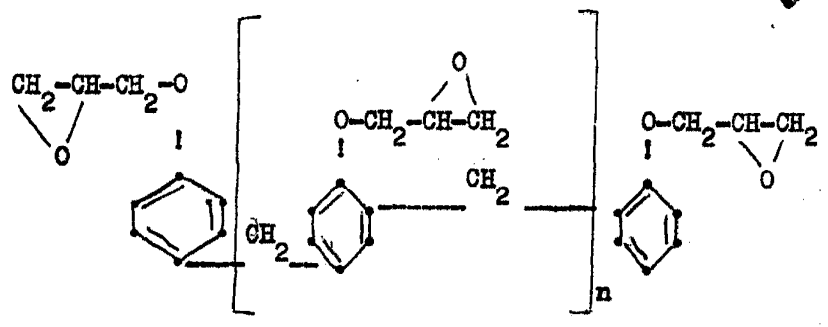


a temperatura ambiente. La segunda parte del sistema de dos partes puede incluir también anhídrido de ácido policarboxílico de modo que el anhídrido proporciona, en el sistema total, 0,5 a 2 grupos anhídrido por cada grupo epoxi de la epoxi-resina. Igualmente, la segunda parte incluye necesariamente un catalizador en tal cantidad que la mezcla de las dos partes cura completamente en un tiempo razonable a temperaturas moderadamente elevadas, por ejemplo, durante la noche a 125-150° C. En la mayoría de los casos, el catalizador comprende menos de 5% del peso total de epoxi-resina y anhídrido en el sistema, y, en general, es suficiente con 0,1 a 2%. Entre los catalizadores convenientes figuran las aminas terciarias básicas, tal como dimetilbencil amina y sus sales, y los ácidos de Lewis, tal como trifluoruro de boro y cloruro estánnico.

Cada parte de la composición auto-curable puede incluir otros materiales tales como cargas finamente divididas o agentes tixotrópicos, pigmentos, co-reaccionantes flexibilizadores y diluyentes reactivos. Por ejemplo, el componente que contiene la resina puede incluir epoxi-resinas no halogenadas tales como productos de condensación líquidos de epíclorhidridina y bisfenol A, de los que es típico el "Epon 828" que tiene un punto de ablandamiento Durrans de 10°C., aproximadamente, y un equivalente epóxido de 190, aproximadamente. Otra clase de epoxi-resinas líquidas útiles es la de las novolacas epoxidadas, de las que puede servir como tipo la epoxi-resina que se vende por Borden Co. con el nombre de "Epiphen 849", que, según el fabricante, tiene una viscosidad a 25° C de 10.000 a 20.000 cps. y un equivalente epóxido de 180 a 200, y tiene la estructura

30

274302



5

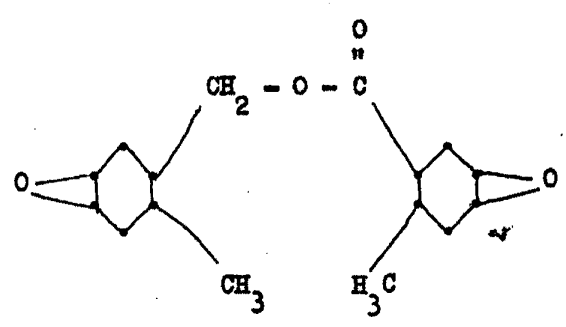
Otro medio, de acuerdo con el invento, para licuar en forma estable epoxi-resinas halogenadas, tal como el éter poliglicídlico bromado, consiste en mezclar con ellas ciertas epoxi-resinas líquidas. Por ejemplo, una mezcla de 60 partes en peso de la epoxi-resina "Epon 828" arriba descrita, y 40 partes de Eter poliglicídlico Bromado tiene una viscosidad de 252,000 cps. pero ésta es un tanto alta para uso como resina de colada eléctrica. Cuando la proporción es de 30 partes de Eter Poliglicídlico Bromado y 70 partes de "Epon 828", la viscosidad es 32.000 cps y permanece en este valor durante mucho tiempo de almacenaje. Sin embargo, se prefiere emplear una proporción más elevada de la resina halogenada en aplicaciones en las que se requiere retardación de la llama.

10

15

Son epoxi-resinas líquidas mejores, desde el punto de vista de que permiten una mayor proporción de resina halogenada al mismo tiempo que mantienen la viscosidad baja, las resinas de epoxiclohexano, de las que puede citarse como tipo la resina vendida por Unión Carbide Chemicals Co. con la marca "EP-201", que tiene la fórmula

20



25

30

774302



Esta resina, mezclada con partes iguales del Eter Poliglicídlico Bromado, da una viscosidad de 12.000 cps. que no aumenta de modo apreciable durante el almacenaje, mientras que, para una relación de 40 partes de esta resina para 60 partes de Eter Poliglicídlico Bromado, la viscosidad es 270.000 cps.

Otra epoxi-resina que proporciona mezclas líquidas con el Eter Poliglicídlico Bromado se vende por Dow Chemical Co. como resina "X-2673.6". Esta resina es un poliéter glicídlico alifático que tiene una viscosidad a 25°C de 50 cps y un equivalente epóxido de 195. Partes iguales de esta resina y del Eter Poliglicídlico Bromado dan una viscosidad de solamente 1.000 cps; a relación de 40:60, la viscosidad es 2600 cps; y a relación de 30:70, la viscosidad es 12.000 cps. Sin embargo, las mezclas que contienen 60 y 70 partes del Eter poliglicídlico Bromado cristalizan completamente en una semana, aproximadamente, y la mezola de partes iguales sufre alguna cristalización por reposo durante una semana y tiene que calentarse antes del uso para fundir de nuevo los cristales.

Se ha encontrado, con sorpresa, que las mezclas de 50 partes o más del Eter Poliglicídlico Bromado con hasta 50 partes de una mezcla de poliéter glicídlico alifático líquido y resina de epoxiciclohexano líquido proporcionan mezclas estables de baja viscosidad, y, a causa del elevado contenido de halógeno, estas composiciones proporcionan productos curados de excelente retención de llama. Una mezola de 60 partes del Eter poliglicídlico Bromado, 30 partes del poliéter glicídlico alifático "X-2673.6" y 10 partes de resina de epoxiciclohexano "EP-201", tiene una viscosidad estable de solamente 5260 cps a 25° C., y las mismas resinas, a la proporción de 60:20:20, dan una viscosidad estable de 13.600 cps. La utilidad de una tal composición como resina de

2743 02



oolada eléctrica se demuestra más adelante en el Ejemplo 5.

Ejemplo I

5 Sobre 66,6 gramos del Eter Poliglicidílico Bromado arriba
descrito se añadieron 33,4 gramos de anhídrido metil-endometilen-
tetrahidroftálico. Esta mezcla tenía una viscosidad inicial de
71.500 cps a temperatura ambiente y había aumentado a solamente
78.000 cps de 48 días. La misma mezcla tenía una viscosidad ini-
10 cial de 2350 cps a 49° C y había aumentado a 13.400 cps después
de 72 días a dicha temperatura. Con adición de 0,5 gramos de
tres(2,4,6-dimetilaminometil)fenol, la mezcla recién preparada
curó en una estufa a 120° en 3 horas. La resina durada tenía una
dureza Barcol de 44.

15 Una muestra de la resina curada se sometió a ensayo de las
propiedades auto-extintoras en el aparato de ensayo de inflamabi-
lidad de Manson (Manson Flammability Tester) de acuerdo con la nor-
ma propuesta SG-5-Exhibit "A", de 14 enero 1954, de la National
Electrical Manufacturers Association (Nema) Power and Switchgear
Assemblies Committee de los Estados Unidos. En esencia, el ensa-
20 yo consiste en calentar una muestra de la resina con una bobina
de alta temperatura hasta que los gases desprendidos de la resina
se inflaman por dos bujías continuamente excitada que está situa-
das cerca de la muestra. El tiempo necesario para esto se anota como
Tiempo de Ignición. El calentamiento se continúa durante 30 se-
25 gundos más después de ignición. El tiempo que transcurre después
de este calentamiento adicional hasta que cesa toda combustión,
se registra como tiempo de Combustión. El resultado se indica como
una relación de Tiempo de combustión a Tiempo de Ignición, y fué
0,105 para esta muestra lo que es un valor excepcionalmente bajo.

30 Se repitió el ensayo empleando una muestra curada, por lo



demás idéntica, a excepción de que el talco representaba el 35% de la composición y el trióxido de antimonio el 5%; el resultado del ensayo de inflamabilidad fué prácticamente el mismo.

Ejemplo comparativo

5

Para fines comparativos, se reemplazó el Eter Poliglicídico Bromado por una epoxi-resina líquida corriente, específicamente "Epon 828". Esta resina es un producto de condensación de epíclorhidrina y bisfenol A, tiene un punto de ablandamiento Durrans de 10°C, aproximadamente, y un equivalente epóxido de 190, aproximadamente.

10

Esta epoxi-resina, en una cantidad de 54,5 gramos, se mezcló con 45,5 gramos de anhídrido metil-endometilen-tetrahidroftálico y 0,5 gramos de tris(2,4,6-dimetilaminometil) fenol y se curó durante 3 horas a 120°C. La dureza Barcol del producto curado fué 41. En el ensayo de inflamabilidad que se ha descrito en el Ejemplo I, la relación de Tiempo de Combustión a Tiempo de Ignición fué 6,05. La adición de talco, en una cantidad hasta alcanzar 40% de la composición no curada, redujo la relación de auto-extinción del producto curado a 1,93.

15

20

Ejemplo 2

La composición sin curar del Ejemplo 1 es de viscosidad algo elevada para impregnación satisfactoria de elementos eléctricos, y, para muchas aplicaciones de resina de colada, se prefiere usar un anhídrido de ácido policarboxílico que proporcione mezcla de menor viscosidad con Eter Poliglicídico Bromado, por ejemplo: el aducto de miriceno y anhídrido maléico descrito anteriormente. Una composición de 62 gramos del Eter Poliglicídico Bromado y 31,5 gramos del aducto de miriceno-anhídrido

25

30



274302

maléico tiene una viscosidad inicial de 12.000 cps y aumenta hasta la viscosidad, todavía colable, de unos 70.000 cps. después de almacenaje a temperatura ambiente durante seis meses. Cuando se añade una mezcla de 6,5 gramos de anhídrido metil-
5 endometilen-tetrahidroftálico y 0,5 gramos de tris(2,4,6-dimetilaminometil) fenol, la composición cura en 3 horas a 120° C hasta una dureza Barcol de 34. El producto curado tiene una relación de auto-extinción de 1,15 en el tiempo de ensayo de inflamabilidad del Ejemplo I.

10 Una composición, idéntica en lo demás, pero incluyendo 35% de talco y 5% de trióxido de antimonio, da una relación de extinción de solamente 0,34.

Ejemplo 3

25 Se fundieron 65 gramos del Eter Poliglicídico Bromado junto con 35 gramos del aducto miriceno-anhídrido maléico. Después de enfriar a la temperatura ambiente, esta composición dió una mezcla líquida de 6800 cps de viscosidad. Después de envejecer durante 52 días a temperatura ambiente, la viscosidad
20 había aumentado a 11.600 cps. Se estima que esta mezcla permanecerá colable durante más de seis meses si se guarda a temperatura ambiente. A 50° C., la viscosidad inicial de esta mezcla fué 650 cps y, después de unos 71 días, a esta temperatura, fué de 3500 cps.

25 Sobre 200 gramos de esta mezcla, se añadieron 80 gramos del poliéster terminado por ácido de 1,68 moles de anhídrido maléico y un mol de polipropileno glicol de 1025 de peso molecular promedio. Se añadió como catalizador 1,6 gramos de tris(2,4,6-dimetilaminometil) fenol. La mezcla se vertió entonces
30 sobre un molde de aluminio que contenía la inserción de choque

27400



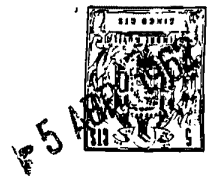
térmico de 3,18 mm que se encuentra descrita en "Ensayos de choque térmico para resina de colada", trabajo presentado por M. Olyphant a la "Primera Conferencia Nacional sobre la Aplicación del Aislamiento Eléctrico", en Cleveland, Ohio, Estados Unidos, de 3 a 5 de septiembre, 1.958. Se obtuvo un colado caudoide, tenaz, adherente después de tres horas en una estufa a 120° C.

La muestra curada se calentó en una estufa a 130° C durante 30 minutos y luego se sumergió en un baño líquido a -55° C, y se mantuvo allí durante 10 minutos sin que se agrietara. Se repitió el ensayo nueve veces más con un plazo justamente suficiente para permitir la inspección de los posibles agrietamientos de la muestra después de cada inmersión en frío: no se originó ninguna grieta. Así, pues, la resina colada de este ejemplo es muy adecuada para encapsulado cuando pueden presentarse amplios límites de temperatura, por ejemplo, en aviación o en cohetes.

La misma composición preparada de modo que contuviera 35% de talco y 5% de trióxido de antimonio y curada alrededor de una inserción de choque térmico de 6,35 mm., resistió la misma prueba de choque térmico sin agrietamiento.

Una muestra curada de la composición sin cargas dió una relación de autoextinción de 6,05 en el ensayo de inflamabilidad arriba descrito, mientras que una muestra curada de la composición cargada produjo una relación de 1,17. Aun cuando estos resultados pueden parecer algo altos, son muy satisfactorios para una composición líquida que cura pasando a un estado flexible, tenaz. Muestras curadas durante 3 horas a 120° C, a partir de la composición cargada, acusaron una pérdida de peso por 10 días de exposición a 120° C. en una estufa de circulación de aire, de 0,8% en lugar de 1,5% para la composición

2745-2



sin cargar curada; absorción acuosa después de 10 días de inmersión total a temperatura ambiente de 0,75%, en vez de 1,1% para la composición sin cargar curada. Las características eléctricas de la composición cargada curada, medidas a 25° C, fueron como sigue:

5	Resistencia dieléctrica (ASTM D149-44) muestra de 0,127 cm.	600 voltios por 0,00254 cm.
	Resistividad de volumen (ASTM D257-49T)	1,1 x 10 ¹² ohm-cm.
	Factor de disipación (a 1000 ciclos) inicial	0,08
10	después de 10 días a 120° C	0,05
	Constante dieléctrica (a 1000 ciclos) inicial	6,1
	después de 10 días a 120° C	6,3

Ejemplo 4

15 Se varió la composición del Ejemplo 3 reemplazando porciones del Eter Poliglicidílico Bromado por epoxi-resina corriente, específicamente "Epon n. 828". En cada caso, la cantidad de aducto de anhídrido recién preparado se ajustaba para proporcionar 85 grupos anhídrido por cada 100 grupos epoxi. Para cada variación, se medía la viscosidad de solamente las epoxi-resinas más el aducto anhídrido, a 25° C. y se anotaba en la Tabla que se da más adelante como "Viscosidad de la Parte A". Luego se añadía el poliéster, terminado con ácido, en una cantidad para proporcionar 15 grupos carboxilo por cada 100 grupos epoxi, junto con

20

25 tres (2,4,6-dimetilaminometil)fenol, en una cantidad igual a 0,5% de los ingredientes reactivos totales. Se añadió también 35% de talco y 5% de trióxido de antimonio, calculados con relación al peso total de la composición. Muestras de cada composición curadas durante tres horas a 120°C., se sometieron a la prueba de inflamabilidad. Las relaciones de auto-extinción se anotan

30

2743 92



en la tabla.

T A B L A

5	Ingredientes de la Parte A			Viscosidad de la Par- te A en cps	Relación de auto- extinción
	Eter Poliglicídico Bromado	"EPON 828"	Aducto an- hídrico		
	100	0	54	6800	1.17
	50	50	77	1200	1.37
10	40	60	82	950	1.71
	30	70	86	750	2.26
	20	80	90	650	3.93
	0	100	100	450	4.70

15

Ejemplo 5

Se preparó una composición líquida estable de dos partes, de la manera siguiente:

20

<u>Parte A</u>	<u>Partes en peso</u>
Eter Poliglicídico Bromado	53.2
Poliéster glicídico alifático (Dow "X-2673.6")	26.6
Resina de epoxiciclohexano ("EP-201")	8.8
Talco	78.4
25 Pigmento Pardo	4.0
<u>Parte B</u>	
Anhidrido tetrapropenil succínico	80.0
30 Poliéster terminado por ácido del Ejemplo 3	31.0

2743 02



Tris (2,4,6-dimetilaminometil) fenol	0.4
Trióxido de antimonio	16.3
Talco	39.0

5 La elevada proporción de talco en la Parte A hace a dicha mezcla tixotrópica, de modo que su viscosidad excedió de 2 millones de centipoises (lectura máxima de la escala, en el instrumento de medición), aunque la parte A se hizo mucho menos viscosa al agitar. La viscosidad de la Parte B fué 3.000 cps. La parte B se mezcló fácilmente en la Parte A de líquido tixotrópico, por
10 simple agitación de partes iguales de ambos a temperatura ambiente para dar una composición auto-curada de 10.000 cps de viscosidad.

15 Cuando se curó durante 3 horas a 120°C alrededor de una inserción de choque térmico según se describe en el Ejemplo 3, no aparecieron grietas en la resina en el ensayo de choque térmico.

Otras muestras curadas presentan una relación de auto-extinción promedias de 1,7 en el ensayo de inflamación del Ejemplo 1.

20 La características eléctricas de la composición curada, medidas a varias temperaturas a una frecuencia de 1000 ciclos fueron:

	<u>A temperatura ambiente</u>	<u>A 90°C</u>	<u>A 105°C.</u>
25 Factor de disipación	0,06	0,09	0,21
Constante dieléctrica	4,8	6,3	6,3

30 Algunas de las nuevas composiciones de los ejemplos precedentes, son útiles, además de como resina de colada, para aislamiento de alambres, y pueden emplearse también para saturar una tela fibrosa, tal como de vidrio, que puede enrollarse alrededor del componente eléctrico y curarse en contacto con el mismo

2743 02



para dar un aislamiento eléctrico retardador de la llama, tenaz.

Aun cuando el Eter poliglicidílico Bromado descrito anteriormente se emplea en cada uno de los ejemplos operatorios, puede reemplazarse una parte o toda esta resina en la práctica de este invento por éter poliglicidílico de fenol polinuclear que
5 tenga, en lugar de los grupos bromo, una pluralidad de otros sustituyentes halógeno directamente unidos a átomos de carbono nuclear. Sin embargo, se prefieren mucho más los sustituyentes bromados.

10

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de
15 Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1º.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones líquidas que están destinadas a usarse en la impregnación y empotramiento de bobinas eléctricas y que al calentarse en mezola con un catalizador para reacciones resina epoxi-anhídrido se endurecen para dar un estado curado retardador de la llama,
20 tenaz y resistente, caracterizadas porque dichas composiciones comprenden (1) eter poliglicidílico de un fenol polinuclear que tiene una pluralidad de grupos bromo directamente unidos a átomos de carbono del núcleo, estando dicho eter libre de grupos funcionales distintos de grupos hidroxilo y epoxi y (2) anhídrido de
25 ácido policarboxílico con un punto de fusión no mayor de unos 40º C y compatible con dicho eter poliglicidílico para, por simple mezola con él, producir una viscosidad de menos de 80.000 cps a temperatura ambiente, cuya simple mezola permanece fluida cuando
30 se almacena a temperatura ambiente durante por lo menos 6 meses

274302



incluyendo dicha composición 0,5 a 2 grupos anhídrido por grupo epoxi.

2º.- Mejoras según el punto 1º, según las cuales el ingrediente (1) es el eter poliglicídílico de 2,2-bis (4-hidroxi-3,5-dibromofenil) propano.

3º.- Mejoras en la preparación de composiciones líquidas destinadas a usarse en la impregnación y empotramiento de bobinas eléctricas y que al calentarse se endurecen para pasar a un estado curado, retardador de la llama, tenaz y resistente, caracterizadas porque dichas composiciones comprenden (1) 30-50 partes en peso de eter poliglicídílico de fenol polinuclear con una pluralidad de grupos bromo directamente unidos a átomos de carbono del núcleo, estando dicho éter libre de grupos funcionales distintos de los grupos hidróxilo y epoxi (2) hasta aproximadamente 50-70 partes de resina epoxi líquida con más de 1,2 grupos epoxi por peso molecular medio, (3) anhídrido de ácido policarboxílico con un punto de fusión no mayor de unos 40º C y compatible con dicho eter poliglicídílico para producir por simple mezola con él una viscosidad de menos de 80.000 cps a la temperatura ambiente, cuya simple mezcla permanece fluida cuando se almacena a temperatura ambiente durante 6 meses por lo menos, incluyendo dicha composición 0,5 a 2 grupos anhídrido por grupo epoxi de dicho eter de poliglicídilo y dicha resina epoxi, y (4) hasta aproximadamente 5% del peso total de ingredientes (1) (2) y (3) de amina terciaria básica en cantidad tal que la composición se cure sustancialmente por completo dentro de 16 horas a 150º C.

5º.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones de resina epoxi líquidas, en dos partes de curado espontáneo, cada parte de las cuales permanece líquida por sí misma durante



27/1/55

5

por lo menos 6 meses a la temperatura ambiente, cuyas dos partes pueden reunirse por agitación a temperatura ambiente para dar una mezcla líquida de menos de 80.000 cps que cura a un estado retardador de la llama, tenaz y resistente, incluyendo una

10

de dichas dos partes resina epoxi, por lo menos una proporción mayor en peso de la cual es eter poliglicídilico de un fenol polinuclear con una pluralidad de grupos bromo directamente unidos a átomos de carbono del núcleo, estando dicho eter libre de grupos funcionales distintos de los grupos hidróxilo y epoxi,

15

incluyendo la otra de dichas dos partes un catalizador para reacciones de resina epoxi-anhídrido en tal cantidad que la composición mezclada se cure sustancialmente por completo dentro de las 16 horas a 150° C, incluyendo dicha composición anhídrido de ácido policarboxílico con un punto de fusión no mayor de 40° C y teniendo dicha composición 0,5 a 2 grupos anhídrido por grupo epoxi.

6°.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones líquidas, en dos partes, de curado espontáneo, según el punto 5°, según las cuales el catalizador es una amina terciaria

20

básica y está presente en la cantidad de 0,1 a 2% del peso total de resina epoxi y anhídrido.

7°.- Mejoras según el punto 5°, según las cuales hasta 30% de dicha resina epoxi es un polieter de glicidilo alifático líquido y dicho anhídrido de ácido policarboxílico está incluido en dicha otra de dichas dos partes.

25

8°.- Mejoras introducidas en la preparación de mezclas estables de baja viscosidad de resinas epoxi, que forman mezclas que pueden curar al calor con anhídrido de ácido policarboxílico y catalizador de amina terciaria, para la producción de productos curados tenaces, resistentes y retardadores de la llama, ca-

30

2743 u2



5 ABR

5 racterizadas porque dichas mezclas comprenden: (1) por lo menos 50% en peso de un eter policíclico de un fenol polinuclear que tiene una pluralidad de grupos bromo unidos directamente a átomos de carbono del núcleo, estando libre dicho eter de grupos funcionales distintos de grupos hidroxilo y grupos epoxi, (2) por lo menos 20% de un polieter de glicidilo alifático líquido y (3) hasta 20% de una resina líquida de epoxiciclohexano.

10 9º.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones destinadas a usarse en la impregnación y empotramiento de bobinas eléctricas.

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

La presente Memoria consta de dieciocho hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

5 ABR. 1962

P. A.
Alberto de Eizaburu
Por Poder.

MCE/