



279262

## P A T E N T E

D E

## I N T R O D U C C I O N

a favor de Don Angel HERNANDEZ LOPEZ, de nacionalidad española, residente en Barcelona, calle Farigola, 20, por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES DE REVESTIMIENTO".

## M E M O R I A D E S C R I P T I V A

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, principalmente utilizables para aislar conductores eléctricos.

5. Ya ha sido propuesto el utilizar un tereftalato de etilenglicol polimérico como aislante para conductores eléctricos, o bien el recubrir estos últimos por medio de una solución de éster polimérico de glicerina o de pentaeritrol y ácido tereftálico en un disolvente no miscible con el agua y seleccionado del
- 10.



279362

- grupo consistente en aminas terciarias, dialquilamidas, cetonas y ésteres de ácidos grasos y ciertos ésteres y éteres de etilenglicol y de polietilenglicol. También se ha hecho otra sugerencia, consistente
5. en reemplazar una parte del ácido tereftálico por ciertos ácidos carboxílicos alifáticos, particularmente divalentes. En todos estos métodos conocidos se presentan, no obstante, ciertos inconvenientes, tales como
10. la dificultad de disolución en disolventes de peso molecular suficientemente elevado para poder ser utilizados como aislantes, el elevado costo de estos disolventes y el propio hecho de no haber sido posible, hasta la fecha, obtener revestimientos completamente satisfactorios. Si, por otra parte, el poliéster es modificado
15. por empleo de una silicona, se gana en poder de adherencia y en flexibilidad, pero el producto resultante aún tiene bastante que desear.

- Frente a este estado del arte, la presente invención tiene por objeto un nuevo procedimiento para
20. la preparación de composiciones aislantes de la clase mencionada anteriormente y que consiste esencialmente en condensar en caliente, en presencia de un disolvente constituido al menos en parte por cresol, el ácido tereftálico, un halogenuro del ácido tereftálico
25. o un tereftalato de alquilo inferior, con uno o varios alcoholes di-, tri- o tetra-valentes, interrumpiendo el calentamiento cuando el polímero alcanza una viscosidad de 4000-5000 centipoises, medida



279262

en solución al 20-40% en ácido cresílico a 25°C, diluyendo finalmente el producto obtenido.

- Para la obtención del éster polimérico se puede hacer reaccionar, por ejemplo, glicerina o pentaeritrol
5. con ácido tereftálico o tereftalato de metilo, etilo, propilo, butilo, amilo o hexilo, o bien dicloruro de ácido tereftálico, en presencia de cresol como disolvente, hasta que se obtiene un polímero de la viscosidad deseada. En ciertos casos, se ha constatado que es
  10. conveniente añadir etilenglicol como agente modificador. Aunque no es esencial utilizar catalizadores de esterificación, frecuentemente es deseable utilizarlos y, en este caso, se utiliza los usuales, como ácido clorhídrico, ácido toluensulfónico y litargirio.
  15. En la realización preferida de la invención se utiliza 776 g de tereftalato, 65-350 g de glicerina y 0-350 g de etilenglicol, y, en términos generales, el peso total de los dos primeros compuestos ha de ser suficiente para que al menos se disponga de un grupo
  20. carboxilo por cada grupo hidroxilo. Cuando se emplea una mezcla de glicerina y etilenglicol, por cada 776 g de tereftalato se utiliza, preferentemente, 100-200 g de etilenglicol y 200-100 g de glicerina. Cuando se utiliza pentaeritrol para substituir parte o la totalidad
  25. de la glicerina, la substitución ha de ser efectuada de manera que se disponga del mismo número de grupos hidroxilo que con la glicerina; esta substitución es particularmente ventajosa en el caso de emplear eti-



279262

lenglicol.

En lugar del ácido cresílico se puede hacer intervenir en la reacción los cresoles individuales, por ejemplo el paracresol, pero es preferible utilizar la mezcla comercial conocida bajo la denominación de ácido cresílico. Este ácido puede ser diluido con un alquitrán pesado o nafta de petróleo en proporciones de, por ejemplo 0-60% en peso, calculado sobre el peso total de mezcla disolvente. La nafta puede ser añadida a la composición en cualquier momento adecuado dentro del proceso.

La temperatura de la reacción no es particularmente crítica, de forma que se puede utilizar las temperaturas usuales en este tipo de reacciones.

De preferencia se hace reaccionar primeramente el tereftalato de dimetilo sobre la glicerina, con o sin etilenglicol, hasta alcanzar una viscosidad intermedia; luego se añade más ácido cresílico y se prosigue la reacción hasta alcanzar la viscosidad final deseada. Preferiblemente, en el curso de la primera fase se calienta hasta que una muestra tomada de la mezcla reaccional y reducida a un tenor de 10% de sólidos por adición de ácido cresílico, presente una viscosidad de 2000-3000 centipoise, medida a 25°C; luego la reacción es proseguida con la adición de ácido cresílico, hasta que una muestra del producto, reducida a un tenor de 25% de sólidos, presente una viscosidad de 4000-5000 centipoise, medida en las mis-



278204

mas condiciones.

La solución obtenida puede ser aplicada sobre los alambres conductores por los métodos usuales.

- Los ejemplos siguientes muestran, a título puramente ilustrativo de la invención, algunas formas preferidas de llevarla a la práctica; en todos ellos, salvo indicación en contra, todas las referencias a partes han de ser entendidas como partes en peso.
- 5.

E J E M P L O 1 .

10. Se introduce 776 g de tereftalato dimetílico, 347 g de glicerina, 0,2 g de litargirio y 500 g de ácido cresílico, en un reactor provisto de agitador, termómetro y una corta columna enfriada por aire, conectada con un condensador de destilación. Se calienta hasta 177°C y se pone en funcionamiento el agitador.
15. La temperatura es elevada dentro de 4 horas hasta 227°C, en cuyo tiempo se va destilando el metanol. Se mantiene esta temperatura durante 6 horas, en cuyo instante se toma una muestra que es reducida al tenor de
20. 25% de sólidos con ácido cresílico, y se constata de que presenta una viscosidad de 4000-5000 centipoise a 25°C. Se añade 360 g de ácido cresílico y se mantiene la temperatura a 216°C hasta que una muestra, reducida al tenor de 25% de sólidos con ácido cresílico, presenta una viscosidad de 4000-5000 centipoise, medida
25. a 25°C. Se interrumpe el calentamiento y el producto de la reacción es diluido con una mezcla de ácido cre-

279262



silico y de nafta Ew al 20% de esta última, hasta que se alcanza la viscosidad indicada, a la misma temperatura de referencia.

5. El producto obtenido puede ser aplicado satisfactoriamente sobre alambres de cobre por los métodos de esmaltado usuales.

EJEMPLO 2.

10. En el reactor del ejemplo 1 se calienta 776 g de tereftalato dimetílico, 100 g de etilenglicol, 250 g de glicerina, 0,2 g de litargirio y 500 g de ácido cresílico a 177°C y se eleva la temperatura, dentro de 4 horas, hasta 227°C, que luego es mantenida durante 12 horas, a cuyo término se obtiene la viscosidad de 4000-5000 centipoise en las condiciones indicadas. Se
15. añade 360 g de ácido cresílico y se mantiene el reactor a 216°C durante 20 horas, en cuyo momento la viscosidad de una muestra reducida a un contenido de 20%
20. de sólidos en la forma descrita, proporciona la viscosidad de 4000-5000 centipoise a 25° C. El compuesto es diluido y queda listo para su aplicación sobre alambres de cobre.

EJEMPLO 3.

25. Con las mismas proporciones que en el ejemplo 1, excepto en que se utiliza 100 g de ácido cresílico, se calienta el reactor a 177°C y luego se eleva la temperatura hasta 260°C en el espacio de 4 horas, se

279262



- aplica vacio durante 15 minutos, obteniéndose un producto que tiene una viscosidad Gardner-Holdt de 23 a 25<sup>º</sup>C al ser reducido con ácido cresílico hasta un contenido de 30% de sólidos. Este producto, reducido a
5. 4000-5000 centipoise en las condiciones descritas anteriormente, proporciona un buen esmalte para aplicación mediante hilera. Reducido a una viscosidad de 50-85 centipoise resulta apto para el método de inmersión.
10. E J E M P L O 4 .
- Se repite el ejemplo anterior pero substituyendo la glicerina por una mezcla de 250 g de glicerina y 100 g de etilenglicol, y el tratamiento al vacio se lleva a cabo por corto tiempo, hasta alcanzar la misma
15. viscosidad, en las mismas condiciones.
- Serán independientes del objeto de la invención los detalles y características auxiliares empleadas en la puesta en práctica del procedimiento, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las siguientes
20. reivindicaciones.



9282

NOTA

Se reivindica como objeto de la presente patente de introducción:

5. 1. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, caracterizado por el hecho de condensar en caliente, en presencia de un disolvente constituido al menos en parte por cresol, ácido tereftálico, un halogenuro del ácido tereftálico o un tereftalato de alquilo inferior, con uno o varios alcoholes di-, tri- o tetra-valentes, interrumpiendo el calentamiento cuando el éster polimérico tiene una viscosidad de 4000-5000 centipoise, medida a 25°C, en solución al 20-40% en peso de sólidos en ácido cresílico, y diluyendo finalmente el producto.
15. 2. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de preparar el éster por condensación, en presencia de ácido cresílico como disolvente, de tereftalato dimetílico con glicerina o una mezcla de glicerina con hasta 3 partes en peso de etilenglicol por cada parte de glicerina.
20. 3. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que al principio de la condensación la mezcla contiene una cantidad suficiente de glicerina para proporcionar 1,0-1,6 grupos
- 25.

279262



hidroxilo por cada grupo carboxilo del tereftalato de dimetilo.

4. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, según las reivindicaciones
5. 1 a 3, caracterizado por el hecho de condensar el tereftalato dimetílico, la glicerina y el etilenglicol en presencia de ácido cresílico, en las proporciones de 776 partes del primero por 300 partes de mezcla de etilenglicol y glicerina, en la cual el etilenglicol no excede de 2 partes por cada parte de glicerina.
- 10.
5. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de llevar a cabo la condensación hasta una fase intermedia, después de lo cual se añade ácido cresílico se prosigue la mismas hasta que el éster polimérico presenta las características de viscosidad indicadas.
- 15.
6. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que la condensación es llevada a cabo hasta una fase intermedia, después en vacío, sin adición de ácido cresílico hasta que el éster polimérico reúne las condiciones de viscosidad indicadas.
- 20.
7. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que la condensación es llevada a cabo en una sola fase.
- 25.

27 9262

27 JUL



8. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, según las reivindicaciones lma 6, caracterizado por el hecho de que el producto de reacción es diluido con ácido cresílico y nafta
5. hasta una viscosidad comprendida entre 4000 y 5000 centipoise a 25°C, no excediendo la cantidad de nafta el 60% del total de mezcla de disolventes.

9. Procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento.

10. La presente memoria descriptiva consta de diez hojas foliadas, escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, 7 de julio de 1962.

Angel HERNANDEZ LOPEZ

p.a.

I PONTI