



303780

303780

MEMORIA DESCRIPTIVA.

PATENTE DE INVENCION.

PAIS : ESPAÑA.

DURACION : 20 AÑOS.

OBJETO : "UN METODO PARA LA FABRICACION DE  
"UNA RESINA DE POLIESTER".

=====

A nombre de : GENERAL ELECTRIC COMPANY.

Residente en : SCHENECTADY (New-York), 1, River-Road.

Nacionalidad : NORTEAMERICANA.

(P. 2.104, A-R).  
(docket 15D-3693).

303780

- 5 SEP



5.- Este invento se refiere al aumento de la velocidad de curado, hasta el estado sustancialmente insoluble e infusible, de una resina de poliéster derivada de un glicol, un alcohol polivalente que contiene al menos tres grupos hidroxilo y un tereftalato de alcohol, empleando conjuntamente un polianhídrido y una determinada clase de aminas terciarias.

10.- Se conocen resinas poliéster que comprenden el producto de la reacción de (1) un éster de dialcohol inferior de ácido tereftálico, un éster de dialcohol inferior de ácido isoftálico o mezclas de dichos ésteres, (2) etilenglicol y (3) un alcohol polivalente alifático saturado que tiene al menos tres grupos hidroxilo. Estos poliésteres han resultado ser especialmente útiles como aislamiento para conductores eléctricos, particularmente como aislamiento para alambres magnéticos usados en aparatos eléctricos. Estas resinas de poliéster pueden curarse, es decir, llevarse al estado sustancialmente insoluble e infusible, calentándolas a temperaturas elevadas del orden de unos 200°C hasta tanto como 450°C. A fin de acelerar el curado, obteniendo un curado más rápido, a menudo a temperaturas más bajas, se han empleado diversos catalizadores de curado que contienen metal, por ejemplo, octoato de cinc, octoato de cadmio, etc. así como ciertos diisocianatos que incluyen diisocianatos aromáticos, diisocianatos alifáticos, etc. Sin embargo, se ha visto que cuando se intentó usar estos catalizadores de curado para la resina poliéster, los productos cu-

15.-

20.-

25.-



rados no tienen una resistencia suficiente a los disolventes que se necesitan en algunas aplicaciones, por ejemplo, en motores usados en refrigeradores en que el aislamiento está sumergido en ciertos refrigerantes.

- 30.- Inesperadamente, hemos descubierto que estas resinas de poliéster pueden curarse rápidamente a temperaturas más bajas que las que han sido usadas hasta ahora en ausencia de agente de curado, obteniendo al mismo tiempo un producto curado que muestra resistencia mejorada a los disolventes incluso a
- 35.- temperaturas aumentadas. Estas ventajas de la aceleración del curado a temperaturas más bajas y la resultante resistencia mejorada a los disolventes se obtienen empleando un sistema catalizador para la resina poliéster que comprende una determinada clase de aminas terciarias y un polianhídrido orgánico,
- 40.- por ejemplo un dianhídrido orgánico.

- El descubrimiento de que las aminas terciarias en combinación con los polianhídridos podrían acelerar el curado de las resinas de poliéster en la medida que hemos descubierto fue totalmente inesperado y de ningún modo podría predecirse
- 45.- porque el uso de aminas primarias y secundarias con los polianhídridos dió velocidades de aceleración del curado mucho menores y una resistencia mucho menor a los disolventes. Incluso el empleo de otro tipo de amina terciaria tal como la 2,5-dimetil piperazina dió de nuevo resultados que eran inferiores a los resultados obtenidos usando las aminas terciarias y la quinoleína, antes mencionadas.
- 50.-

- Las resinas poliéster a las cuales se refiere la presente invención comprenden el producto de la reacción de (1) de 25 a 56 equivalentes por ciento, preferiblemente de 36 a 50
- 55.- equivalentes por ciento, de un éster de dialcoholo inferior



de ácido tereftálico, un éster de dialcohol inferior de ácido isoftálico, o mezclas de ellos, (2) de aproximadamente 15 a 46 equivalentes por ciento y, preferiblemente, de 25 a 40 equivalentes por ciento, de etilenglicol, y (3) de aproximadamente 60.- 15 a 44 equivalentes por ciento y, preferiblemente, de 20 a 32 equivalentes por ciento, de un alcohol polivalente alifático saturado, que tiene al menos tres grupos hidroxilo. La resina de poliéster específica preferida del presente invento comprende el producto de la reacción de aproximadamente 45 65.- equivalentes por ciento de tereftalato de dimetilo, aproximadamente 33 equivalentes por ciento de etilenglicol y aproximadamente 22 equivalentes por ciento de glicerina.

Entre los ésteres de dialcohol inferior del ácido tereftálico o del ácido isoftálico que pueden usarse en los poliésteres del presente invento se incluyen, por ejemplo, los ésteres que contienen radicales alcohol de 1 a 8 y, preferiblemente, de 1 a 4 átomos de carbono. - Estos ésteres de dialcohol incluyen, por ejemplo, el éster dimetilico, el éster dietílico, el éster dipropílico, o el éster dibutílico. 70.-

Las expresiones "alcohol polivalente" y "alcohol polivalente alifático saturado que tiene al menos tres grupos hidroxilo", tal como se usan en el presente invento, incluyen tanto alcoholes polivalentes en los cuales los grupos hidroxilo están conectados por una pluralidad de enlaces carbono con carbono así como alcoholes éteres que tienen al menos tres grupos hidroxilo. Entre los alcoholes polivalentes saturados alifáticos que tienen al menos tres grupos hidroxilo dentro del alcance del presente invento se incluyen, por ejemplo, glicerina, 1,1,1-trimetilos etano, 1,1,1-trimetilol propano, pentaeritrita, 80.- sorbita, manita, diglicerina o dipentaeritrita. 85.-

393780



La expresión "grupo funcional" tal como se usa en la presente solicitud pretende referirse a un grupo carboxilo (-COOH) un grupo éster (-COOR, donde R es un alcoholilo), o un grupo hidroxilo (-OH). La expresión "equivalente" tal como se usa en

90.- la presente solicitud se refiere al número de moles de una sustancia multiplicado por el número de grupos funcionales presentes en su estructura. Así, el número de equivalentes de tereftalato de dimetilo en una cantidad de tereftalato de dimetilo es el número de moles de tereftalato de dimetilo presente por

95.- dos. El número de equivalentes de glicerina presentes en una cantidad dada de glicerina es el número de moles de glicerina presentes en esa cantidad por tres. La expresión "equivalentes por ciento" según se usa en la presente solicitud se refiere al número de equivalentes de un reaccionante particular di-

100.- vidido por el número total de equivalentes de todas las sustancias reaccionantes por cien. Las composiciones empleadas en el presente invento se describen en función de equivalentes en lugar de hacerlo en moles, ya que los ingredientes que componen las resinas de poliéster reaccionan equivalente por equi-

105.- valente en lugar de mol por mol.

Las aminas terciarias usadas en el sistema de curado para las resinas de poliéster arriba citadas son quinoleína o aminas terciarias que tienen la fórmula general.



(1)

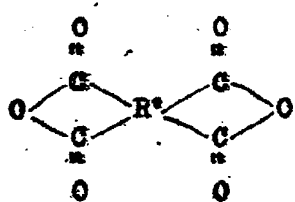
110.- donde R es un radical hidrocarbonado monovalente, por ejemplo, radicales alcoholilo, verbigracia metilo, etilo, propilo, butilo, octilo, etc. radicales arilo, por ejemplo, fenilo, naftilo, xililo, toliilo, etc. radicales alicohilo, por ejemplo bencilo, o fenetilo, radicales alquenoilo, por ejemplo, vinilo, o radi-

115.- cales alilo, radicales ciclo alcoholilo, por ejemplo ciclohexilo,

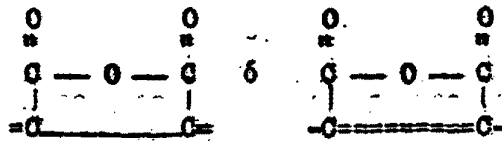


o radicales cicloheptilo, radicales cicloalquenilo, por ejemplo, ciclopentenilo, o radicales ciclohexanilo. Entre las aminas terciarias que pueden emplearse están, por ejemplo, trietil amina, tributil amina, triamil amina, metil dibutil amina, 120.- trifenil amina, tribencil amina o metil difenil amina. Para los fines de este invento, la expresión "amina terciaria" tal como aquí se usa pretende significar aminas de la fórmula 1 y quinoleína.

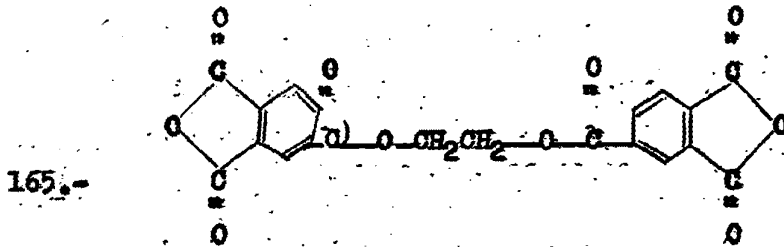
Los polianhidridos, por ejemplo, los dianhidridos de ácido 125.- tetracarboxílico útiles en la práctica del presente invento, se caracterizan por la fórmula siguiente:



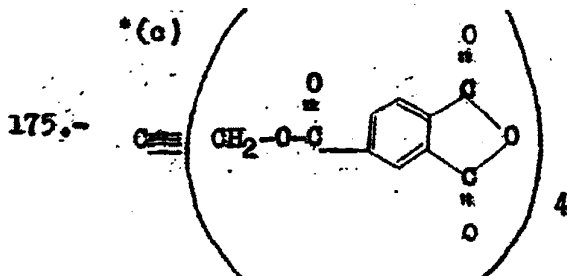
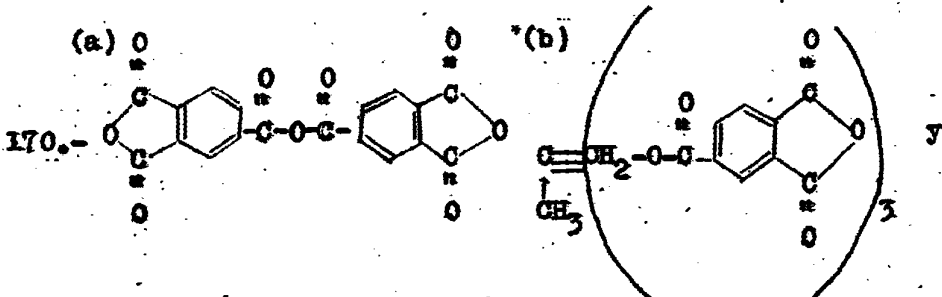
130.- donde R\* es un radical tetravalente que contiene al menos 2 átomos de carbono, estando no más de dos grupos carbonilo de dicho dianhidrido unidos a cualquier átomo de carbono de dicho radical tetravalente. Incluidos entre tales radicales están, 135.- por ejemplo, un radical derivado de o que contiene un grupo aromático, alifático, cicloalifático o combinación de grupo aromático y alifático, muchos ejemplos de los cuales han sido dados para R antes. Los dianhidridos preferidos son aquellos en los que los grupos R\* tienen al menos 6 átomos de carbono 140.- caracterizados por insaturación bencenoide, en los cuales cada uno de los 4 grupos carbonilo del dianhidrido está unido a un átomo de carbono separado del radical tetravalente, estando los grupos carbonilo en pares en los que los grupos de cada par están unidos a átomos de carbono adyacentes del radical 145.- R para dar un anillo de 5 miembros como sigue:



Ilustraciones de dianhidridos adecuados para su uso en el presente invento incluyen: dianhidrido piromelítico; dianhidrido 2,3,6,7-naftalin tetracarboxílico; dianhidrido 3,3'-4,4'-difenil tetracarboxílico; dianhidrido 1,2,5,6-naftalin tetracarboxílico; dianhidrido 2,2'-3,3'-difenil tetracarboxílico; dianhidrido de 2,2-bis(3,4-dicarboxifenil)propano; dianhidrido de bis(3,4-dicarboxifenil)sulfona; dianhidrido benzofenona tetracarboxílico; dianhidrido del ácido perileno 3,4,9,10-tetracarboxílico; dianhidrido de éter bis(3,4-dicarboxifenilico); dianhidrido de bis(3,4-dicarboxifenil)sulfona; dianhidrido del ácido etileno tetracarboxílico; dianhidrido 1,2,3,4-ciclopentano tetracarboxílico; dianhidrido de etileno-bis(trimelilato), que tiene la fórmula



anhidridos de las fórmulas





\* Estos polianhidridos pueden hacerse a partir de anhídrido trimelítico y triacetato de trimetilol etano (b) o tetra-acetato de penta-eritrita (c).

180.- La cantidad de la amina terciaria (o mezcla de aminas terciarias) que pueden emplearse en la práctica del presente invento pueden variarse ampliamente. A medida que aumenta la cantidad de aminas terciarias, la aceleración del curado y la consecución de una mayor resistencia a los disolventes se aumenta también. En general, podemos emplear, sobre base ponderal, de 0,01 a 10 partes y, preferiblemente, de 0,5 a 5 partes, de la amina terciaria por 100 partes de la resina poliéster (sobre base de sólidos secos). Dicho de otro modo, se prefiere que el peso de la amina terciaria fluctúe de aproximadamente 0,5 a 5%, en peso, referido al peso de la resina poliéster.

185.- El polianhidrido puede emplearse en cantidades también variables. La cantidad de polianhidrido usada puede variarse de modo más flexible que la amina terciaria y, ventajosamente, comprenda sobre base ponderal desde aproximadamente 0,1 a 25%, en peso, referido al peso de la resina poliéster y comprende preferiblemente desde aproximadamente 1 a 15%, en peso, referido al peso de la resina poliéster. No quedan excluidas las mezclas de los polianhidridos.

190.- La cantidad de amina y de polianhidrido usados dependerá de factores tales como el tipo de amina y de polianhidrido usados, la clase de poliéster o la aplicación considerada.

195.- La incorporación de la amina terciaria y del polianhidrido puede realizarse por cualquiera de varios modos distintos. Si se desea usar la resina poliéster en su estado seco pulverulento, sólo es necesario mezclar la resina poliéster con la amina y el polianhidrido en un equipo mezclador adecuado man-

200.-

205.-



- 303780
- 210.- teniendo la mezcla de tal modo que las partículas individuales de la resina poliéster se recubran íntimamente con la mezcla de la amina terciaria y el polianhídrido. Cuando se usen tales polvos para fines de aislamiento, por ejemplo, para recubrir estatores o motores, esto puede conseguirse ventajosamente fluidificando el polvo de poliéster con la amina terciaria y el polianhídrido añadidos a él, calentando el objeto que se desea recubrir a una temperatura de aproximadamente 150 a 250° C, sumergiendo el objeto calentado en el polvo, sacando el objeto del polvo con la capa adherente del polvo aislante y calentando luego el objeto recubierto a una temperatura de 150° a 350° durante un tiempo que oscila desde unos pocos segundos a uno o dos minutos para efectuar el flujo de las partículas individuales de polvo y la cohesión de las partículas para
- 215.- convertirlas en un recubrimiento homogéneo que, al mismo tiempo, por el tratamiento térmico, es curado de modo acelerado, mejorándose materialmente su resistencia a los disolventes. Las técnicas de rociado de polvos pueden usarse también, por ejemplo, el rociado por llama o el electrostático.
- 220.- Las resinas poliéster del presente invento que contienen la amina terciaria y el polianhídrido pueden emplearse también en la forma de soluciones para aislar conductores eléctricos. Así, la resina de poliéster con la amina terciaria y el polianhídrido pueden disolverse en disolventes adecuados, por ejemplo disolventes hidrocarbonados, metil-naftalina, cresoles, n-metil-2-pirrolidona, óxido mixto de bifenilo y difenilo, o dimetilacetamida y, mientras se mantiene la solución en la forma líquida, se hace pasar un conductor eléctrico, tal como un alambre de cobre o de aluminio, a través de la solución, una
- 225.- o más veces, y se calienta el conductor revestido a temperatu-
- 230.-
- 235.-



ras de aproximadamente 250° a 450°C durante tiempos que fluctúan desde unos pocos segundos hasta un minuto o más, hasta que el revestimiento se haya convertido en el estado sustancialmente infusible e insoluble. Los tejidos de vidrio o las esterillas de vidrio pueden tratarse de modo similar. La concentración de las soluciones del poliéster con el sistema de curado de este invento puede variarse ampliamente y comprende en general sobre base ponderal desde aproximadamente 10 a 40% de concentración de sólidos de la resina de poliéster y del sistema de curado en el disolvente usado.

El método de aplicar soluciones de la resina poliéster a alambre comprende hacer pasar el alambre a través de la solución de resina por una hilera adecuada y luego por un horno mantenido a una temperatura elevada para curar la resina que está sobre el alambre. Si se desea, el alambre puede hacerse pasar por la solución de resina y por la hilera varias veces y por el horno después de cada pasada por la solución de resina. Esto dará una mayor acumulación del esmalte que la que puede obtenerse con sólo una pasada por la solución de resina.

La velocidad a la cual el alambre es hecho pasar por la solución de resina y la temperatura a la cual es mantenido el horno dependen de la particular solución de resina empleada, del espesor de la capa de esmalte deseado, de la longitud del horno en el cual se cura el alambre revestido, y del peso molecular de la resina usada en la operación de revestimiento.

Cuando las resinas de poliéster en estado curado han de emplearse como aislamiento para ramuras y en máquinas eléctricas, es necesario formar hojas curadas de película de las resinas. Esto se consigue por métodos de formación de películas tales como colada de una solución de la resina y calen-



tamiento de la solución colada para que se expulse el disolvente por secado y se cure la resina. Las películas pueden formarse también extruyendo soluciones viscosas de la resina dentro de una cámara de caldeo en la que tiene lugar el curado. Estas películas pueden usarse como aislamiento para ranuras en máquinas dinamoeléctricas recubriendo las ranuras de inducidos con la película y colocando el arrollamiento aislado dentro de las ranuras revestidas. Estas películas pueden usarse también como material dieléctrico en condensadores y son de valor particular para uso en condensadores del tipo de papel de aluminio.

A fin de que los expertos en la técnica puedan comprender mejor cómo puede practicarse el presente invento, se dan los ejemplos siguientes. Todas las partes son en peso, a menos que se designen de otro modo.

Ejemplo 1

Se preparó una resina poliéster a partir de los siguientes ingredientes:

	<u>Equivalentes por ciento</u>
282.- Tereftalato de dimetilo.....	46
Etilenglicol.....	31
Glicerina (95%).....	23

Estos ingredientes, junto con xileno, se añadieron a un matraz de tres bocas y tres litros, provisto de termómetro, agitador y columna Vigreux. Al aparato se conectaron medios para separar azeotrópicamente el agua a medida que se formaba en la reacción. Durante toda la reacción se mantuvo una atmósfera de nitrógeno sobre la mezcla de reacción. La mezcla se calentó durante 30 minutos en cuyo tiempo la temperatura subió a unos 130°C y el agua y el xileno se destilaron azeotrópicamente



300.- desde el sistema. En este momento se añadió 0,05% de acetato de plomo (para acelerar la reacción de alcoholisis) referido al peso del tereftalato de dimetilo, y el calentamiento se continuó durante tres y media horas más hasta que se alcanzó una temperatura final de unos 240°C. La resina de poliéster así obtenida y a la que en lo que sigue nos referiremos de este modo, se aisló en forma de polvo seco volatilizándolo cualquier xileno o agua remanentes presentes en ella.

305.- Los siguientes ejemplo ilustran la mejora de la insolubilidad en el uso de la mezcla de la amina terciaria y el polianhídrido en contraste con la omisión de este sistema de curado o con el empleo del polianhídrido solo. La amina sola no provocó aceleración del curado respecto a las resinas poliéster libres de la amina.

310.- Para evaluar y comparar la solubilidad de las diversas formulaciones, se estableció un ensayo de solubilidad en cloroformo como sigue para determinar el grado de curado de los sistemas de aceleración del curado que usan el polianhídrido y la amina terciaria como sistema de curado. El aumento en la

315.- insolubilidad de la formulación de resina se midió en función del tiempo. Así, la resina de poliéster, polianhídrido (el agente de reticulación real) y la amina terciaria aceleradora, se pesaron y se mezclaron entre sí moliendo la mezcla a fondo hasta polvo fino. Aproximadamente 0,7 gramos de este polvo se

320.- pesaron como capa delgada en una copa de aluminio y la copa se dispuso en un hornillo con termostato a una temperatura de 220°C ( $\pm$  0,5°C) durante un minuto. Luego, se retiraron 0,4 gramos de la resina curada y se pesaron en otra copa de aluminio. Se añadió entonces un total de 15 c.c. de cloroformo

325.- a la copa que se cubrió y la mezcla de la resina curada y el

303780.5



330.- cloroformo se dejó reposar durante 22 horas a temperatura ambiente (27°C). Luego, el cloroformo se eliminó por filtración, el residuo se lavó con cloroformo adicional, el residuo insoluble remanente se calentó a 100°C durante una hora para eliminar cualquier cloroformo residual y el peso de la resina insoluble se determinó entonces y se calculó correspondientemente el porcentaje de resina insoluble. Los resultados obtenidos de este modo eran reproducibles con una exactitud de  $\pm 0,3\%$ .

Ejemplo 2

335.- En el presente ejemplo, la cantidad de amina terciaria usada se varió como se muestra en la siguiente Tabla I mientras la cantidad de polianhidrido, en este caso anhídrido pimelítico, fué igual a 10%, en peso, del peso de la resina poliéster. Más particularmente, 10 partes del dianhidrido pimelítico se usaron por 100 partes de la resina poliéster del Ejemplo 1. La dimetil cocoamina usada en los siguientes ejemplos es una amina terciaria fabricada por Armour Industrial Chemical Company, filiar de la Armour Company, de Chicago, Illinois (EE.UU.), bajo la denominación Armeen-DMCD y  
340.- tiene la fórmula  $(CH_2)_2NR''$  donde R'' es una mezcla de radicales hidrocarbonados alifáticos saturados de longitud de cadena  $C_2-C_{18}$ , compuesta de modo que toda la amina terciaria tenga un peso molecular medio igual a 228. La Tabla I siguiente muestra la cantidad de amina terciaria usada (calculada de modo que el contenido de nitrógeno fuera constante para todas  
345.- las muestras, es decir, de aproximadamente 0,09 partes de nitrógeno por 100 partes de resina) y el porcentaje de material insoluble (como resultado de realizar el mencionado ensayo de solubilidad con cloroformo antes descrito) después de un minuto a 220°C.  
350.-  
355.-



T A B L A I

Muestra N <sup>o</sup> .	Amina terciaria	Concentración de amina terciaria, partes.	Porcentaje de resina insoluble.
1	Ninguna	-	9
2	tribencilamina	1,9	29
360.- 3	dimetiloctadecilamina	2,0	30
4	triamilamina	1,5	30
5	dimetildodecilamina	1,4	36
6	dimetil-cocoamina	1,5	37
* 7	bencildimetilamina	0,9	33
365.- 8	quinoleína	1,0	35

\* Dispersada en 5,1 partes de un tamiz molecular.

Ejemplo 3

En este ejemplo, se prepararon formulaciones similarmente al Ejemplo 2 con la excepción de que se usaron aminas primarias y secundarias así como otros tipos de aminas terciarias que no están dentro del alcance del presente invento, como aceleradores para el dianhidrido piromelítico. En cada caso, la mezcla de los ingredientes (con inclusión de la resina poliéster del Ejemplo I), las proporciones, la cura y ensayo de los productos resultantes fueron los mismos que en el Ejemplo 2. Los resultados de estos ensayos se muestran en la siguiente Tabla II.

T A B L A II

Muestra N <sup>o</sup> .	Amina	* Concentración de amina, partes	Porcentaje de resina insoluble
380.- 9	Dibencilamina	1,5	20
10	Monobencilamina	0,7	15
11	2,5-dimetilpiperazina	2,2	18

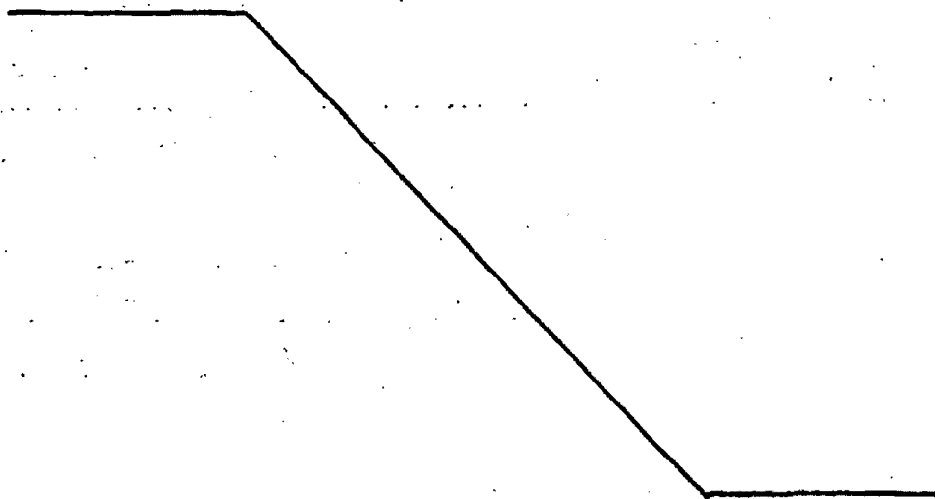
\* Por 100 partes de resina poliéster del Ejemplo 1 y 10 partes dianhidrido piromelítico.



303780

385.- Ejemplo 4

Este ejemplo ilustra las mejoras a obtener por el uso de una amina terciaria con diversos anhídridos. El ejemplo muestra asimismo el efecto de usar un mancoanhídrido, específicamente anhídrido ftálico, en contraste con los polianhídridos reivindicados en el presente invento. Con el fin de ilustrar mejor los perfeccionamientos que se derivan del uso de la amina terciaria, en este caso dimetil coccamina, con los diversos anhídridos, resultó deseable establecer el porcentaje de material insoluble obtenido tanto con como sin la dimetil coccamina. Por consiguiente, el curado se realizó también sobre muestras durante un minuto a 220°C conteniendo sólo el anhídrido así como sobre muestras que contenían tanto el anhídrido como la amina. El porcentaje de resina insoluble determinado en ausencia de la amina terciaria fué identificado como porcentaje con curado cero. Se observará que cuando se añadió la dimetil coccamina, la diferencia de insolubilidad entre la obtenida sin la amina terciaria y la obtenida en presencia de la amina terciaria fué muy importante, como se mostrará por la siguiente Tabla III. Todas las operaciones de mezcla, ensayo y evaluación se hicieron análogamente al Ejemplo 2.



T A B L A

303780-5 SEP



Muestra N <sup>o</sup> .	Anhídrido	Partes de anhídrido *	Partes de dimetil cocoamina	Porcentaje con curado cero.	Porcentaje de resina insoluble.
410.- 12	anhídrido ftálico	13,6	-	7,0%	6,5%
13	Id.	13,6	1,5	7,0%	6,7%
14	Dianhídrido de para-fenilen-bis-(trimelitato)	21,0	-	12,0%	15,2%
415.-					
15	igual que en la muestra N <sup>o</sup> . 14	21,0	1,5	12,0%	24,7%
16	Dianhídrido piromelítico	10,0	-	6,2%	9,0%
420.- 17	Id.	10,0	1,5	6,2%	37,0%

\* Por 100 partes de resina poliéster del ejemplo 1.

Ejemplo 5

Este ejemplo ilustra la capacidad para aprovechar el curado rápido de las resinas poliéster por medio del acelerador de amina para recubrir diversos objetos con polvos que comprenden las resinas de poliéster y nuestro citado sistema de curado y calentando luego el objeto recubierto a temperaturas elevadas durante cortos períodos de tiempo para efectuar la agrupación de las partículas de polvo y curar la resina. Más particularmente, se preparó una mezcla seca de 100 partes de la resina poliéster del Ejemplo 1, 50 partes de sílice de combustión finamente dividida, 10 partes de dianhídrido piromelítico y 0,9 partes de tribencil amina. Núcleos de estator recocidos (que se usan en motores de fracción de caballo) se recubrieron en la forma siguiente hasta un espesor de 0,25 a 0,30 mm. Los núcleos se calentaron a 220°C y se sumergieron en la formulación de polvo antes mencionada en un aparato de lecho fluido y luego se sacaron.

303780

5 SEP



Después de una cocción de cinco minutos a 220°C, los núcleos se dejaron enfriar a temperatura ambiente en cuyo momento se notó que las partículas de polvo se habían agrupado para dar una película fina y homogénea, curada y fuertemente adherida.

440.- La resistencia al impacto de la película obtenida por el mencionado procedimiento se ensayó y evaluó por la prueba de impacto variable Gardner para recubrimientos sobre bases metálicas. Este ensayo mide la resistencia al impacto de películas delgadas (0,25-0,38 mm.) sobre bases metálicas. El ensayo

445.- se realiza dejando que un peso que cae desde una altura conocida choque con la superficie del recubrimiento. Así, los kilogrametros de fuerza necesarios para producir un fallo de la película pueden ser obtenidos. Un fallo de la película se define como el punto en el cual la película ya no es sana desde

450.- el punto de vista eléctrico cuando se ensaya con una bobina productora de chispas. Como resultado del citado ensayo de impacto, se encontró que la resistencia al impacto del núcleo de estator era de 1,65 kilogrametros, estableciendo claramente un sistema muy reticulado para la resina de poliéster. Cuando

455.- se realizó el mismo procedimiento para recubrir el núcleo de estator en el polvo de poliéster empleando sólo el dianhidrido piromelítico sin la amina, y el núcleo de estator revestido se calentó durante 5 minutos a 220°C, la resistencia al impacto resultó ser de sólo 0,27 kilogrametros. Sustituyen-

460.- do la tribencilamina por 1,35 partes de dimetil cocamina se obtuvo una resistencia al impacto de 1,26 kilogrametros.

Será evidente, por supuesto, para los expertos en esta técnica, que, además de las aminas terciarias y de los polianhidridos empleados en los anteriores ejemplos, pueden emplearse

465.- otras aminas terciarias de la clase seleccionada y otros poli-

373780<sup>5</sup> SE



anhidridos, sin apartarse por ello del alcance del invento. Las resinas de poliéster usadas pueden variarse también dentro de los límites de los ingredientes usados para hacer tales resinas de poliéster. La proporción de los ingredientes puede modificarse dentro de amplios límites y los ejemplos o descripciones no han de interpretarse en sentido restrictivo en cuanto a las proporciones de los ingredientes.

Aunque la utilidad de las resinas de poliéster de nuestro invento ha sido descrita principalmente en términos de aplicaciones eléctricas, debe entenderse que estas resinas podrán usarse en todas las otras aplicaciones adecuadas para las resinas sintéticas. Así, estas resinas pueden emplearse en aplicaciones de recubrimientos protectores aplicando la resina en un disolvente adecuado a una superficie a brocha o con pistola con curado subsiguiente. Cuando se usan como revestimiento protector, estas resinas tienen notable resistencia a la intemperie y no se cambian de color después de prolongados períodos de exposición a temperaturas elevadas. Estas resinas pueden emplearse también en formulaciones de barnices y pinturas. Estas resinas pueden usarse también en formulaciones de polvos de moldeo mezclándolas con diversas cargas tales como harina de madera, tierra de diatomeas o sílice o carbón. Estas resinas son útiles también como impregnantes y como materiales de unión para estratificados metálicos y fibrosos.

Las resinas de poliéster del presente invento pueden mezclarse y curarse con cantidades pequeñas de otras resinas tales como resinas de melamina-formaldehído, resinas epoxídicas tales como el producto de la reacción de epilolorhidrina y bisfenol A, resinas de fenol-formaldehído, resinas de anilina-

3037805 SEP



formaldehilo, resinas de urea-formaldshido, resinas de silico-  
na, resinas de acetato de celulosa, resinas de poliamida, re-  
sinas vinilicas, resinas etilénicas, resinas estirémicas, o  
resinas de butadieno-estireno.

500.- En la anterior descripción y en los ejemplos, hemos des-  
crito la preparación de las resinas poliéster del presente in-  
vento a partir de una mezcla de ingredientes que incluyen un  
éster dialcohílico inferior de ácido tereftálico o ácido isof-  
tálico. Sin embargo, debe entenderse que en lugar del éster  
505.- de dialcohol inferior, podemos usar el propio ácido, el clo-  
ruro del ácido, o el semiéster del ácido; pero preferimos usar  
el éster de dialcohol inferior al hacer la resina de poliés-  
ter a causa de la mayor insolubilidad y reactividad del diés-  
ter que del propio ácido o sus otros derivados.

510.- El uso de derivados de las aminas mencionadas, por ejem-  
plo, sales, tales como clorhidrato de tributil amina, o aceta-  
to de triamil amina; bases de amonio cuaternario de las ami-  
nas, como hidróxido de bencil trimetil amonio, o metóxido de  
bencil trimetil amonio, que se descomponen para dar aminas  
515.- (que son los eficaces agentes de aceleración del curado), en  
lugar de las propias aminas, no queda excluido.

N O T A.-

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan,  
para que sean objeto de esta Patente de Invención en España,  
520.- por veinte años, son los siguientes:

1º.- Un método para la fabricación de una resina de po-  
liéster, obtenida a partir del producto de reacción de un és-  
ter dialcohílico de ácido tereftálico y/o ácido isoftálico,



etilenglicol, y un alcohol polivalente alifático saturado,

525.- que tiene al menos tres grupos hidroxilo, caracterizado porque con dicha resina de poliéster se mezclan un polianhidrido y una amina terciaria tal como quinoleína, o aminas que tienen la fórmula  $R_3N$ , donde R es un radical hidrocarbonado monovalente.

530.- 2ª.- Un método según el punto 1ª, caracterizado porque la resina poliéster es el producto de la reacción al calor de (a) 25 a 56 equivalentes por ciento de un éster dialcohólico inferior de ácido tereftálico y/o ácido isoftálico, (b) de 15 a 46 equivalentes por ciento de etilenglicol, y (c) de 13 a 44 equivalentes por ciento, aproximadamente, de un

535.- alcohol polivalente alifático saturado que tiene al menos tres grupos hidroxilo, siendo igual a 100 equivalentes por ciento la suma de equivalentes por ciento de a), b) y c), (2) dianhidrido piromalítico y (3) tribencil amina.

540.- 3ª.- Un método según el punto 1ª, caracterizado porque la amina terciaria es dimetil dodecil amina, dimetil cococamina, bencil dimetil amina, quinoleína o triamil amina.

4ª.- Un método según el punto 1ª, caracterizado porque el polianhidrido es dianhidrido de p-fenilen-bis(trimelitato)

545.- y la amina terciaria es dimetil cococamina.

5ª.- "UN METODO PARA LA FABRICACION DE UNA RESINA DE POLIESTER", todo tal y conforme se describe en la presente Memoria, la cual consta de 548 líneas.

Madrid,

GENERAL ELECTRIC COMPANY.