

26 ENE 1965

308558

P - 28.221



WE-35707

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en Pittsburgh, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE COMPOSICIONES ADHESIVAS SENSIBLES A LA PRESION TERMOENDURECIBLES"

Esta invención se refiere a adhesivos y a cintas adhesivas termoendurecibles sensibles a la presión, y en particular concierne a cintas de aislamiento eléctrico que sean de alta y excepcional estabilidad térmica.

5 Las cintas sensibles a la presión comercialmente asequibles son de dos tipos generales. El primero emplea películas termoplásticas, particularmente las basadas en policloruro de vinilo y copolímeros de cloruro de vinilo con otros monómeros. Las cintas adhesivas con respaldo de vini-



lo tienen ciertas limitaciones térmicas, sin embargo, debido al carácter termoplástico del respaldo del polímero y también a las características de degradación térmica de compuestos de vinilo cuando son expuestos a elevadas temperaturas durante largos periodos de tiempo. En general tales cintas no pueden utilizarse a temperaturas superiores a 100°C.

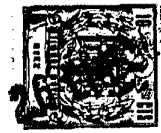
El segundo tipo de cintas comercialmente asequible para fines de aislamiento es una cinta de caucho-silicona termoendurecible sensible a la presión. Aunque este tipo tiene excelentes características de estabilidad térmica, tiene además muchas limitaciones restrictivas entre las cuales están el elevado coste, poca resistencia a la penetración del aceite, poca resistencia a los disolventes, y no puede utilizarse con seguridad en un equipo de corriente continua.

El objeto principal de la presente invención es crear un adhesivo termoendurecible sensible a la presión, y una cinta que incluye el adhesivo, que puede ser utilizada para fines de aislamiento eléctrico, que tiene una excelente capacidad de adaptación o conformación, que se suelda automáticamente al aplicar calor, de bajo coste, los cuales pueden ser utilizados durante largos periodos de tiempo a temperaturas muy altas, tienen buena resistencia eléctrica, excelente resistencia química y a la humedad.

La invención radica en una composición adhesiva sensible a la presión, termoendurecible que comprende una mezcla interna de un material resinoso de poliéster saturado parcialmente reticulado una resina butilada de melamina-formaldehído, una resina de etoxilina, un agente que proporciona flexibilidad y un inhibidor de oxidación.

La invención radica también en un método de preparar

3 08558



tal composición adhesiva termoendurecible en una cinta adhesiva sensible a la presión que utiliza tal composición y en un conductor eléctrico revestido por tal composición.

5 Más específicamente, la composición adhesiva está comprendida generalmente por una resina de poliéster saturado, una resina de melamina-formaldehído, una resina de etoxilina, un agente para dar flexibilidad reactivo con los hidroxilos, de elevado peso molecular, y un antioxidante, y un disolvente y cargas minerales, si se desea. El producto resultante
10 es un adhesivo sensible a la presión termoendurecible que tiene buena vida de almacenaje, cura a buena velocidad en secciones gruesas, y es otra manera de gran utilidad para aplicaciones de aislamiento y además es de coste modesto.

15 El material base de poliéster saturado es hecho específicamente a partir de una composición que incluye al menos un poliol de bajo peso molecular, tal como un compuesto orgánico alifático trivalente, al menos un compuesto orgánico aromático de bajo peso molecular que contiene dos grupos funcionales, tales como OH y COOH, un aceite tal como un
20 aceite de ricino deshidratado y un ácido dicarboxílico aromático. Por saturado queremos indicar la ausencia de insaturación olefínica excepto para la pequeña cantidad en el aceite; un aromático insaturado no es reactivo y no es considerado. Estos materiales son hechos reaccionar entre sí en relaciones que dan por resultado algunos grupos funcionales que
25 quedan para una reacción posterior, y la resina resultante es combinada después con los otros componentes según se representa detalladamente a continuación.

30 El compuesto alifático trivalente utilizado para hacer el poliéster está saturado y contiene de 3 a 7 átomos de car

3 0 8 5 5 8



5 bono. Los materiales típicos que pueden utilizarse son pro
panotriol, butanotriol, trimetiloletano, y similares, sien-
do preferido glicerol. Si bien la cantidad del compuesto tri-
valente utilizada depende de la cantidad de los otros ma-
teriales presentes, constituye generalmente aproximadamente
un 15 a un 30% en peso de los componentes reactivos emplea-
dos para hacer el poliester saturado.

10 El compuesto aromático difuncional es utilizado en
una cantidad de 15 a 20% en peso. Pueden ser utilizados áci-
do salicilico y otro derivado hidroxilado de ácido benzoico
que contenga de 7 a 9 átomos de carbono por molécula. Otros
componentes empleados para formar el poliester incluyen un
ácido dicarboxilico aromático y un aceite. Aceite de ricino
deshidratado y aceite de semilla de soja constituyen los
15 aceites preferidos que pueden utilizarse y éstas normalmen-
te están presentes en una cantidad de aproximadamente 25 a
40% de los componentes reactivos totales empleados en la
preparación del poliester. Acido isoftálico, ácido ftálico,
ácido tereftálico y otros derivados de acidos dicarboxilicos
20 del benceno que tienen 8 a 12 átomos de carbono por molécu-
la constituyen el componente de ácidos aromáticos para esta
reacción. Adecuadamente este ácido comprende un 25% a 40%
en peso del total.

25 Además de lo anterior, pueden utilizarse en pequeñas
cantidades convencionales, si se desea, diversos iniciado-
res de reacción aceleradores, catalizadores y similares.
Adecuadamente, el aceite deshidratado y parte del compuesto
poliol hidratado son, primeramente mezclados y hechos reac-
cionar, preferiblemente con una pequeña cantidad de un ini-
ciador de reacción, tal como, por ejemplo, un hidróxido al-
30

3 0 8 5 5 8



calinotérreo, por ejemplo, 0,01 a 0,5 partes de hidróxido
cálcico. La reacción tiene lugar aproximadamente en 1/2 a 2
o más horas a una temperatura elevada de aproximadamente 150°
a 300°C, al tiempo que se agita. Después los componentes res
5 tantes son añadidos junto con un catalizador, tal como un
titanato de alcohol inferior, por ejemplo, 0,1 a 1 parte de
titanato de isopropilo. Un medio de reacción, tal como un
xileno u otro disolvente orgánico, es incluido adecuadamente
y la reacción se continua durante aproximadamente 2 a 10 o
10 más horas a una temperatura de aproximadamente 150° a 300°.
La mezcla de reacción es agitada y puede practicarse una des
tilación azeotrópica.

El poliéster comprende generalmente aproximadamente
65 a 85% en peso de la mezcla de resina total, sobre una ba
15 se libre de carga y libre de disolvente. Además, y sobre la
misma base, son incluidas aproximadamente 3 a 10% en peso de
una resina de etoxilina, aproximadamente 3 a 8% en peso de
una resina de melamina-formaldehido, aproximadamente 3 a 7%
en peso de extendedores del aceite, tales como aceite de ri-
20 cino, y 1 a 4% en peso de un inhibidor de oxidación. El acei
te de ricino sirve para proporcionar flexibilidad al produc-
to resultante. Pueden utilizarse tambien otros agentes para
dar flexibilidad de cadena larga, y deberán tener algunos ex
tremos reactivos para proporcionar un enlace químico. Puede
25 ser incluido aceite de pino, pero no es esencial; dicho acei
te da unas deseables propiedades reológicas para la aplica-
ción de la resina a un sustrato. Todos estos componentes
son comercialmente asequibles. Una resina adecuada de mela-
mina-formaldehido, que actua como un agente de reticulación
30 durante un curado final es una resina butilada de melamina-



formaldehído. Un producto típico que puede utilizarse, es obtenido haciendo reaccionar melamina con formaldehído en una relación de aproximadamente 5 a 6 moles de formaldehído por mol de melamina seguido por la butilización con alcohol butílico. Puede utilizarse un exceso de butanol, y adecuadamente es activado ligeramente, por ejemplo, con ácido mineral, para acelerar la reacción. En el producto de reacción, generalmente están presentes aproximadamente 1 a 2 moles de butanol por mol de melamina.

La resina epoxi o de etoxilina es utilizada también como agente de reticulación y ésta, además es comercialmente asequible, y las propiedades y métodos de fabricación de tales materiales están universalmente disponibles en la literatura técnica publicada. Sin embargo, en general estos materiales son preparados haciendo reaccionar un fenol polivalente y una epihalohidrina. Por ejemplo puede ser hecho reaccionar bisfenol A con epiclorohidrina en exceso para obtener una resina líquida. Comúnmente es utilizado un medio acuoso de reacción alcalina y resulta un epóxido polimero resinoso que incluye 1 o más grupos hidroxilo por molécula y un promedio de más de 1, pero no más de dos grupos epoxi por molécula. La reacción se realiza normalmente a una temperatura del orden de 50° a 100°C durante una o más horas. Las resinas de etoxilina utilizadas en la presente invención tienen generalmente un peso equivalente de epóxido de aproximadamente 180 a 2.000, y un peso molecular medio de aproximadamente 350 a 3.000. Pueden emplearse también otros epóxidos u otras resinas de reticulación.

Los extendedores típicos del aceite empleados como agentes para dar flexibilidad son aceite de ricino, aceite

3 0 8 5 5 8



de soja y similares. El termoendurecimiento de la composición es obtenido mediante una combinación de mecanismos de radicales libres e iónicos que actúan al ser expuestos al calor y al aire o a otro oxígeno molecular. Consecuentemente, es incluido un antioxidante que funciona para interrumpir temporalmente las cadenas de radicales y para aumentar el periodo de inducción, y prolongar así la vida útil de la composición en estado no curado.

Cargas minerales convencionales, pigmentos y similares, así como sus mezclas, pueden incluirse también para reducir el gasto de conjunto y para comunicar una estabilidad térmica adicional. Óxido de hierro, óxido de magnesio, alúmina, sílice, negro de carbón, carbonato de calcio, talco y materiales similares, son útiles para este propósito, y generalmente son incluidos en cantidades, basadas en el contenido de sólidos de la mezcla resultante, de aproximadamente 20 a 40% en peso. Estos materiales son utilizados en forma finamente dividida, por ejemplo, todos de un tamaño de tamiz aproximadamente inferior a 149 micras o menor.

Muchos de los componentes anteriores son manipulados más fácilmente en forma de solución, y, por lo tanto, se introducen, por esto, disolvente. Un disolvente adicional, tal como, xileno, tolueno, etc., puede ser incluido para facilitar la mezcla de los diversos componentes y la aplicación subsiguiente. El adhesivo es preparado adecuadamente mezclando los diversos componentes en un molino de bolas o un dispositivo similar durante un largo periodo a temperatura ambiente.

Los adhesivos de la presente invención son aplicados a miembros o cintas de soporte o de respaldo, y la cinta re



sultante es utilizada despues en aplicaciones eléctricas.

5 Una de las ventajas de la invención está determinada por
altas temperaturas a las que puede ser utilizado con éxito
el adhesivo. Consecuentemente, el miembro o cinta de respal
do utilizado tiene que ser capaz de resistir las temperatu-
ras de trabajo consideradas. Una cinta de un espesor de
aproximadamente 0,0254 a 0,508 mms compuesta por fibras de
vidrio o mezclas de fibras de vidrio y Dacron ha sido emplea-
da con éxito. La cinta es revestida por inmersión, pintado
10 métodos similares seguidos por calentamiento a moderada tem-
peratura para ayudar a evaporar el disolvente.

En el dibujo adjunto, la figura es una vista en pers-
pectiva de un cable de plomo aislado con una cinta adhesiva
sensible a la presión de la invención. Al aplicar el adhesi-
vo, la cinta adhesiva 10 es enrollada en torno al cable 12
15 usualmente por sucesivas vueltas semisolapantes. El cable 12
puede ser un cable de plomo, un conductor de cobre u otro
miembro y puede ser de sección transversal circular o rectan-
gular. Si se desea, puede emplearse una pluralidad de capas
de vueltas. Después de esto, la cinta es curada por calenta-
20 miento a una temperatura de aproximadamente 130°C a 200°C du-
rante 2 a 10 horas o más. Entre otras propiedades deseables
del adhesivo resultante está su flexibilidad, y por consi-
guiente el conductor aislado curado puede ser manejado sin
25 destruir el aislamiento.

La invención será descrita además en unión con las si-
guientes ejemplos específicos, en los cuales los detalles se
dan por vía de ilustración y no por vía de limitación.

Ejemplo I

30 La resina de poliester saturado fué preparada de la si

3 0 8 5 5 8



5 guiente manera. Una mezcla en peso de 34,2 partes de aceite de ricino deshidratado, 10,7 partes de glicerina y 0,035 partes de hidróxido cálcico fué cargada en un recipiente de reacción y calentada durante 1,5 horas a 240°C, al tiempo que era agitada y rociada con nitrógeno. Luego, 12,3 partes de glicerina, 21,4 partes de ácido salicílico, 32,2 partes de ácido isoftálico, 0,5 partes de titanato de isopropilo y aproximadamente 20 partes de xileno fueron añadidas a la masa de reacción y la mezcla fué tratada azeotrópicamente, utilizando una decantación continua para separar agua de reacción y devolver xileno de reflujo al recipiente, durante aproximadamente 4,5 horas a una temperatura en el margen de 200°C a 235°C con rociamiento con nitrógeno y agitación rápida. La reacción está acabada cuando la viscosidad de control de un 50% en peso de solución de poliéster en xileno mide S-T, Gardner-Holdt. En este punto es añadido a la alquida resultante para dar una solución que contenga un 67% en peso de sustancias no volátiles.

10

15

20 Un revestimiento aislante para la cinta fué preparado como en los dos ejemplos siguientes.

Ejemplo II

25 En un molino de bolas fueron cargadas 43,80 partes de la solución de la resina del ejemplo I, 2,25 partes de pigmento de óxido de hierro, 11,40 partes de talco en polvo, y 2,40 partes de una solución al 50% de trimetil dihidroquinolina polimerizada en xileno, teniendo la resina un peso específico de 1,08 y un margen de punto de fusión de 100°C a 120°C (resina Agerite D, Vanderbilt Chemical Co.). Además

30 fueron incluidas 1,20 partes de aceite de pino y 23,70 par-

3 0 8 5 5 8



tes de xileno; y esto fué molido durante 16 horas. A conti-
nuación, 3,39 partes de una resina aromática líquida que tie-
ne una viscosidad de aproximadamente 10,000 a 20.000 centipoi-
ses a 23°C y un peso equivalente de hidroxilo de 85 (Epon
5 828, Shell Chemical Co.), 2,02 partes de aceite de ricino
y 3,05 partes de una solución al 65% de resina butilada de
melamina-Formaldehido en xileno (Resimene 882, Monsanto) fue-
ron añadidas y molidas en el molino de bolas durante 15 mi-
nutos adicionales.

10 Partiendo del procedimiento, materiales y cantidades
que se acaban de indicar es hecha una segunda e importante
resina con la excepción de que solamente se utiliza la mi-
tad del xileno.

15 Ejemplo III

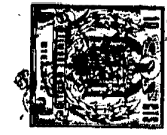
Una cinta de fibras de vidrio tejidas, midiendo 35,56
x 1,8 x 0,018 cms. fué tratada después con el material resul-
tante del ejemplo II. El tejido fué revestido por inmersión
y el disolvente evaporado a temperaturas de 100°C a 125°C. El
20 procedimiento fué repetido después con la cinta resultante
que midió 0,28 mms. La cinta final era ligeramente pegajosa
y presentaba excelentes propiedades de sensibilidad a la pre-
sión evidenciadas por una buena adherencia a si misma y al
cobre.

25

Ejemplo IV

Las barras de cobre rectangulares miden 15,24 x 0,95
x 1,6 cms y fueron aisladas después con una sola capa semi-
solapante de la tira del ejemplo III y curadas durante 5 ho-
30 ras a 150°C. La cinta presentaba una excelente adaptación

3 0 8 5 5 8



a las esquinas vivas sin holgura y el aislamiento curado era extremadamente denso y estaba desprovisto de espacios vacíos. Las barras aisladas tenían una resistencia eléctrica de 10 KV (aumento rectilíneo eficaz a 60 ciclos y 0'5 KV/seg.).

5 Después de ser sumergidas en agua hirviendo durante 72 horas, las barras de ensayo por duplicado fueron ensayadas eléctricamente otra vez y se encontró que tenían una resistencia eléctrica de 8 KV, lo cual indicó una excelente estabilidad hidrolítica.

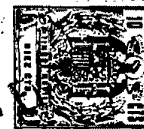
10 Otros numerosos ejemplos fueron hechos en los que fué utilizada una amplia variedad de cargas con un éxito completo. Las cintas preparadas a partir de ellos y subsiguientemente aplicadas a conductores de cobre y plomo tenían características de resistencias a la perforación de 8 a 12 KV incluso después de la inmersión en agua hirviendo durante tres días. Por esto, es evidente que el adhesivo proporciona un aislamiento muy eficaz a elevadas temperaturas a bajo coste. Los ensayos han mostrado que esta invención encontrará utilización en aplicaciones de la clase F de modo que aisle satisfactoriamente durante al menos 10 años a una temperatura del orden de 68°C.

20 La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 27 de enero de 1.964, bajo el número 340.278, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

308558

26



N O T A

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

10 1.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones adhesivas sensibles a la presión termoendurecibles que comprenden una mezcla íntima de un material resinoso de poliéster saturado parcialmente reticulado, una resina butilada de melamina-formaldehído, una resina de etoxilina, un
15 agente para dar flexibilidad y un inhibidor de oxidación.

 2.- Mejoras según el punto 1, según las cuales dicho material resinoso de poliéster saturado parcialmente reticulado comprende el producto de reacción de 15 a 30% de al
20 menos un compuesto orgánico alifático saturado trivalente que contiene 3 a 7 átomos de carbono por molécula, 15 a 25% en peso de un derivado hidroxilado de ácido benzoico, 25 a 40% en peso de un aceite natural deshidratado y 25 a 40% en peso de un ácido dicarboxílico aromático.

 3.- Mejoras según el punto 2, según las cuales dicho
25 material resinoso de poliéster saturado parcialmente reticulado es obtenido por reacción en presencia de una pequeña cantidad de un catalizador a una elevada temperatura hasta aproximadamente 300°C.

 4.- Mejoras según los puntos 1, 2 ó 3, según las cuales
30 dichas composiciones comprenden sobre una base libre de

3 08558



5 disolvente y de carga, en peso, de 65 a 85% de dicha resina de poliester saturado parcialmente reticulado, aproximadamente 3 a 10% de dicha resina de etoxilina, aproximadamente 3 a 8% de dicha resina de melamina-formaldehido, aproximadamente 3 a 7% de dicho agente para dar flexibilidad y 1 a 4% de dicho inhibidor de oxidación.

5.- Mejoras según cualquiera de los puntos precedentes según las cuales dichas composiciones comprenden una solución en una disolvente aromático.

10 6.- Mejoras según cualquiera de los puntos precedentes, según las cuales dicho agente para dar flexibilidad es un compuesto de elevado peso molecular que reacciona con hidroxilos.

15 7.- Mejoras según cualquiera de los puntos precedentes, según las cuales dicho agente para dar flexibilidad es un aceite para dar flexibilidad.

20 8.- Mejoras según cualquiera de los puntos precedentes, según las cuales dicha resina de etoxilina tiene un peso equivalente de epoxido de aproximadamente 180 a 2000 y un peso molecular medio de aproximadamente 350 a 3.000.

25 9.- Mejoras introducidas en la preparación de cintas adhesivas sensibles a la presión, termoendurecibles que comprenden un material fibroso resistente al calor, delgado, revestido con la composición de acuerdo con los puntos precedentes.

30 10.- Un método de preparar una cinta para aislamiento eléctrico que comprende revestir al menos una superficie de un material fibroso delgado, resistente al calor, con la composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, y evaporar de ella el disolvente.

308558



5 11.- Un método de aislar un conductor eléctrico que comprende revestir con una composición adhesiva de acuerdo con cualquiera de los puntos precedentes, al menos una superficie de un material fibroso resistente al calor, delgado con la composición, evaporar desde ella el disolvente para transformar dicho revestimiento a un estado pegajoso, envolver un conductor eléctrico con el material fibroso revestido pegajoso y calentar el conductor revestido para curar la composición de revestimiento.

10 12.- Mejoras introducidas en la fabricación de conductores eléctricos revestidos con una cinta adhesiva curada de una composición del punto 9.

13.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones adhesivas sensibles a la presión termoendurecibles.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines especificados.

La presente Memoria consta de catorce hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

P. A.

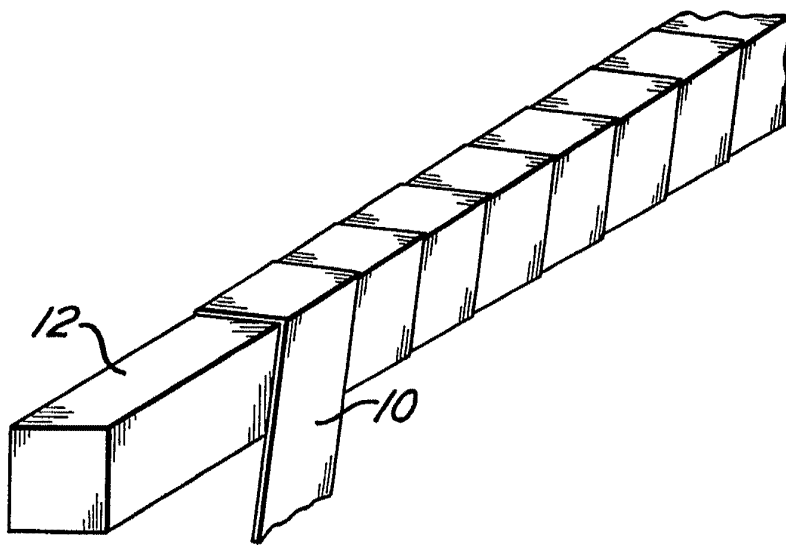
26 ENE 1965

Alberto de Elizabury
Por Poderes

ESCALA VARIABLE

303558

28



Alberto de Eizaburu
Por Poder.