



PATENTE DE INVENCION

=====  
Your Order No. FA/18901-  
Case 2034.  
=====

315253

*Memoria Descriptiva*  
*sobre*

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE  
COMPUESTOS EPOXI CAPACES DE FORMAR UNA  
RESINA CURADA PARA FINES DE OBTURACION  
A TEMPERATURAS ELEVADAS".

---

*Solicitante:* W. R. GRACE & CO., entidad norteamericana,  
residente en : 62, Whittemore Avenue,  
Cambridge 40, Massachusetts, EE.UU. de A.

---

La invención se refiere a compuestos que  
contienen materiales epóxido y son útiles como her-  
metizantes u obturadores, particularmente para unio-  
nes de metal con metal.

5. Al fundir lingotes de acero y aleaciones

315253 - 2 -



1905

- se desarrolla gas durante la solidificación del metal fundido en escala más o menos grande, de acuerdo con la composición del lingote. En la producción de aceros de "llanta" se presentan cantidades de gas
5. relativamente grandes en estado sustancialmente sin combinar ya que con excepción de pequeñas cantidades de aluminio no se agregan desoxidantes al metal. Durante la solidificación se desarrollan continuamente gases sin combinar y éste, junto con ciertos otros
10. factores, dan por resultado una pronunciada variación de las propiedades en distintas secciones de los lingotes.

- En la fabricación de los aceros "calmados" y "semi-calmados" se combina oxígeno con silicona,
15. aluminio u otros agentes desoxidantes que se agregan antes o durante la fundición. A pesar de que el acero tratado con desoxidantes tiene una composición más uniforme y contiene menos gas que en un estado sin combinar, puede contener suficiente hidrógeno u otro
20. gas de manera que se formen diminutas fisuras en todo el cuerpo del lingote. En consecuencia, generalmente es deseable desgasificar los distintos tipos de acero, con objeto de obtener lingotes que tengan características físicas y químicas satisfactorias.

25. En algunos procedimientos metalúrgicos el desgasificado se efectúa antes de la colada de los lingotes empleando un horno en el cual el metal fundido se puede calentar bajo vacío. En otros procedimientos, tales como la colada en vacío, los gases se
30. retiran del metal fundido durante la colada de los



- lingotes. Un método especialmente rápido y eficaz de fundición en vacío emplea un aparato que comprende una caja de colada asentada sobre o unida a un molde con un compuesto hermetizador que se encarga de cerrar herméticamente al aire la caja y el
5. molde durante la colada del lingote. En un aparato así se conecta una bomba de vacío u otro medio de evacuación a un pasaje en la parte inferior de la caja de colada de manera que el aire se pueda evacuar del molde vacío y retirar los gases perjudiciales de la corriente de metal fundido cuando se introduce en la cavidad del molde. Una vez colado el lingote se rompe la hermetización entre la caja y el molde y la caja de colada se desmonta para poder
10. retirar el lingote.
- 15.

- El trabajo satisfactorio de este tipo de aparato de fundición en vacío depende en gran escala del compuesto hermetizador empleado en la junta de la caja de colada y el molde. Además de tener una viscosidad de trabajo adecuada para manipular y aplicar, el compuesto empleado ha de tener las propiedades de adhesión y cohesión necesarias para formar una hermetización a prueba de aire entre las partes metálicas. Además es esencial que el compuesto tenga la propiedad de curar a una masa tenaz, elástica, durante un amplio margen de temperaturas dentro de un período de tiempo relativamente corto. Una vez que el compuesto esté curado debe ser capaz de resistir temperaturas entre unos 260 y 370°C sin fundir o deteriorarse mientras se está colando el
- 20.
- 25.
- 30.

315253 - 4 -



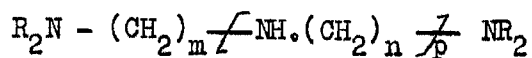
lingote, pero sin embargo descomponerse bajo exposición continua a elevadas temperaturas, de manera que la caja de colada se puede desmontar con facilidad después de haberse terminado la colada.

5. De los compuestos obturadores previamente empleados, los hermetizadores de epóxido han dado un resultado excepcionalmente bueno bajo las temperaturas y presiones que se presentan durante la colada en vacío. Tales compuestos dan unas hermetizaciones a prueba de aire y tienen una buena resistencia a la fluidez y deterioración durante períodos cortos de calor relativamente intenso. Sin embargo, ha sido necesario curar bajo calor las composiciones conocidas, a una temperatura entre unos 120° y 260°C,
10. lo cual no siempre es conveniente en la producción comercial donde la temperatura de los moldes a ser montados puede variar entre temperatura ambiente y los 320°C. Por ejemplo, los compuestos anteriores necesitaban períodos de curación prolongados a temperatura ambiente y a temperaturas ligeramente elevadas, de manera que era necesario precalentar los moldes, que se habían enfriado a estas temperaturas bajas, antes de aplicar el obturador si no se querían retrasar los programas de colada, pues los moldes montados a temperaturas mucho por debajo de 120°C
15. deben dejarse estar por lo menos durante un día para asegurar una curación adecuada del obturador. Aun cuando la temperatura de curado se encuentre en las proximidades de los 120°C, se pueden presentar ciertas dificultades para lograr una hermetización eficaz
- 20.
- 25.
- 30.



- como resultado de un estado B o cura incompleta; cuando un compuesto así parcialmente curado se expone a elevadas temperaturas, por ejemplo, durante la colada, se funde y la hermetización resulta inefectiva antes de haberse terminado la desgasificación. Por encima de 260°C y especialmente a temperaturas que se aproximan a los 320°C la cura de los compuestos obturadores estaba acompañada por la formación de burbujas dentro de la masa hermetizadora y en la superficie entre el metal y el obturador. Si bien esto no perjudicaba la fuerza del obturador, la formación de pequeños pasajes de aire a lo largo de la superficie entre el metal y el obturador producía una reducción de la eficacia del vacío. Por esta razón, y para evitar la formación de burbujas, frecuentemente se pierde tiempo durante la producción esperando que los moldes se enfríen a una temperatura adecuada antes de aplicar el compuesto.

- En un aspecto, la invención comprende compuestos capaces de formar una resina curada que se puede obtener mezclando (A) un primer componente que comprende una resina novolak epoxi y (B) un segundo componente que comprende (1) 50 a 100% de una poli-amida resinosa líquida, sobre el peso de la resina novolak, y (2) una amina, que es el agente curador para la resina novolak, en cantidad por lo menos suficiente para reaccionar estequiométricamente con la resina, teniendo la amina la estructura



- donde m y n son cada uno 1 o 6, p es 0 hasta 6, y R

315253 - 6 -

12



5. es hidrógeno o un radical alquilo inferior con 1 hasta 4 átomos de carbono, y conteniendo como mínimo dos átomos de hidrógeno activo. A opción, la composición puede comprender también un material de relleno inorgánico en hasta un 15% sobre el peso total del compuesto.

10. Tales compuestos son capaces de curar a una masa tenaz, pero flexible, dentro de un período de tiempo relativamente corto en un margen de temperaturas amplio que abarca desde la temperatura ambiente hasta unos 320°C.

15. Los compuestos se pueden emplear para unir distintos substratos y para muchas aplicaciones distintas. Sin embargo, son especialmente adecuados para su empleo en el tipo de aparatos de fundición en vacío que necesitan una hermetización a prueba de aire temporal, pero extremadamente eficaz en la unión entre la caja de colada y el elemento de molde durante la colada. En contraste con los obturadores de epóxido antes empleados en tal aparato, el proceso de curación se realiza bastante rápido a temperatura ambiente, así como a temperaturas más elevadas, de modo que se obtiene una unión de metal con metal satisfactoria dentro de un período de tiempo comparativamente corto, tanto a temperaturas bajas como a temperaturas altas. Como la curación de este compuesto se efectúa hasta terminar sin una cura en un estado B, tanto a temperatura ambiente, como a temperaturas más elevadas, no existe peligro de que se funda prematuramente durante la colada un
- 20.
- 25.
- 30.



5. obturador aplicado. Además, el compuesto se puede curar a temperaturas en las proximidades de los 320°C sin la formación de burbujas formando obturadores libres de cualquier defecto que pudiera conducir a una permeabilidad bajo el vacío.

10. Los compuestos curados son duros y tenaces, pero lo suficientemente flexibles y comprensibles para resistir agrietamientos debido a choques mecánicos o térmicos. Además se caracterizan por una elevada fuerza de unión interna y la capacidad de formar uniones extraordinariamente fuertes con metal u otros substratos. A temperatura entre 260°C y 370°C resisten la fusión y la degradación térmica durante el tiempo necesario para colar el lingote y a continuación descomponerse al grado necesario para permitir la retirada de la caja de colada del miembro molde.

20. La invención se ilustra por el dibujo adjunto, que representa un aparato de colada en vacío en el cual el compuesto obturador de la invención encuentra especial utilidad y en el cual:

La figura 1 es una vista en corte vertical del aparato de fundición en vacío montado, y

25. La figura 2 es una vista en escala aumentada, fragmentaria, en corte, del obturador.

30. Haciendo ahora referencia al dibujo, un molde de lingote 1 tiene una cavidad cilíndrica 2 cónica en su parte inferior y una ramura anular 3 que se extiende alrededor de la circunferencia de su superficie superior para dar un soporte a la caja

315253 - 8 -



de colada desmontable 5. Dentro de la ramura 3 se encuentra el obturador 4 que durante el servicio forma una obturación hermética al vacío entre el molde 1 y la caja de colada 5.

5. La caja de colada 5 está dividida por una pared transversal 5c en una sección superior que comprende una cesta 5a para la recepción del metal fundido que se ha de colar y una sección inferior que comprende una cámara de vacío 5b que comunica directamente con la cavidad del molde 2. La pared transversal 5c contiene una abertura de colada 6 que está cerrada por un miembro de cierre fusible 7. Cuando el metal fundido se deposita en la cesta 5a el cierre 7 se funde y permite que el metal fundido pase a través de la abertura 6 y a través de la cámara de vacío 5b a la cavidad del molde 2.
- 10.
- 15.
20. Dentro de la cámara de vacío 5b y sujeto al molde se encuentra una tapa anular refractaria 8. Un tubo 9, conectado a la bomba de vacío (no mostrada) se asegura firmemente a una abertura (no mostrada) en la pared lateral de la cámara de vacío 5b.
25. Para montar y poner en servicio el aparato, un compuesto obturador de epóxido, según la invención se deposita en la ramura anular 3, después de lo cual la caja de colada, con la abertura en la pared transversal firmemente cerrada por el miembro de cierre fusible, se asienta sobre el molde de manera que el borde inferior de la cámara de vacío quede colocado y encajado en la masa de compuesto
30. obturador contenida dentro de la ramura. El conjun-



- to se deja entonces reposar durante un tiempo suficiente para permitir la curación completa del compuesto. El tiempo exacto necesario depende de la temperatura del molde que se está montando. Con la cantidad de obturador generalmente empleada la curación puede estar completada en unas dos a siete horas a temperatura ambiente y en diez minutos o menos a una temperatura de unos 95°C, lográndose una curación más rápida aún a temperaturas más elevadas.

- Terminada la curación y con la abertura aún firmemente cerrada, se pone la bomba de vacío en servicio y se crea un vacío en el molde y en la cámara de vacío. El metal fundido se deposita en la cesta 5a mediante una cuchara transportable o cualquier otro medio convencional. Bajo la presencia del metal caliente se funde el miembro de cierre y permite que el metal fluya a través de la abertura en la pared transversal y a través de la cámara de vacío dentro de la cavidad del molde. Debido al elevado vacío existente cerca de la corriente de metal que se está introduciendo, la corriente se desgarrará en un chorro de finas partículas de las cuales se retiran los gases perjudiciales. La eliminación eficaz de sustancialmente todos los gases sin combinar se ayuda además por la ebullición continua del metal recogido en el molde y que es debido al elevado vacío existente cerca de la cavidad del molde.

- Si se desea, se puede continuar desgasi-

315253



- ficando una vez terminada la colada, ya que el tiempo de colada es relativamente corto y transcurren alrededor de unos 20 minutos hasta que el calor de máxima intensidad haya sido conducido a través del molde hasta el área del obturador. Esto se puede efectuar manteniendo o renovando el vacío después de haber introducido un cierre adecuado en la cesta sobre la parte superior de la abertura en la pared transversal. Una vez terminada la operación de desgasificación, y cuando la temperatura en el área del obturador sea suficiente para desconectar el compuesto obturador, se desconecta la caja de colada de manera que el lingote solidificado se pueda retirar de la cavidad del molde.
- 5.
- 10.
15. La efectividad de la hermetización formada por el presente compuesto se demuestra por el grado de vacío obtenido. Generalmente se logra una presión absoluta de 20 micrones en menos de cinco minutos, y lecturas en el indicador de micrones inferiores a 10 micrones, y frecuentemente tan inferiores como 4 micrones, se logran en 10 minutos. Lecturas inferiores a 10 micrones se mantienen cuando los medios de bombeado se desconectan, mostrando la capacidad del compuesto para formar una obturación esencialmente hermética al vacío.
- 20.
- 25.
30. Las resinas novolak epoxi se obtienen por epoxilación de una resina novolak básica, que es un tipo de resol o resina permanentemente fusible formada por la condensación de un fenol y un aldehído, por ejemplo, fenol y formaldehído bajo condiciones



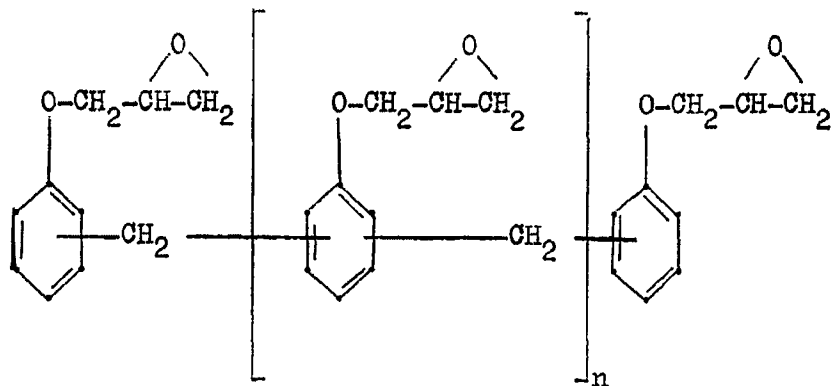
315253

ácidas. Si bien cualquier resina epoxi novolak es adecuada, se da preferencia al empleo de una resina fluidificada de este tipo, con objeto de facilitar la mezcla con los demás componentes, especialmente cuando se emplean materiales de relleno, y para permitir mayor facilidad de aplicación. Una resina novolak epoxi especialmente adecuada es la resina experimental de Dow QX 2638.1, que tiene un peso equivalente de epóxido de aproximadamente 172-175, un peso molecular de 2,2 veces el peso equivalente del epóxido y una viscosidad entre unos 8.000 y 10.000 centipoises a unos 30°C. El peso equivalente de epóxido es el peso de la resina en gramos que contiene 1 gramo de equivalente químico de epóxido y se determina haciendo reaccionar una cantidad conocida de resina con una cantidad conocida de ácido clorhídrico y retritación del ácido restante para determinar las cantidades consumidas.

- 5.
- 10.
- 15.

La resina novolak epoxi tiene preferentemente la siguiente estructura molecular teórica que se obtiene por la epoxidación de una resina fenol-formaldehídica.

- 20.



315253



1900

Como poliamida se puede emplear cualquier

poliamida resinosa de bajo peso molecular que tenga un índice amínico superior a 85. El "índice amínico" es el peso en miligramos de hidróxido potásico equivalente a la alcalinidad amínica en un gramo de poliamida. Las resinas de poliamida que tienen un índice amínico mucho inferior a 85 no son suficientemente reactivas con la resina novolak epoxilada para impartir las propiedades de curación deseadas.

5.

10.

Las poliamidas resinosas empleadas se preparan según métodos conocidos mediante condensación de ácidos grasos de polieno polimérico, tal como ácido linoleico dimerizado, con poliaminas teniendo en general una viscosidad entre 40 y 575 poises a

15.

40°C. medido en un viscosímetro Brookfield Modelo RVF a 20 rpm empleando un husillo N° 3. Un ejemplo típico de las resinas que se pueden emplear son las resinas de poliamida líquidas "Versamida 115", Versamida 125" y Versamida 140". También se pueden uti-

20.

lizar resinas semi-fluidas, tales como "Versamida 100" preferentemente en mezcla adicional con las resinas líquidas en menor cantidad, de manera que la mezcla resultante tenga una viscosidad de trabajo a temperatura ambiente. La preparación de las "versamidas"

25.

se describe en la patente US-2,379,413.

30.

Las poliamidas se emplean, en primer lugar, por su efecto plastificante o flexibilizante en la composición curada, y para obtener compuestos curados que tengan la fuerza y flexibilidad necesaria para resistir un choque mecánico, se emplean en una

- 13 -  
315253



- cantidad entre 50 y 100 partes en peso por cada 100 partes en peso de resina novolak epoxi. Cuando se emplean menos de 50 partes el compuesto curado tiene la tendencia a casear, ya que los compuestos que contienen más de 100 partes de resina poliamida producen unos materiales quebradizos fácilmente agrietables.
- 5.
- El empleo de un agente curador de amina para la resina novolak epoxi es esencial para obtener una cura relativamente rápida en un amplio margen de temperaturas. Ejemplos de aminas utilizables incluyen la diamina etilénica, la triamina dietilénica, la tetramina trietilénica, la pentamina tetraetilénica, la tetramina hexametilénica y la 3-dietilamino-1-propilamina.
- 10.
- 15.
- La cantidad de amina empleada debe ser suficiente para curar completamente la resina novolak epoxi. Normalmente la cantidad empleada es ligeramente superior a la cantidad estequiométrica necesaria para la cura, ya que parte de la amina se pierde frecuentemente por volatilización durante la cura. Por otra parte se deben evitar grandes excesos, ya que un exceso final de amina tiene la tendencia a interferir con los enlaces.
- 20.
- 25.
- Adicionalmente a los ingredientes esenciales arriba mencionados es ventajoso incorporar en la composición materiales de relleno para ajustar su viscosidad y su conductividad térmica, rebajando así el coeficiente de expansión térmica y favoreciendo una cura más igualada. Entre los materiales de
- 30.

315253

- 14 -



relleno que se pueden emplear se encuentra el óxido de aluminio, la mica, el amianto, el aluminio atomizado, hierro y cobre. El material fibroso, tal como el amianto finamente dividido tiende a

5. contrarrestar las diferencias en la expansión térmica entre el compuesto y el metal unido. Han sido encontradas satisfactorias cantidades de material de relleno hasta un 15 % en peso basado sobre el compuesto total; cantidades superiores tienden a

10. empeorar las propiedades de cohesión y la fuerza de unión interna del sistema curado.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención. Todas las partes son en peso.

EJEMPLO 1 -

	<u>Ingredientes</u>	<u>Partes.</u>
15.	Componente A :	
	x Resina poliamida líquida (Amina nº 230-246 Viscosidad - 575 poises a 40°C)	46
	xx Resina poliamida líquida (Amina Nº 330-360 Viscosidad - 100 poises a 40°C)	2
20.	Triamina dietilénica	5,4
	Componente B :	
	xxx Resina fenol-formaldehídica epoxilada (Epóxido peso equivalente 172-175 peso molecular aproximado 378-385 Viscosidad - 8000 a 10000 cps a 30°C)	50
25.	Asbestina - silicato de magnesio finamente dividido (material de relleno)	12,5
	x "Versamida Nº 113"	
	xx "Versamida Nº 125"	
30.	xxx Resina experimental Dow QX 2638.1	

- 15 -  
315253



- El componente A se prepara mezclando la resina poliamida y la amina en un mezclador de paletas hasta que se obtenga una mezcla homogénea. Para facilitar la mezcla, los ingredientes se pueden calentar ligeramente.
- 5.
- El componente B se prepara en igual forma agregando la asbestina a la resina novolak epoxi agitando y continuando la agitación hasta que la asbestina esté homogéneamente repartida por la resina.
- 10.
- El componente A y el componente B se mezclan bien entre si y el compuesto resultante se vierte en la ramura de un molde de lingote de hierro fundido que tenga una temperatura de aproximadamente 320°C. La caja de colada se asentó entonces sobre el molde con su borde inferior encamado en el compuesto obturador en la ramura. Después de curar, lo que termina en pocos minutos, se evacuan el molde y la sección inferior de la caja y se introduce acero fundido en la cavidad del molde. El tiempo de colada del lingote era de aproximadamente 5 minutos y el vacío obtenido fué de aproximadamente cuatro micrones de presión absoluta.
- 15.
- 20.
- El obturador se descompone después de 45 minutos, lo que da tiempo suficientemente amplio para la segunda desgasificación después de haber terminado la colada, dando además un intervalo razonable después del cual la caja de colada y el molde se puedan volver a montar para un nuevo ciclo de trabajo en grado de producción adecuado para
- 25.
- 30.



JUL. 1965

31525

operaciones económicas.

Con objeto de estudiar las características de curado generales del compuesto, porciones del mismo se depositan en copas de aluminio y se dejan curar a distintas temperaturas. El tiempo necesario para completar la curación a las distintas temperaturas es como sigue:

	Temperatura ambiente (22°C.)	7 horas
	66°C.	15 minutos
10.	93°C.	8 minutos
	121°C.	5 minutos
	149°C.	4 3/4 minutos
	204°C.	3 3/4 minutos
	260°C.	2 1/4 minutos
15.	316°C.	1-2 minutos

Después de curar se inspeccionan los compuestos para determinar los que tienen vacíos y demás imperfecciones y se encontró que ninguno de ellos mostraba evidencia de burbujeado, incluyendo el ejemplo curado a 316°C.

Se estudió asimismo la resistencia al calor del compuesto de arriba, curado a varias temperaturas mediante tiras curadas a una temperatura dada y colocando las tiras curadas en un horno mantenido a una temperatura seleccionada hasta que las tiras mostraban signos de fusión antes de descomponerse. Las temperaturas de curación empleadas y el tiempo transcurrido hasta que las tiras empezaban a fluir, se encuentran en la Tabla I.

315253

T A B L A I.



1955

Temperatura de curado	Intervalo de tiempo antes de fluir	
	Mimutos a 343°C.	Mimutos a 370°C
Temperatura ambiente(22°C)	7½	3
93°C.	10	5½
204°C.	10½	7
260°C.	14½	12½

15. Unas tiras del compuesto curado a temperatura ambiente, a 93°C, 204°C y 260°C. respectivamente, colocadas en un horno mantenido a 316°C., resistieron todas ellas la fusión y descomposición hasta 45 a 50 minutos.

20. De estos resultados se desprende que el compuesto del ejemplo 1 se puede curar rápidamente en un amplio margen de temperaturas. Entre 66° y 316°C. se puede completar la curación en 15 minutos o menos y a temperatura ambiente se obtuvo la curación completa en 7 horas, en contraste con tiempos de curación de un día o más necesarios en los obturadores anteriores. Además, el compuesto se puede curar a temperaturas entre 260° y 316°C, sin que se formen burbujas dentro de la masa del obturador o en la superficie entre el metal y el obturador.

25. También es evidente que el compuesto, cuando se cura a temperaturas bajas o altas, resistió la descomposición durante por lo menos 3 minutos cuando se sometió a un calor relativamente in-

30.



315253

tenso. La capacidad del compuesto de resistir temperaturas entre 343° y 370°C durante períodos de hasta 15 minutos asegura un tiempo suficiente para la desgasificación del metal después de la

- 5. operación de colada, ya que el calor de esta intensidad raras veces alcanza el área de obturación del molde en menos de 15 minutos después de haber terminado la colada.

EJEMPLO 2 -

10.	<u>Ingredientes</u>	<u>Partes</u>
	Componente A :	
	x Resina poliamida líquida	24
	Tetramina trietilénica	7,1
	Componente B -	
15.	xx Resina fenol-formaldehídica epoxilada	50
	Asbestina (material de relleno)	10
	x "Versamida Nº 115"	
	xx Resina experimental DOW QX 2638.1	

- 20. Los componentes A y B después se mezclan intensamente entre sí en la manera descrita en el Ejemplo 1.

- 25. Porciones del compuesto se colocan en copas de aluminio y algunas pruebas se curan a temperatura ambiente y otras a 93°C y 260°C respectivamente. El tiempo necesario para completar la curación era de 107 minutos a temperatura ambiente, 7 minutos a 93°C y 2½ minutos a 260°C.

- 30. La resistencia al calor de cada una de las pruebas curadas se midió como en el Ejemplo 1.



Las tiras curadas del compuesto se retiraron de las copas de aluminio y se colocaron en un horno mantenido a la temperatura necesaria hasta que mostraron signos de fluidez. Los resultados obtenidos figuran en la Tabla II.

T A B L A II.

Temperatura de curado	Intervalo de tiempo antes de fluir		
	minutos a		
	316°C	343°C	370°C
Temperatura ambiente (22°C)	15	3	3
93°C.	7	7	7
260°C.	6	5	4

EJEMPLO 3 -

	<u>Ingredientes</u>	<u>Partes</u>
	Componente A :	
	x Resina poliamida líquida	46
20.	xx Resina poliamida semi-fluida (Amina N° 85-95, punto de reblandecimiento - 48°C)	2
	Tetramina trietilénica	7,1
	Componente B :	
	xxx Resina fenol-formaldehídica epoxilada	50
25.	Asbestina - (material de relleno)	13
	x "Versamida n° 125"	
	xx "Versamida N° 100"	
	xxx Resina experimental DOW QX 2638.1.	

12



315253

El componente A y B se preparan y mezclan entre sí como en el Ejemplo 1.

5. Porciones del compuestos se colocan en copas de aluminio y a continuación se cura. El curado precisa 120 minutos a temperatura ambiente y 7 y 2 minutos a 93°C y 260°C. respectivamente.

10. Los ejemplos curados a estas temperaturas se comprueban con respecto a su resistencia al calor como en el Ejemplo 1 con los resultados señalados en la Tabla III.

T A B L A III.

Temperatura de curado	Intervalo de tiempo antes de fluir		
	minutos a		
	316°C	343°C	370°C
Temperatura ambiente (22°C)	x	5	3
93°C.	22	8	7½
260°C.	9½	5	4

20. x La mezcla resistió la fusión durante 30 minutos.

25. Los ejemplos demuestran que los compuestos de la invención son especialmente útiles para formar obturaciones herméticas de metal con metal teniendo excelente resistencia al calor. Los compuestos, al mismo tiempo que tienen la duración en botes necesaria para operaciones comerciales, curan en unas dos a siete horas a temperatura ambiente, lo que evita el calentamiento de los moldes de fundición enfriados como antes era necesario en la

3152531



- técnica de la colada en vacío. A temperaturas entre 260°C y 316°C el compuesto cura en el plazo de pocos minutos formando obturadores libres de vacíos y otras imperfecciones causadas por burbujas.
5. Después de curar los compuestos resisten la fusión y la descomposición, por lo menos, durante tres minutos a temperaturas entre 316° y 370°C., tanto si están curadas a temperaturas bajas o altas. Como un calor de esta intensidad no llega al
10. área de obturación del molde hasta por lo menos quince o veinte minutos después de efectuada la colada se dispone de un período adicional de varios minutos a temperaturas entre 316° y 370°C. para continuar la desgasificación si se desea. Al
15. mismo tiempo, el compuesto curado se descompone después de un intervalo razonable a temperaturas relativamente elevadas, de manera que la obturación se puede romper y el aparato de moldear volver a montar para otra operación de colada.

20.

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles
25. de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con fecha 20 de Julio de 1964, bajo el N° 383.861, acogiéndose,
30. por lo tanto, a los beneficios que conceden los

315253<sup>-22-</sup>



Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la

5. preparación de compuestos epoxi capaces de formar una resina curada para fines de obturación a temperaturas elevadas"; caracterizándose por lo siguiente:

10. 1ª.- Procedimiento para la preparación de compuestos epoxi capaces de formar una resina curada para fines de obturación a temperaturas elevadas, caracterizado porque ésta se prepara mezclando

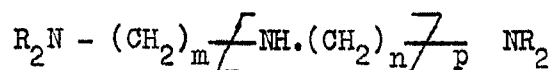
15. (A) un primer componente que comprende una resina novolak epoxi y

(B) un segundo componente que comprende:

20. (1) 50 hasta 100% de una poliamida resinosa líquida, preferentemente con un índice amínico de 85, por lo menos, sobre el peso de la resina novolak, y

- (2) una amina, que es el agente curador para la resina novolak, en cantidad por lo menos suficiente para reaccionar estequiométricamente con la resina, teniendo la amina la estructura :

25.



donde m y n son cada uno 1 hasta 6, p es 0 hasta 6 y R significa hidrógeno o un radical alquilo inferior con 1 hasta 4 átomos de carbono y contien-

315253



do por lo menos dos átomos de hidrógeno activo.

5. 2<sup>a</sup>.- Procedimiento, según la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque un primer componente, conteniendo hasta 15% de material de relleno inorgánico finamente dividido, preferentemente silicato de magnesio finamente dividido, basado sobre el peso total del compuesto, se mezcla con el segundo componente.

10. 3<sup>a</sup>.-Procedimiento, según las reivindicaciones 1<sup>a</sup> y 2<sup>a</sup>, caracterizado porque una resina novolak epoxi, teniendo un peso equivalente epóxido entre 172 y 175 y un peso molecular entre 378 y 385, se mezcla con el segundo componente.

15. 4<sup>a</sup>.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una resina novolak epoxi, obtenida mediante epoxidación de una resina fenol-formaldehídica, se mezcla con el segundo de los compuestos.

20. 5<sup>a</sup>.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una diamina etilénica, una triamina dietilénica, una tetraamina trietilénica, una pentamina tetraetilénica, una tetraamina hexametilénica o una 3-dietilamino-1-propilamina, o una mezcla de dos o más de éstas, se emplea como agente curativo para la resina novolak.

30. 6<sup>a</sup>.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se emplea un ligero exceso de la amina sobre la cantidad estequiométrica.

315253



7ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque un primer componente comprendiendo:

5. 1) 100 partes en peso de una resina novolak epoxi teniendo un peso equivalente epóxido alrededor de 172 y 175 y un peso molecular entre 378 y 285, y
10. 2) 12,5 partes en peso de silicato de magnesio finamente dividido, se mezcla con un segundo componente B, comprendiendo:
- 3) 92 partes en peso de una poliamida resinosa líquida teniendo un índice amínico entre aproximadamente 230 y 246 y una viscosidad de aproximadamente 575 poises a 40°C.,
15. 4) 4 partes en peso de una poliamida resinosa líquida teniendo un índice amínico entre 330 y 360 y una viscosidad de aproximadamente 100 poises a 40°C, y
- 5) 5,4 partes en peso de triamina dietilénica.

20. 8ª.- Procedimiento para la preparación de compuestos epoxi capaces de formar una resina curada para fines de obturación a temperaturas elevadas; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria y en el dibujo adjunto.

25. Esta Memoria consta de veinticuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 JUL. 1965

W. R. GRACE & CO.,

L. GÓMEZ ESCOB Y MODEST

315253

ESCALA VARIABLE

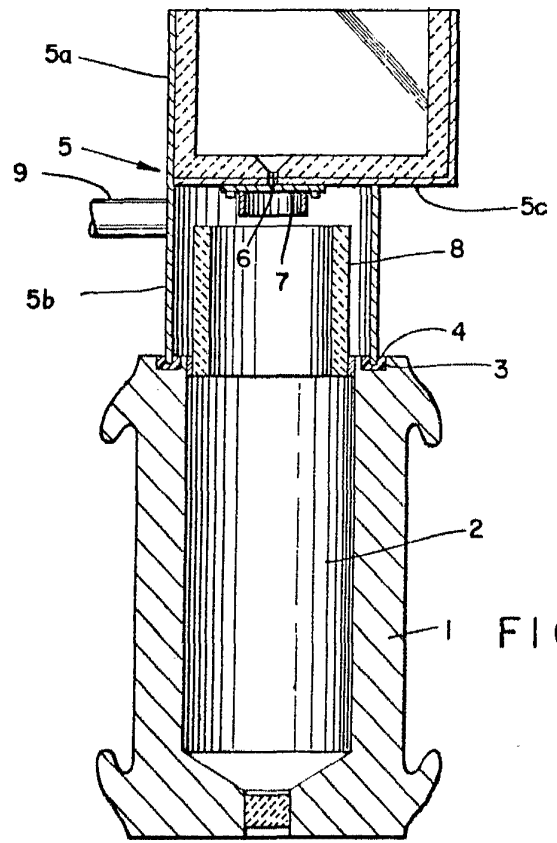


FIG. 1

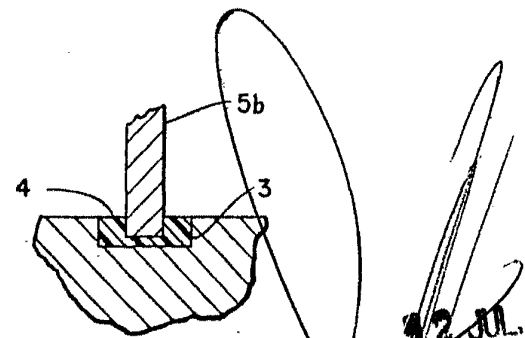


FIG. 2

Madrid 12 JUL. 1965

A. GOMEZ ACEBO Y MODER  
S.A.