



20

329292

MEMORIA DESCRIPTIVA

=====

Correspondiente a la solicitud de registro de una Patente de In-
vención que, por veinte años se solicita registrar en España, a
favor de la firma SOCIETE GENERALE DE CONSTRUCTIONS ELECTRIQUES
ET MECANIQUES (ALSTHOM), de nacionalidad juridica francesa, resi-
dente en PARIS (Francia), 38, Avenue Kléber, -----

p o r

" PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE RESINAS MIXTAS POLIESTERES Y
POLIMIDAS APLICABLES ESPECIALMENTE PARA ESMALTAR CONDUCTORES ELEC
TRICOS "

=====

Es conocida la utilización en el aislamiento de hilos conduc-
tores eléctricos, de esmaltes formados de poliesteres del ácido
tereftálico, o de poliesteres mixtos de los acidos tereftálico
e isoftálico con el etilenglicol y un poliol que generalmente es
5 la glicerina, disueltos en solventes apropiados y con la agrega-
ción de medios aceleradores del endurecimiento.

Los hilos asi esmaltados, aunque gozan de un conjunto de pro-
piedades utiles muy interesantes, no satisfacen a las nuevas exi-
gencias de estabilidad térmica aumentada y a la firmeza ante el
10 choque termico que exigen las necesidades de la tecnica moderna.



En particular, cuando se trata de bobinados sobre motores colocados en maquinas-útiles o de aparatos caseros que están sobre todo expuestos a recalentamiento, la firmeza al choque térmico del hilo esmaltado es una característica de importancia.

5 El ensayo del choque térmico consiste, por ejemplo, en enrollar el hilo sobre un eje que tenga de una a cinco veces su propio diámetro y en someterlo durante una hora a temperaturas que, según la severidad del ensayo están elegidos entre 150 y 180 grados centí-
10 grados. Enseguida se examina el hilo bajo una lupa de aumento y se observa cuál es el más pequeño diámetro donde el hilo no presenta traza alguna de rajadas en la superficie del esmalte. Dicho ensayo mide eficazmente la conservación de la flexibilidad en caliente. El ensayo a la temperatura ambiente se hace por el llamado medio del bucle y enrollando el hilo sobre su propio diámetro; y uno
15 y otro de estos dos ensayos se realizan después de un alargamiento de 25 % por estirado.

También es conocida la fabricación de resinas poliimidadas por reacción del dianhidrido de un ácido tetracarboxílico sobre una diamina, ambos sacados de la serie aromática, con condensación y pasando
20 do por la etapa de amidas-ácidos; la conversión en poliimida se termina sobre el hilo barnizado, pasándolo por el horno de esmaltar. El aislamiento así obtenido presenta una estabilidad al calor netamente mejorado respecto a la de los poliésteres precipitados. Pero, además de su costo elevado, los barnices poliimidados presentan algunos
25 inconvenientes; necesitan el empleo de solventes especiales, caros; tienen un pequeño tanto por ciento de resina, a causa de su fuerte viscosidad, de modo que, durante el esmaltado, tales barnices de relativamente débil concentración necesitan varias pasadas para conseguir el debido espesor de esmalte; tienen efecto corrosivo
30 por la presencia de fracciones de ácido carboxílico libres en la



5 etapa de los amido-ácidos, y solo permiten debiles velocidades de
esmaltación en temperaturas limitadas como consecuencia de la
escisión del agua que acompaña la ciclización imidica durante el
paso por el horno, que es una razón suplementaria que se opone al
depósito de capas espesas.

10 Se ha propuesto con anterioridad, en particular para los barni-
ces de esmaltar, el empleo de polimeros poliimidias-poliésteres que,
sin tener el conjunto de propiedades térmicas de los barnices solo
de poliimidias, los cuales aun pasan las exigencias requeridas por
el actual estado de la construcción electrica, ofrecen las ventajas
siguientes: permiten el empleo de solventes como el cresol comer-
cial para conseguir barnices de concentración relativamente eleva-
da en resina; no contienen grupos de ácidos carboxilicos libres,
al estar hecha la imidación en la etapa de la preparación del bar-
niz y ello asegura una buena estabilidad de almacenamiento; per-
mite el empleo de aparejos de acero ordinario como consecuencia de
la ausencia de efectos corrosivos, y permite velocidades elevadas
en el esmaltado en los hornos clásicos por el hecho de no haber
agua que eliminar durante la cocción.

20 Tales resinas poliimidias-esteres se obtienen por imidación de
la función anhídrica de la anhídrica trimelitica con una diamina,
lo que da una diimida trimelítica, y combinando los grupos carbo-
xilos con las funciones hidroxilos de un polialcohol o de un po-
liéster hidroxilado, según los diversos modos de realización.

25 La experiencia muestra que las propiedades del condensado de-
penden entonces estrechamente de la naturaleza del polialcohol
o del poliéster hidroxilado utilizados, es decir de la constitu-
ción y de la longitud de los segmentos poliesteres que enlazan dos
grupos "diimido-trimeliticos".

30 La presente invención tiene por objetivo un procedimiento de



preparación de resinas mixtas poliimidadas-poliésteres que permita conseguir propiedades particulares, tales como una termoplasticidad bastante mejorada, una muy grande flexibilidad tanto en la temperatura ambiente como después de haber permanecido expuesta a temperaturas elevadas correspondientes a los ensayos llamados de choque 5 térmico, y de firmeza ante los solventes y la abrasión en todo punto comparables a la firmeza de los esmaltes tereftálicos ordinarios.

El procedimiento, que comporta la esterificación de una diimida trimelitica con grupos carboxilicos mediante un poliéster que con- 10 tenga grupos (OH) reactivos en un medio solvente, esta caracterizado en que se hace reaccionar dichos componentes en una relación tal que se obtenga el mismo número de funciones libres (OH) en los extremos del poliéster que de funciones carboxilos trimeliticas en la diimida.

15 Asi se obtiene en la cadena de la resina mixta poliimida poliéster, no un reparto al azar de bloques ésteres y de bloques diimida trimelíticos, sino una sucesión ordenada de un bloque éster y de un bloque diimido-trimelitico, y los bloques poliésteres donde las secuencias de moléculas esterres son de longitud identica.

20 La condensación del anhídrido trimelitico con una diamina aromática, como la metilencanilina, solo puede dar dos ciclos imidos contiguos, según el esquema de reacción de la figura 1.

Dicha reacción se efectua fácilmente mezclando dos constituyentes en un medio de acetona o de cresol con agitación. Operando 25 en la acetona y cerca de los 30 grados centigrados, se precipita por enfriamiento el producto diamido/ácido que corresponde a la etapa intermedia representada en la figura 2.

Si se calienta en un medio solvente fenólico durante varias horas a 140 grados centigrados, se obtiene directamente la diimida 30 de la figura 1, que se precipita en frio.



La funciones CO^2H libres en los productos representados en la figura 1 y en la figura 2 son esterificables mediante dioles y trioles o poliésteres hidroxilos. El empleo de poliésteres hidroxilos aromáticos es particularmente ventajoso porque da al polimero final las propiedades requeridas de solubilidad y flexibilidad conjuntamente con característica interesante de estabilidad termica.

La presencia en el polimero de un importante tanto por ciento en peso de poliéster tereftálico menos caro que la diimida trimelítica es desde luego un factor no despreciable en el precio de costo de la fabricación, de suerte que es economicamente interesante conservar la proporción más elevada posible global en poliéster compatible con las características requeridas en el esmalte.

Sin embargo, a medida que la proporción en poliéster aumenta en el polímero, la proporción de polimida disminuye, y las características, en particular las que conciernen a la firmeza ante el calor, se alejan de las de los polimeros puros para acercarse a las del poliéster no modificado. Se ha encontrado que existe una cierta longitud de secuencia del poliéster tereftálico hidroxilo que es particularmente favorable a la obtención de un esmalte que goce de gran flexibilidad en frio y de una excelente firmeza al choque termico.

Para conseguir un polímero poliéster polimida que presente en su cadena molecular motivos poliésteres y motivos diimida-trimelíticos, es posible hacer reaccionar entre ellos porciones cualesquiera de poliéster hidroxilo y de diimida y tomar un poliéster hidroxilo con una gran media de cadena, larga o corta. Como se sabe, la longitud de cadena es una función de relación molecular entre el diácido y el polisol utilizados.

En el caso de los poliésteres tereftálicos no modificados, que constituyen una familia muy conocida de resinas para esmaltes, las proporciones correspondientes a las cadenas relativamente largas,

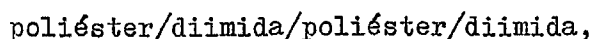
2.0 JUL



que contienen notoriamente dos moléculas de glicol para una molé-
cula de glicerina y terminadas con grupos (OH). Durante la cocción
en el horno de esmaltar se produce a la vez un alargamiento por reac-
ción entre grupos (OH) terminales y reticulaciones entre cadenas
5 sobre funciones (OH) secundarias del elemento glicerol comprendido
en las cadenas. Es lo que a veces se llama la "maduración".

Si se pone en accionamiento una cantidad de diimida trimelítica
cuyo número de grupos acido-carboxilico esterificables no correspon-
de al número de funciones (OH) libres terminales de las cadenas
10 del poliéster tereftálico, se obtendrá bien un poliéster/imida, pero
con motivos distribuidos al azar; en particular y con un exceso de
poliéster hidroxilo se producirán secuencias en poliéster de longi-
tud variable, por reacción entre ellos de motivos excedentes de po-
liéster hidroxilo. Entonces la estructura del polímero no está de-
finida y puede muy bien variar de una a otra cocción.
15

Por el contrario, utilizando una cantidad de diimida trimelíti-
co en una relación equimolecular entre sus grupos carboxilos termi-
nales y las funciones (OH) extremas de las cadenas del poliéster,
se produce un encadenamiento regular alternado de los dos motivos
20 en moléculas largas del tipo:



donde los segmentos constitutivos son iguales entre ellos.

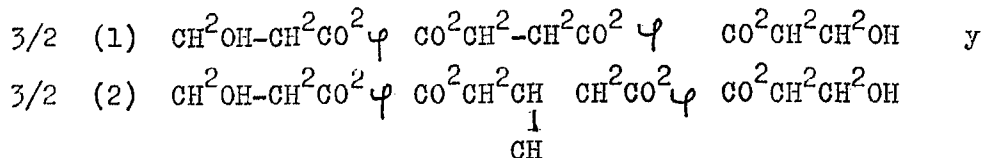
Una investigación sistemática realizada acerca de la longitud
del segmento poliéster aromático más favorable ha permitido hacer
25 las constataciones siguientes:

Son particularmente interesantes los poliésteres tereftálicos
dotados con dos moléculas del elemento tereftálico para tres molé-
culas de poliol. Estos poliésteres, bajos polímeros, se obtienen
por su reacción de dimetiltereftalato, etilenaglicol y glicerina
30 en relaciones moleculares 4/5/1, lo que en la práctica conduce a



20 66

cantidades moleculares iguales de dos tipos:



5 donde φ designa el nucleo fenileno y donde la posición del resto de glicerina en el condensado no es forzosamente la indicada en la formula.

Tales poliésteres han sido aqui, por comodidad, designados con la apelación: poliésteres tereftálicos 3/2, según su constitución.

10 Su fabricación se hace por el procedimiento, en si conocido, de introducir los reactivos y de calentarlos progresivamente en presencia de una parte proporcionada de xileno, siguiendo la elevación de 80 a 240 grados centigrados aproximadamente hasta recoger la cantidad de metanol teóricamente desprendida.

15 La combinación entre los poliésteres tereftálicos 3/2 y la diimida trimelitica puede efectuarse, siguiendo un procedimiento asimismo conocido: sea preparando primero la diimida, como ha sido descrito, y haciendola reaccionar sobre los poliesteres 3/2 en el seno del cresol hacia los 200 grados centigrados durante cinco o seis

20 horas;

- sea, de un modo industrial más economico, fabricando primero la mezcla de poliésteres 3/2 (1) y (2), agregando cresol (hasta una concentración final aproximada del 45 %) y adicionando en caliente la mezcla anhídrida trimelítica/metilenodianilina en una proporción

25 molar de 2 a 1 y en solución en el cresol, a fin de realizar la diimidación en una misma operación con la poliesterificación. Se comprueba entonces que hay un espesamiento cerca de los 140 grados centigrados y hasta los 180 aproximadamente correspondiendo con la formación de diimida trimetilica, y luego la poliesterificación termina por el

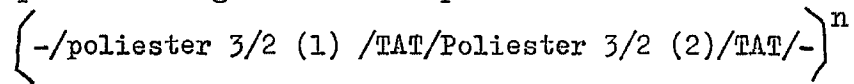
30 lentamiento prolongado cerca de los 200 grados, El polimero final



queda soluble en el cresol en frio con una concentración en resina que pasa del 30 por ciento.

5 En los dos casos, la proporción entre grupos carboxilos trimeliticos y las funciones (OH) de los poliésteres se hace sobre la base de grupos (OH) terminales de éstos y no del numero total de grupos (OH), es decir que no se tiene en cuenta los (OH) secundarios de la glicerina que, por el calculo de equivalencia, se halla asimilado a un diól.

10 La resina final corresponde a la estructura resultante, que se puede representar figurativamente por:



15 en donde T designa el elemento trimelitico y A la diamina aromática. El reparto de los poliesteres 3/2 (1) y 3/2 (2) es variable sin que pueda cambiar la disposición geométrica en la cadena, y la longitud de los dos poliesteres (1) y (2) es prácticamente una misma.

20 La molécula puede describirse como formada con bloques polímeros de seis enlaces éster. Estos bloques o segmentos están enlazados entre si por bloques de unión diimida trimelitico que tienen muy aproximadamente un mismo peso molecular.

La importancia y la influencia de los segmentos respecto a las propiedades de un polimero en comparación con la distribución al azar es bastante conocida y ha sido objeto de diferentes estudios teóricos, entre los de Flory (Journal Phys. Chem. 1949-17-223).

25 Se observará que, en la fabricación de estos poliesteres, la relación molar entre el etilenoglicol y la glicerina es de 5 a 1, o sea notoriamente mas debil en glicerina que para los poliésteres tereftálicos no modificados, con cadenas mas largas que sirven para esmaltar. Esta disminución de proporción en glicerina corresponde a la diferencia natural entre las dos resinas y a la diferencia

30



entre las reacciones de maduración en la cocción del hilo barniza-
do. En efecto, el poliéster/imida conseguido según la invención
es ya un polimero de cadena larga y gana al no recibir más que
reticulaciones especiales, como consecuencia de un reducido número
de hidroxilos secundarios glicéricos.

Además, la presencia de estos grupos hidroxilos laterales en
número pequeño mejora las propiedades de adherencia y de madura-
ción del barniz en el horno de esmaltar.

La elección de una secuencia poliéster tereftálica con preferen-
cia a otra secuencia resulta de estudios comparados sobre la esta-
bilidad termica medida por la perdida de peso en estufa ventilada a
250 grados centigrados después de varios centenares de horas de
caldeo de la resina, y de ensayos de evaluación realizados sobre
los hilos esmaltados. Asi es como una secuación mediante un poliés-
ter tereftalato de etilenoglicol y de glicerina, hidroxilado, de cade-
nas bastante largas, esto es de peso molecular medio análogo al de
las resinas tereftalicas classicas, no modificadas, utilizadas en
el esmaltado, trae una notoria baja en la estabilidad térmica y
una reducción en la flexibilidad y en la firmeza ante el choque
termico, así como una caída de la termoplasticidad de una veintena
de grados centigrados respecto al empleo de una secuencia 3/2. Con
el empleo de una secuencia de 5/4 se observa una termoplasticidad
un poco menos buena, correspondiendo a una perdida de peso en cer-
ca del 5 % más fuerte después de 200 horas a 250 grados centigra-
dos, que en la secuencia 3/2.

La secuencia 4/3 da resultados muy proximos a los de la secuen-
cia 3/2 y podria ser asimilada a ésta. En efecto, en la fabricación
de un poliéster de secuencia 3/2 es probable que este contenga una
pequeña parte de poliéster hidroxilado superior, como 3/4, y la
elección de proporciones relativas a un poliéster 3/2 teórico tiene



por objeto minimizar o suprimir la posibilidad de una presencia de secuencia que alcance o pare el 5/4.

La elección del ácido tereftálico preferentemente a un otro diácido aromático comercial disponible, como el ácido isoftálico, menos caro, es debida a comprobaciones análogas.

Por la substitución del ácido isoftálico al ácido tereftálico en los poliésteres de secuencias variables, la termoestabilidad se halla un poco modificada, pero la flexibilidad, tanto a la temperatura ambiente como después del choque termico sufre una neta pérdida.

De igual modo, el empleo del etilenglicol y de la glicerina preferentemente a otros dioles o trioles es resultado de un estudio sistemático de las diversas combinaciones.

Así sucede que el reemplazo del etilenglicol por el neopentilglicol trae, contra lo que podría esperarse, un aumento de pérdida de peso después de 500 horas a 250 grados centígrados, una baja de la flexibilidad y en la firmeza ante el choque termico.

El reemplazo del etilenglicol por el ciclohexanodimetanol es asimismo perjudicial con relación a las características que se han citado.

El empleo conjunto del etanol amina reduce la flexibilidad. La substitución del trimetilopropano a la glicerina mejora la termoestabilidad inicial, pero las curvas de las dos resinas se cruzan después de 700 horas a 250 grados centígrados. Por el contrario, la flexibilidad y la termoplaticidad resultan reducidas.

El ensayo de combinaciones diversas por reemplazo del ácido tereftálico por el isoftálico; del etilenglicol por otros dioles y de la glicerina por otros trioles, confirma el interés tecnológico y económico de un poliéster tereftalato de etilenglicol y de glicerina del tipo 3/2, preferentemente a todo otro.



Para ser utilizado como barniz de esmaltar, el poliéster imi-
da conseguido de acuerdo con la invención, fabricado en un medio
solvente de cresol, es disuelto por adición de éste hasta la viscosi-
dad deseada y recibe una debil agregación del agente de maduración
5 tetraoctilo titanato o de tetrabutiletitanato.

A continuación se exponen ejemplos que sirven para mostrar
los medios de preparación empleados y luego unos cuadros compara-
tivos de los resultados obtenidos sobre hilos esmaltados.

Ejemplo 1

10 1º) Preparación del poliéster tereftálico 3/2.

En una bombona de 6 litros provista de una columna Vigreux,
se introduce: 930 g de glicol + 276 g de glicerol + 2.328 g de
dimetil tereftalato en un litro de xileno. Se agrega 2,7 g de litar-
girio como catalizador.

15 Se comienza el caldeo; el principio del ablandamiento se pro-
duce a los 80º C. Se agita. La temperatura sube progresivamente
hasta los 140º C en que se produce la ebullición y la destilación
de la mezcla xileno metanol. Se continua el caldeo hasta los 240º C
comprobando que la temperatura en lo alto de la columna Vidreux
20 no pase de la temperatura de ebullición del xileno. La reacción
dura entre cuatro y cinco horas.

La cantidad de xileno y de metanol eliminados es de 1.595 g;
la teoria da 1.598 g; el rendimiento es pues del 99%.

25 La cantidad del poliéster tereftalico recuperado es de 2.706 g;
la teoria da 2.786 g; el rendimiento ha sido de 97%.

2º) Preparación del barniz de base T.A.T. + poliéster 3/2.

30 En una bombona de un litro se introduce: 200 g de T.A.T. + 156
g poliéster tereftalico 3/2 en 700 g de cresol. Se agita. Se caldea
el conjunto durante 6 horas a 210º C; después se deja enfriar y se
añaden 700 g de cresol. Se obtiene un barniz con concentración del



23%.

Ejemplo 2

1º) Preparación de un poliéster tereftálico de cadenas largas.

5 En una bombona de un litro provista de columna Vigreux, se introduce: 34,1 g de glicol + 23 g de glicerol + 145,5 g de DMT en 100 g de xileno. Se agregan 200 mg de litargirio como catalizador.

10 Se opera como se ha dicho para la fabricación del poliéster tereftálico 3/2. La reacción dura 3 horas; las temperaturas máximas son de 250º C en la bombona y de 140º C en lo alto de la columna Vigreux.

La cantidad de CH_3OH y de xileno recogida es de 144 g; la teoría da 148 g; el rendimiento es por tanto de 97%.

2º) Preparación del barniz: T.A.T. + poliester tereftalico con cadenas largas.

15 En una bombona de un litro, se introduce: 31 g de T.A.T + 154 g de poliester precedente en 720 g de cresol. Se agita y se caldea durante una hora a 203º C; luego se deja enfriar. Se obtiene un barniz con concentración del 20 %.

Ejemplo 3

20 1º) Preparación del poliéster tereftálico 3/2 modificado con neopentilglicol.

En una bombona de tres litros, se introduce: 520 g de neopentilglicol + 776 g de DMT y 92 g de glicerol en 220 g de xileno. Se agrega 1,132 g de litargirio como catalizador.

25 Se opera como se ha dicho para la fabricación del poliéster tereftálico 3/2. La duración del caldeo es de cuatro horas y la temperatura máxima de 240º C.

La cantidad de xileno y de metanol eliminada es de 459 g; la teoría da 476g, el rendimiento es pues del 96 %.

30 2º) Preparación del barniz T.A.T + poliester 3/2 con neopentilglicol.



En una bombona de un litro, se introduce: 100 g de T.A.T. + 97 g de poliester 3/2 por encima con 500 g de cresol. Se caldea durante siete horas a 205° C y se agregan 260 g de cresol.

Se obtiene un barniz con concentración del 20 %.

5 Ejemplo 4

1º) Preparación del poliéster tereftálico 3/2 modificado con ciclohexano dimetanol.

En una bombona de tres litros, se introduce: 720 g de ciclohexano dimetanol + 776 g de DMT y 92 g de glicerol en 200 g de xileno. Se añade 1,332 g de litargirio. Se agita. Se calienta progresivamente el conjunto hasta 140° C. Hay entonces destilación de mezcla xileno metanol. La temperatura sube enseguida hasta 210° C y entonces se produce cristalización en el producto. Se detiene el caldeo.

La cantidad de xileno y metanol eliminados es de 440 g; la teoría da 476 g, el rendimiento es del 92 %.

2º) Preparación del barniz T.A.T + poliester 3/2 anterior.

En una bombona de un litro se introduce: 100 g de T.A.T. + 114,4 g del poliester antes citado, con 500 g de cresol. Se caldea durante siete horas a 210° C. Se deja enfriar (ligera recristalización). Se añade 300 g de cresol. Se obtiene un barniz con concentración del 21 %.

15 Ejemplo 5

1º) Preparación del poliester 3/2 modificado con neopentilglicol y trimetilol propano.

En una bombona de tres litros, se introduce: 520 g de neopentilglicol + 776 g de DMT + 134,18 g de trimetilol propano en 220 g de xileno. Se agrega 1,174 g de litorgir o como catalizador.

El modo de operar es el mismo de la preparación del poliester 3/2. La duración del caldeo es de cuatro horas, La temperatura máxima es de 230° C.



La cantidad de xileno y metanol eliminados es de 470 g; la teoría da 476 g, el rendimiento es del 98 %.

2ª) Preparación del barniz T.A.T + poliester 3/2 anterior.

5 En una bombona de un litro se introduce: 100 g de T.A.T + 100,8 g de poliester del antes preparado, en 500 g de cresol. Se agita. Se caldea durante seis horas a 205º C y se añade 300 g de cresol. Se obtiene un barniz de 20 % de concentración.

Ejemplo 6

1ª) Preparación del poliester 3/2 modificado con ácido isoftálico.

10 En una bombona de tres litros provista de columna Vitreux, se introduce: 310 g de glicol + 92 g de glicerol + 664 g de ácido isoftálico con 220 g de xileno. Se agrega 900 mg de litargirio como catalizador.

15 La cantidad de xileno y de agua eliminados es de 350 g, la teoría da 364 g, el rendimiento es del 96 %.

2ª) Preparación del barniz T.A.T. + poliester 3/2 preparado antes.

20 En una bombona de un litro se introduce: 100 g de T.A.T + 78 g de poliester 3/2 preparado antes, con 500 g de cresol. Se agita. Se caldea durante seis horas a 205º C y se añaden 300 g de cresol. Se obtiene un barniz con concentración del 18 %.

Los dos cuadros siguientes dan datos de resultados conseguidos con barnices preparados de acuerdo con los seis ejemplos anteriores.

Cuadro comparativo de ensayos con hilos esmaltados

Velocidad de esmalte 8 á 9 m/mm. Cocción 370º - 460º - 420º C

25

Ejemplos	Flexibilidad del esmalte			Choque termico 1 hora a		Termoplasticidad bajo carga de 1 Kg Elevación temp. 80º C/hora
				150º C	180º C	
1	B	B	B	B 1	B 1	210º C
2	B	M	B	(M 1 B 3	(M 1 B 3	180º C

30



3	B	M	M	M 1	-	180° C
4	B	M	M	(M 1 B 2)	M 3	178° C
5	B	M	M	B 1	B 1	188° C
6	B	B	B	B 1	(M 1 B 3)	170-175° C

5

La tres columnas relativas a la flexibilidad del esmalte corresponden de izquierda a derecha: a un ensayo del bucle antes del alargamiento, a un ensayo del bucle después de un alargamiento del 25 % y a un ensayo por enrollamiento sobre el propio diametro del hilo y alargamiento del 25 %. La letra B corresponde a un buen resultado y la letra M a un mal resultado. Las cifras 1, 2 ó 3 escritas en las columnas de Choque termico indican que el diametro sobre el que el hilo ha sido enrollado es el propio del hilo, o dos veces el de éste o tres veces.

10

15

Ensayos de aguante a los solventes y a la abrasión han mostrado que el esmalte del primer ejemplo es el que más firmeza presenta en comparación con los otros cinco.

Cuadro de pérdidas en estufa ventilada a 250° C

Ejemplos	Pérdidas de peso		
	Perdidas de peso en 300 horas	Perdidas de peso dá 300 a 400 horas	Tanto por ciento de pérdida por hora
1	28 %	4 %	0,04
2	42 %	8 %	0,08
3	42 %	4 %	0,04
4	32 %	4 %	0,04
5	35 %	2 %	0,02
6	36 %	3 %	0,03

25

N O T A

30

EN RESUMEN, la patente de invención que, por veinte año se so-



licita registrar en España debera recaer sobre las siguientes reivindicaciones:

5 1ª.-Procedimiento de preparación de resinas mixtas poliésteres y polímidas aplicables especialmente para esmaltar conductores eléctricos, que comporta la esterificación de una diimida trimelítica con grupos carboxilos libres mediante un poliéster que contenga grupos (OH) reactivos en un medio solvente, caracterizado en que se hace reaccionar dichos componentes en una relación tal que se obtenga el mismo número de funciones libres (OH) en los extremos del poliéster que de funciones carboxilos en la diimida.

15 2ª.-Procedimiento de preparación de resinas mixtas poliésteres y polímidas de acuerdo con la reivindicación anterior, caracterizado en que el poliéster utilizado es un poliéster tereftálico de corta cadena formado por la combinación de dos moléculas de ácido tereftálico o de uno de sus derivados con tres moléculas de poliol.

3ª.-Procedimiento de preparación de resinas mixtas poliésteres y polímidas, de acuerdo con la reivindicación 2ª, caracterizado porque en ella el poliol está formado con etileno-glicol y glicerina en relación molar de cinco a uno.

20 4ª.-Procedimiento de preparación de resinas mixtas poliésteres y polímidas, de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado en que la diimida trimelítica resulta de la condensación del anhídrido trimelítico con la metilenedianilina en relación molar de dos a uno.

25 5ª.- Por último se reivindica como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que, por veinte años se solicita registrar en España, -----

p o r

30 "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE RESINAS MIXTAS POLIESTERES Y POLIMIDAS APLICABLES ESPECIALMENTE PARA ESMALTAR CONDUCTORES ELECTRICOS "



Todo conforme queda expresado en la presente Memoria Descrip-
tiva que consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una
sola cara.

Madrid, 20 JUL. 1966

P.A.
PEDRO FELIUMAÑA
P.P.

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed name 'PEDRO FELIUMAÑA'. The signature is highly cursive and extends across the width of the typed name.

32444

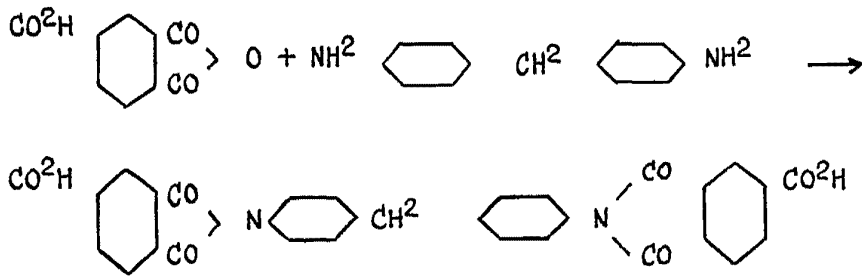


FIG. 1

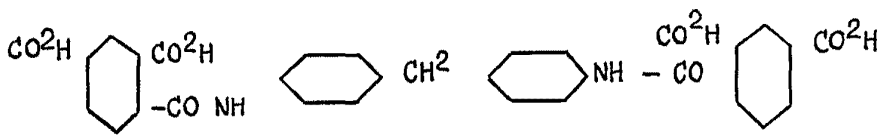


FIG. 2

Madrid, 21 JUL 1966
P.A.

PEDRO FERNANDEZ
[Handwritten signature]