

334403



PATENTE DE INVENCION

U.S.A. Ser. N° 513.535

Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN POLVO DE
MOLDEO EPOXIDADO".

Solicitante: MORTON INTERNATIONAL, INC., entidad norteamericana, residente en : 110 North Wacker Drive, CHICAGO, ILLINOIS, EE.UU. de A.

Este invento se refiere a composiciones epoxídicas, y especialmente a composiciones tales que sean adecuadas para usarse en las operaciones de moldeo, tales como la compresión, la inyección y el moldeo en dos fases.

5.

13 DIC



- Es ya conocido el preparar compuestos de moldeo epoxídicos que contengan una resina epoxídica y una proporción de un agente de degradación o curado, suficiente para curar o endurecer la resina. El agente de endurecimiento o curado, se utiliza normalmente en cantidades aproximadamente estequiométricas con los grupos epóxido no reaccionados de la resina, y puede ser un anhídrido de un ácido orgánico y básico u otro polibásico, una diamina, un compuesto de urea, una dianilina, una poliamida, una resina fenólica, etc. Este invento se relaciona con perfeccionamientos en sistemas de compuestos epóxidos para el moldeo, en los que se emplea un anhídrido como agente de curado.
5. Constituye un objeto general de este invento, el proporcionar compuestos epoxídicos de moldeo nuevos y útiles, de la naturaleza descrita.
10. Otro objeto de este invento es proporcionar un compuesto de moldeo nuevo y útil, del tipo en el que se emplea un anhídrido como agente de curado, y se añade un acelerador o catalizador para actuar conjuntamente con el anhídrido, agente de curado, a fin de obtener una velocidad de curado más rápida.
15. Otro objeto de este invento es proporcionar un compuesto de moldeo de acuerdo con cualquiera de los objetos anteriores, dotado de una buena conservación en almacén, y que tenga una velocidad de curado más rápida, que el asequible mediante el uso de un anhídrido solamente.
20. En los procedimientos de moldeo por compresión
- 25.
- 30.



- o inyección, las mitades de los moldes se adaptan entre sí y se introduce bajo presión, a través de un canal o similar, un compuesto de moldeo, por ejemplo, finamente dividido o pulverulento o incluso líquido. Cuando
5. se usan los compuestos sólidos de moldeo, se convierten al estado líquido o fundido, y ésto se realiza a menudo durante el paso del compuesto a través del canal utilizando el calor del molde que se mantiene a la temperatura de moldeo. Estas composiciones de moldeo
10. son corrientemente termoestables, por ejemplo, en forma de pre-polímeros y el molde se mantiene a una temperatura suficientemente elevada para completar las polimerizaciones del compuesto de moldeo al formar el artículo moldeado.
15. Los compuestos de moldeo utilizados en estos procedimientos, son corrientemente de fluencia libre durante solo una longitud de fluencia muy corta, precisando presiones elevadas para introducir el compuesto de moldeo en la cavidad del molde, de tal modo
20. que el compuesto de moldeo llega a la cavidad del molde antes de transformarse en una mezcla sólida. Así, es excesivamente difícil la conducción de algunas operaciones deseables de moldeo. Por ejemplo, cuando se desea encapsular o revestir un artículo frágil, tal
25. como un interruptor de vidrio Reed, diodos y análogos, con un material plástico, el artículo se suspende en el moldeo, pero la presión de introducción para el compuesto de moldeo puede ser tan elevada que llegue a romper el artículo frágil. Las presiones inferiores
30. no serían suficientes para la introducción del compuesto

13 DIC.



de moldeo en el molde antes de la solidificación, y el revestimiento o encapsulado deseado no se realizaría de este modo.

5. Constituye por tanto, otro objeto de este invento, el proporcionar un compuesto epoxídico de moldeo, nuevo y útil, dotado de buenas características de fluencia antes de cuajarse a temperaturas aproximadamente de moldeo, de tal modo que el compuesto pueda introducirse en un molde utilizando una baja
10. temperatura sin su estabilización en el canal, de tal manera que el compuesto de moldeo puede utilizarse para encapsular o revestir artículos frágiles susceptibles de romperse en el molde por las presiones elevadas.
15. Otros objetos de este invento resultarán evidentes de la descripción siguiente.
- Se ha descubierto que estas composiciones epoxídicas, por ejemplo, composiciones de encapsulado, fundición, revestimiento y, especialmente, moldeo, que
20. contienen un anhídrido como agente de curado, tienen una velocidad perfeccionada de curado, comunicado a las mismas por la inclusión de un compuesto órgano-metalico que sea compatible y miscible con la resina epoxídica del compuesto. Las composiciones epoxídicas
25. pueden ser líquidas o sólidas, pero en la forma preferida, son compuestos sólidos de moldeo. El compuesto órgano-metalico utilizado en las composiciones a que este invento se refiere, es un compuesto órgano-cinc, ventajosamente una sal o jabón de un ácido carboxílico,
30. por ejemplo, un ácido carboxílico de C_2 a C_{20} de cadena



abierta, con preferencia un ácido graso. Resulta especialmente útil en las composiciones de este invento, el estearato de cinc. Los ejemplos de otros compuestos órgano-cinc incluyen las sales o jabones de cinc de los ácidos acético, pentanoico, cáprico, caprílico, mirístico, caproico, oleico, linoleico, etc., así como las sales de ácidos dicarboxílicos y los alcoholatos y otros complejos y compuestos de cinc. Los ácidos dicarboxílicos más específicos son, por ejemplo, los ácidos de los anhídridos que se indican a continuación como agentes de curado.

Aunque los compuestos de este invento se discuten luego haciendo referencia a compuestos de moldeo, es evidente que este invento se destina para poderse aplicar a otros compuestos o composiciones epoxídicas. El anhídrido puede usarse en el compuesto de moldeo, en las cantidades corrientes o, más a menudo, en cantidades ligeramente inferiores a las convencionales. Por ejemplo, el anhídrido puede usarse en cantidades inferiores a las estequiométricas, incluso inferior a la mitad de la cantidad estequiométrica, para el curado efectivo de la resina epoxídica. Con preferencia, el anhídrido se utiliza en cantidades desde alrededor de 0,5 a 1,5 veces aproximadamente la cantidad estequiométrica, aunque puede utilizarse en proporción superior o inferior. Sin embargo, la cantidad de anhídrido utilizado, ha de ser suficiente para proporcionar el curado deseado en combinación con el compuesto de cinc, pero debe ser insuficiente para diluir el producto curado hasta un grado que reduzca las

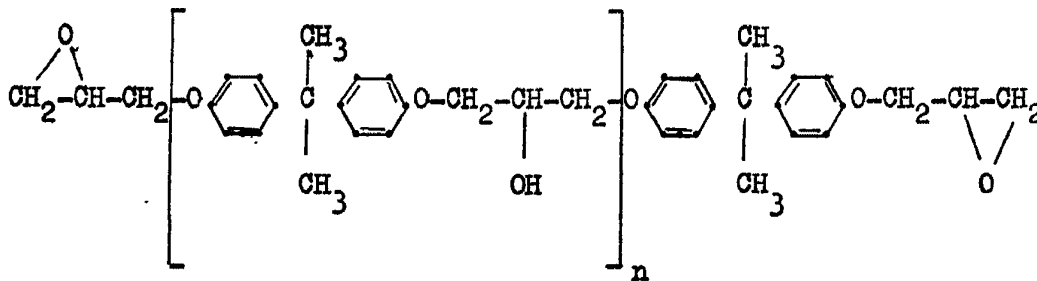


propiedades deseadas del producto moldeado final.

- Los jabones metálicos pueden funcionar como agentes de soltura para los moldes de resinas epoxídicas, y se trata de que el compuesto de cinc presente se utilice en una cantidad superior a cualquier proporción necesaria para comunicar propiedades de soltura en el molde. Cuando se incluyen en la composición otros agentes de soltura del molde para proporcionar al molde las propiedades adecuadas de soltura o separación del mismo, y el compuesto de cinc no necesita funcionar como agente de soltura del molde además de su función como actuante conjunto con el anhídrido, el compuesto de cinc se utiliza comúnmente en una cantidad comprendida entre 0,1 y 25% en peso sobre la base de la resina epoxídica. Cuando el compuesto de cinc se incluye para el fin adicional de soltura o separación del molde, la cantidad de 0,1 a 25% es superior a la proporción necesaria para la buena separación del molde. Por ejemplo, se requiere por lo menos, de 3 a 4% de estearato de cinc para la soltura del molde en la mayor parte de las composiciones epoxídicas, y más corrientemente se necesita alrededor del 5% de estearato de cinc sobre la base de la resina epoxídica. Así, cuando el compuesto de cinc ha de utilizarse como compuesto de soltura del molde además de su función de curado, se utilizará ventajosamente en una proporción comprendida entre 5 y 30% en peso, y con preferencia alrededor de 7 a 20% en peso, sobre la base de la resina epóxido.
5. En las composiciones a que este invento se
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



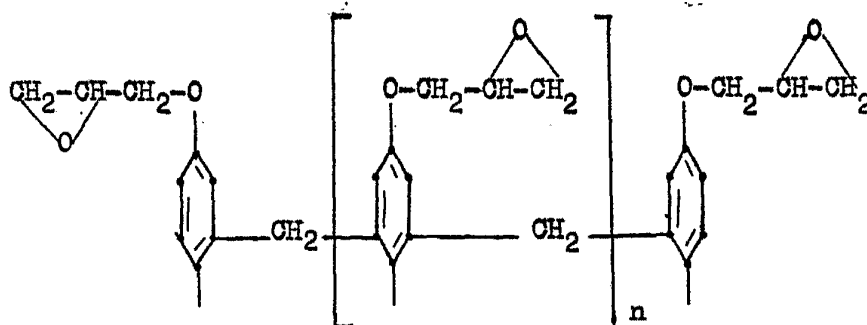
- refiere, pueden utilizarse como resina epoxídica cualesquiera de las resinas epoxídicas para el moldeado de compuestos. La resina epoxídica puede ser, por ejemplo, un poliéter polímero de un fenol dihidrico, o un éter glicidílico de un fenol polihidroxílico, tal como el éter diglicidílico de bisfenol A que se forma por la reacción de un ligero exceso molar de epiclorhidrina con bisfenol A. El éter diglicidílico de bisfenol A, puede identificarse por la fórmula estructural siguiente:



- en la que n representa el número de unidades repetidas en la cadena de la resina, indicando el peso molecular de la resina. El verdadero número representado por n no es taxativo, aunque una variación en n hará variar corrientemente el peso molecular de la resina. Las resinas de la fórmula anterior incluyen las series de resinas Epon, por ejemplo, Epon 834, Epon 1001, Epon 1002, Epon 1031, Epon 1009; las resinas Epi-Rez, por ejemplo, Epi-Rez 515 y Epi-Rez 5163; las resinas Genepoxi; las resinas Araldite, y similares.
- Como otro ejemplo de resina epoxídica, puede citarse, una resina Novolaca epoxidada, susceptible de representarse como dotada de la estructura



general siguiente:



- en la que n tiene el significado antes descrito. Estas incluyen los compuestos epoxídicos suministrados por Koppers Co., Inc., con los nombres comerciales Kopox, por ejemplo, Kopox 357 ó 357A, Kopox 655, Kopox 737A y Kopox 997A, algunas de las cuales son resinas de Cresol Novolaca epoxidadas, en las que el anillo benceno de la fórmula anterior está substituído por un radical metilo. Estas resinas Kopox tienen típicamente propiedades tales como:

PROPIEDADES TÍPICAS DE RESINAS EPOXIDADAS KOPPERS, SIN CURAR.

	Kopox 357A	Kopox 737A	Kopox 997A
Peso molecular aproximado.....	540	1080	1270
Funcionalidad,			
a. (ver fórmulas estructurales)....	0.3	1.2	1.6
b.	1.7	3.8	4.4
Funcionalidad epoxídica.....	2.7	4.8	5.4
Peso equivalente de epóxido.....	200	225	235
Peso equivalente de esterificación..	90	90	90
Punto de reblandecimiento (Durrans), °C.....	35	73	99
Peso específico a 25°C/4°C.....	1.12	1.16	1.19
Contenido oxirano-oxígeno,			
Peso %.....	7.2-7.6	7.0-7.4	6.6-7.0
Cloro total, peso %.....	0.5	0.5	0.5
Cloruros iónicos, partes por millón.	50	50	50

Estos compuestos epoxídicos, por ejemplo, los Kopox, tienen una funcionalidad epoxídica superior



- a 2 y pueden usarse solos o en combinación con otros compuestos epoxídicos. Comunican propiedades más rápidas de curado al compuesto de moldeo, debido a dicha funcionalidad más elevada, sin disminuir materialmente las características de buena conservación en almacén, y figuran, por tanto, entre la clase preferida de resinas epoxídicas.
5. Otras resinas Novolacas útiles, incluyen ECN 1273 que es también una resina de cresol novolaca epoxidada y es de curado más rápido y se encuentra entre la clase preferida.
10. Además, la resina epoxídica puede ser una resina epoxídica modificada, por ejemplo, esterificada por un ácido adecuado, en los grupos hidroxilo próximos a los extremos de la cadena de la resina epoxídica.
15. El anhídrido agente de curado, puede ser cualquier anhídrido de un ácido dicarboxílico u otro policarboxílico, adecuado para degradar la resina epoxídica a temperaturas de curado. Estos incluyen, pero no se limitan a ellos, los siguientes: anhídrido ftálico, dianhídrido benzofenonetetracarboxílico (a continuación BTDA), el dianhídrido 1,2,3,4-ciclopentanotetracarboxílico (a continuación CPDA), anhídrido trimelítico, anhídrido náutico, anhídrido cloréndico, anhídrido hexahidroftálico, y similares. Otros anhídridos útiles como agentes de curado son Amoco TMX 220 que es aparentemente el producto de reacción del ácido trimelítico con el derivado de etilén glicol de ácido diacético, y Amoco TMX 330 que es el producto de reac-
- 20.
- 25.
- 30.



ción de la triacetina con anhídrido trimelítico; ambos productos de reacción están descritos en la Patente Norteamericana 3,183,248, a A.G. Hirsch.

5. Estos agentes de curado son bien conocidos en la técnica, y su selección o el empleo de otros anhídridos como agentes de curación en lugar de aquellos, no es taxativo para este invento.

10. Los agentes de soltura o separación de los moldes, distintos del compuesto de cinc, que son útiles para comunicar la propiedad de soltura del molde, incluyen compuestos tales como la cera carnauba, el estearato cálcico, el aceite Feck, la cera polymekon, las siliconas, la cera candelilla, etc. Estos ingredientes se utilizan normalmente en cantidades comprendidas entre alrededor de 1 y 5-10% en peso, aproximadamente, sobre la base de la resina, según su efectividad.

15. Los compuestos epoxídicos de moldeo a que este invento se refiere, pueden ser líquidos o sólidos e incluyen corrientemente una cantidad apreciable y corrientemente una proporción elevada de carga inorgánica. Estas cargas, generalmente en cantidades inferiores a las empleadas aquí, son convencionales en compuestos de moldeo, y pueden utilizarse las conocidas y disponibles para la técnica. Constituyen
20. ejemplos de cargas adecuadas, el carbonato de calcio, polvo de sílice, dióxido de titanio, talco, mica, desechos de película de mylar, carbonilo de hierro, barita, etc. Los compuestos sólidos de moldeo preferidos, por ejemplo, polvo, tienen la capacidad de
- 25.
- 30.



- acomodar y utilizar una proporción muy superior de estas cargas, con respecto a la que anteriormente había sido normal para los compuestos sólidos de moldeo. Otros ingredientes aditivos, tales como aceleradores, retardadores de llama y agentes de refuerzo, pueden incluirse también en estas composiciones.
5. Los compuestos epoxídicos de moldeo pueden prepararse calentando la resina epoxídica a una temperatura apreciablemente inferior a su temperatura de curado, por ejemplo, a una temperatura de unos 93,3°C para formar una masa caliente de resina líquida, vertiendo la resina caliente en un mezclador y mezclando la resina en el mismo con el anhídrido, el compuesto de cinc y la carga. Cuando se utilizan resinas epoxídicas sólidas a la temperatura ambiente, el líquido caliente constituye una sustancia derretida. Después de la mezcla completa, la masa resultante se vuelca a una bandeja y se deja enfriar. El enfriamiento puede ser por refrigeración a temperatura inferior a la ambiente, si se juzga necesario o conveniente. El material enfriado solidificado, se muele a continuación en forma de polvo como producto final. Cuando es necesario enfriar por debajo de las condiciones ambientales para solidificar la mezcla de resina y se desea proporcionar un producto pulverulento, el polvo molido resultante ha de mantenerse también refrigerado para retener su complejidad en partículas sueltas; sin embargo, si se desea un producto pastoso, la mezcla de resina se retira solamente de la refrigeración y se permite que se caliente
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



hasta la consistencia pastosa.

5. En la fabricación de los compuestos para el moldeo, en un procedimiento preferido, la resina epoxídica caliente se mezcla primero con el anhídrido y luego se añade el compuesto de cinc y la mezcla se mantiene a temperatura elevada durante un período de tiempo para polimerizarla o curarla parcialmente a fin de formar un prepolímero de la resina epoxídica y el anhídrido de ácido. La temperatura de polimerización parcial a que se forma el prepolímero, es inferior a la temperatura de polimerización completa, o sea, la temperatura que se utilizará para el curado del producto durante las últimas fases del moldeo.

10. Dado que la reacción de polimerización es exotérmica por naturaleza, es conveniente mantener la temperatura parcial apreciablemente por debajo de la temperatura completa, por lo menos, alrededor de 14°C y preferentemente por lo menos, 28°C por debajo de la temperatura de curado. Esta temperatura es todavía suficientemente elevada para formar el prepolímero. La temperatura, con preferencia, es también inferior a la temperatura conocida para los peritos en la materia como temperatura media para una mezcla de material epóxido y anhídrido de ácido; la temperatura media es la temperatura a que la reacción exotérmica se inicia en ausencia de refrigeración aplicada, y aumentará materialmente la temperatura de la mezcla a la temperatura de curado, sin aplicación de calor.

15. Los Ejemplos siguientes se facilitan para fines de ilustración y no se pretende que tengan

20. 25. 30.



carácter limitativo respecto a este invento. Salvo indicación en contra, todas las partes indicadas son ponderales.

EJEMPLO 1 -

5. En un mezclador Baker-Perkins, se mezclaron 16 partes de Epon 1001 y 8,9 partes de anhídrido clorédico que se elevaron a una temperatura de 93,3°C. Se añadieron 2 partes de estearato de cinc, seguidas por 0,3 partes de negro de carbón y 72,8 partes de sílice.
10. Después de mezclar íntimamente, la masa resultante se vertió en una bandeja de refrigeración, se permitió enfriarse a la temperatura ambiente y luego se molió para obtener una forma pulverulenta.

EJEMPLO 2 -

15. Se mezclaron a 93,3°C como en el ejemplo 1, 20 partes de Epon 1001, 6 partes de anhídrido nádicico y 2 partes de estearato de cinc, y a continuación se añadieron 0,5 parte de negro de carbón y 71,5 partes de sílice, se vertieron, se enfriaron y se molieron.

20. EJEMPLO 3 -

- Como en el ejemplo 1, se mezclaron 20 partes de Epon 1001, 3 partes de anhídrido trimelítico, y 2 partes de estearato de cinc, y a continuación se añadieron 0,5 parte de negro de carbón y 74,5 partes de sílice; se vertieron, enfriaron y molieron.
- 25.

Los productos de los ejemplos 1 a 3 se "curan" a temperaturas comprendidas entre 93,3 y 177°C, en un período de 1 a 5 minutos.

EJEMPLO 4 -

30. Como en el ejemplo 1, se mezclaron 20 partes



5. de Epon 1001 con 6 partes de BTDA, y 2 partes de estearato de cinc y a continuación se añadieron 61 partes de polvo de sílice, que luego se vertieron, enfriaron y molieron. El producto "cura" a 149°C de 1 a 2 minutos aproximadamente.

EJEMPLO 5 -

10. Se mezclaron, como en el ejemplo 1, 10 partes de Epon 1001, 10 partes de EGN 1273, 8 partes de TMX 330 y 2 partes de estearato de cinc a las que a continuación se añadieron y mezclaron 58 partes de polvo de sílice y 1 parte de pigmento; se vertieron, enfriaron y se molieron. El polvo resultante tenía un tiempo de curación de 1 a 2 minutos a unos 149°C.

EJEMPLO 6 -

15. Como en el ejemplo 1, se mezclaron 10 partes de Epon 1001, 10 partes de EGN 1273, 8 partes de TMX 220 y 2 partes de estearato de cinc, a los que se mezclaron 58,5 partes de polvo de sílice, se vertieron, enfriaron y molieron. El producto resultante tiene un período de curado de unos 5 minutos a 149°C.

EJEMPLO 7 -

25. Como en el ejemplo 1, se mezclaron 20 partes de Epon 1001, 4,2 partes de CPDA y 2 partes de estearato de cinc, añadiéndose a continuación, y mezclándose 73,3 partes de polvo de sílice y 0,5 parte de pigmento, a continuación se vertieron, enfriaron y molieron. El polvo resultante tiene un tiempo de curado de unos 5 minutos a 149°C, aproximadamente.

EJEMPLO 8 -

30. Se preparó un compuesto epóxido estable, de



- fluencia prolongada y baja presión, mezclando íntimamente una fundición de 250 partes de Kopox 657 A (policondensado de epiclorhidrina y Novolaca de ortocresol formaldehído y 250 partes de Epon 1001 (producto de policondensación normalmente sólido de bisfenol A y epiclorhidrina con un peso equivalente de epóxido de 425 a 550 y una viscosidad Gardner-Holdt de D a G a 40% de contenido de productos no-volátiles en disolvente Dowanol DB a 25°C) a 98,9°C y mezclando durante
5. 5 minutos hasta conseguir la homogeneidad. A continuación se añadieron 300 partes de anhídrido ftálico y la mezcla se continuó durante 10 minutos. El caldeo se interrumpió, y se añadieron 25 partes de cera candelilla como compuesto de soldadura del molde, y 30 partes de producto coloreado. Se añadieron también 2200 partes de sílice como material de carga y se continuó la operación de mezclado durante 5 minutos hasta que los sólidos estuvieron completamente dispersados en mezcla íntima con el producto fundido. Mientras la
10. mezcla estaba todavía a temperatura elevada, por encima de 85°C se añadieron 100 partes de estearato de cinc y la mezcla se prosiguió para mezclar íntimamente el estearato de cinc, durante 6 minutos, obteniéndose una masa viscosa que luego se enfrió hasta la solidificación en forma de terrones duros y separados, que
15. se molieron hasta una consistencia arenosa para formar un polvo sólido de moldeo. El producto del ejemplo 8 puede curarse hasta una masa plástica y sólida completamente polimerizada, a una temperatura de unos 149°C,
20. en 2 o 3 minutos, utilizando presiones de introducción
- 25.
- 30.



en el molde inferiores a $2,10 \text{ kg/cm}^2$.

- La composición del ejemplo 8 se ensayó en un molde de husillo Hull preparado para el ensayo de la fluencia longitudinal. Este aparato es un molde constituido generalmente por dos mitades de superficies planas fronterizas; la superficie de una mitad del molde incluye una cavidad en espiral prolongada desde la parte central de aquélla, hacia el exterior con una distancia curvilínea media ligeramente superior a 2,60 metros. A través de la otra mitad del molde se dispone un canal para la introducción del compuesto de moldeo al extremo central de la cavidad en espiral. Utilizando el compuesto de moldeo del ejemplo 8 (después de su conservación a la temperatura ambiente durante 14 días) introducido en el molde Hull en espiral en una prensa Hull 359E de 10 toneladas a unos $99,4 \text{ kg/cm}^2$, velocidad plena de transferencia, bajo una presión de introducción inferior a $2,1 \text{ kg/cm}^2$ con el molde mantenido a $149^{\circ}\text{C} \pm 2,78^{\circ}\text{C}$ y después de 2 minutos de curado, se comprobó que el compuesto moldeado salía del otro extremo o extremo exterior de la cavidad de moldeo, y por tanto, había fluido en una longitud superior a 2,60 metros sin solidificarse. Otro ejemplo del ejemplo 8 después de conservarse a la temperatura ambiente durante 2 meses, circuló 152,4 cm en el molde, en las mismas condiciones acusando un buen resultado después de almacenamiento extendido, o sea, unas buenas propiedades para la conservación en almacén. Se realizó el mismo ensayo en polvos de moldeo convencionales con las mismas condiciones, excepto que la presión de introduc-



ción de 2,1 kg/cm² fue la que se utilizó y se comprobó que estos polvos de moldeo fluían en grado considerablemente inferior que en la cavidad en espiral del molde. Por ejemplo, un material de prolongada fluencia, identificado como resina Pacífico EMC-90 circuló solamente 132 cm en las mismas condiciones.

5.

Los polvos preparados de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 8, se moldearon en secciones de 12,7 mm de ancho sometidos a las temperaturas de curado siguientes, y durante los tiempos de curado indicados para demostrar sus propiedades de curación rápida, especialmente a temperaturas elevadas.

10.

	<u>Temperatura 2C.</u>	<u>Tiempo de curado, minutos.</u>
15.	121	9
	132	5
	149	3
	163	2.5
	177	2

15.

121

9

132

5

149

3

163

2.5

177

2

20.

EJEMPLO 9 -

Como en el ejemplo 1, se mezclaron 100 partes de Epi-Rez 515, 60 partes de anhídrido ftálico y 20 partes de estearato de cinc, y luego se añaden y mezclan 360 partes de carbonato cálcico; se vierte, se enfría y se muele. El producto cura a 149°C en 1 a 2 minutos.

25.

EJEMPLO 10 -

Como en el ejemplo 1, se mezclan 50 partes de Epon 834, 50 partes de Epon 1001, 45 partes de anhídrido ftálico y 20 partes de estearato de cinc a

30.



lo que luego se añaden y mezclan 370 partes de carbonato cálcico y 6 partes de negro nigrazina; se vierte, enfría y muele. El polvo resultante cura a 149°C, de 1 a 2 minutos.

5. EJEMPLO 11 -

Como en el ejemplo 1, se mezclaron 50 partes de Epon 1001, 50 partes de Epon 834, 50 partes de anhídrido ftálico y 10 partes de estearato de cinc, y a continuación se añaden y mezclan 350 partes de sílice, se vierte, enfría y muele. El polvo resultante tiene un tiempo de curado de 1 a 2 minutos a 177°C.

10. Los ejemplos anteriores indican los períodos mejorados de curado susceptibles de conseguirse con polvos de moldeo preparados de acuerdo con este invento. En otra serie de ensayos, una combinación de Epon 1001 y una cantidad estequiométrica de BTDA, precisó un período de curado de 12 minutos a 149°C. Una combinación de Epon 1001 y 12,5% en peso de estearato de cinc dió por resultado un producto heterogéneo parcialmente curado, al curarse durante un período de tiempo prolongado en las condiciones normales de curado, o sea a 149°C. Por contraste, una combinación de Epon 1001, la cantidad estequiométrica de BTDA y 12,5% de estearato de cinc, proporcionó un producto completamente curado en 2 minutos a unos 149°C. No fue posible, mediante cantidades crecientes de estearato de cinc y BTDA, en ausencia de uno u otro, obtener un polvo de moldeo que pudiera curarse análogamente en 2 minutos.

15. Constituye una ventaja de los compuestos

20.

25.

30.



- epoxilizados de moldeo a que este invento se refiere, el que pueden aceptar cantidades elevadas de carga, como demuestran los anteriores ejemplos, además, el polvo de moldeo tiene una reactividad elevada a las
5. temperaturas corrientes de moldeo, o sea, "cura" rápidamente aunque es también estable a la temperatura ambiente. Así, la condición especial de curado del compuesto de cinc y del anhídrido en combinación, parece proporcionar un efecto catalizador latente que permite una
10. elevada reactividad a temperaturas elevadas, y una reactividad reducida a la temperatura ambiente. Los productos formados por curado de los compuestos de moldeo tienen elevadas resistencias a la tensión, flexión y compresión, buenas propiedades eléctricas y
15. excelente resistencia a los productos químicos, tales como ácidos, disolventes, líquidos corrosivos y gases corrosivos. Los productos moldeados partiendo de dichas composiciones, tienen también buena resistencia a la degradación y a la deformación por temperaturas elevadas.
- 20.

La anterior descripción detallada se facilita para la mejor comprensión solamente y no significan limitaciones innecesarias del invento, ya que a los peritos en la materia se les harán evidentes distintas modificaciones de introducción posible.

25.

- 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 de modifica-

30.



- ciones 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 13 de Diciembre de 1965, bajo el N^o Ser. 513.535, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden Los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de In ven ción, por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN POLVO DE MOLDEO EPOXIDADO"; caracterizándose por lo siguiente:
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- 1^a.- Procedimiento para preparar un polvo de moldeo epoxidado, sólido y estable a la temperatura ambiente y de gran reactividad a la temperatura de curado, caracterizado porque comprende mezclar una resina epoxídica, que tiene su radical epoxido de la estructura $\text{CH}_2 - \text{OH}$, y que se deriva de la epíclorhidrina con un agente de curado compuesto por un anhídrido policarboxílico, en una cantidad del orden de alrededor de 0,5 a 1,5 veces aproximadamente la proporción estequiométrica basada sobre dicha resina epoxídica y con una cantidad efectiva de un compuesto de soldadura del molde, en una cantidad del orden de 0,1 al 25% en peso sobre la base de dicha resina epoxídica, constituido por una sal de cinc de un ácido carboxílico, C₂ a C₂₀.
- 2^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el compuesto de soldadura del molde es el estearato de cinc.
- 3^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el anhídrido, agente de curado, se elige de la clase constituida por anhídrido

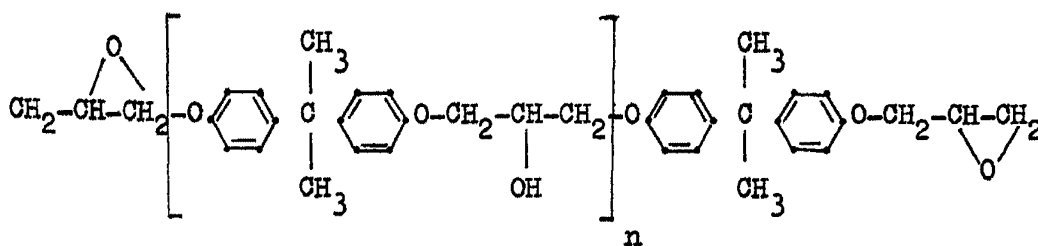


ftálico, dianhídrido benzofenonetetracarboxílico, el dianhídrido 1,2,3,4-ciclopentanotetracarboxílico, anhídrido trimelítico, anhídrido nádic, anhídrido cloréndico, anhídrido hexahidroftálico, producto de reacción de ácido trimelítico con el derivado de ácido diacético del etilén glicol, y producto de reacción de triacetina con anhídrido trimelítico.

5.
 10.
 15.

4^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el agente de curado anhídrido policarboxílico, se halla presente en una cantidad del orden de 0,5 a 1,5 veces aproximadamente la proporción estequiométrica basada en dicha resina epoxídica, y el compuesto órgano-cinc es de alrededor de 5 a 30% aproximadamente en peso de estearato de cinc sobre la base de dicha resina epoxidada.

5^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque dicha resina epoxídica es el producto de policondensación de bisfenol A y epiclorhidrina, de fórmula estructural:



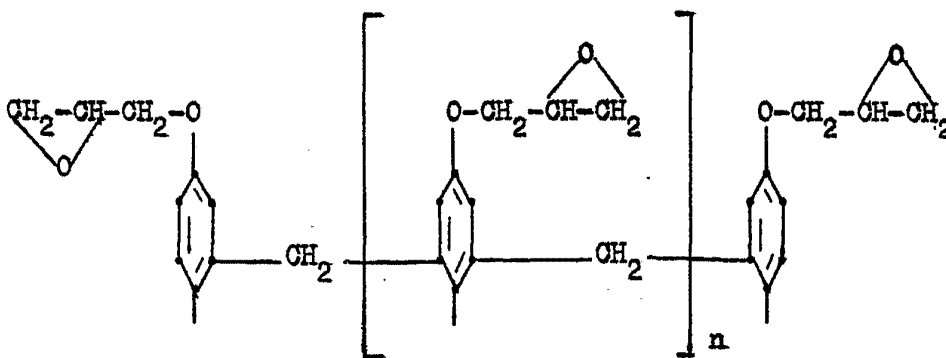
en la que n representa el número de unidades repetidas en la cadena de resina, indicando el peso molecular de la resina.

6^a.- Procedimiento, según la reivindicación

13 Dic



ción 1ª, caracterizado porque dicha resina epoxidica es una Novolaca epoxidada, de fórmula estructural:



10. en la que n representa el número de unidades repetidas en la cadena de resina, indicando el peso molecular de la resina.

7ª.- "Procedimiento para preparar un polvo de moldeo epoxidado"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

15.

Esta Memoria consta de veintidos hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 13 Dic 1936

MORTON INTERNATIONAL, INC.,

J. GOMEZ ACERO Y MODEI

Por Firmados: J. Fernandez Ruiz