

339105

PATENTE DE INVENCION

=====

Folio 10503

=====

Memoria Descriptiva

sobre:



"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA
COMPOSICION DE RESINA EPOXIDO CURADA".

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

Este invento se refiere a composiciones
epoxídicas, útiles como adhesivos, especialmente
para la obtención de conexiones o adherencias de
metal con metal, en aparatos de fundición en vacío.

5. Al fundir lingotes de acero y aleaciones,

339103

10



- se desprende gas durante la solidificación del metal fundido, en un grado dependiente de la composición del metal fundido. En la obtención de acero "parcialmente desoxidado" se hallan presentes cantidades relativamente elevadas de gas en estado no-combinado, dado que no se añaden desoxidantes al metal, excepto pequeñas cantidades de aluminio. Durante la solidificación, los gases no-combinados se desprenden continuamente, y ésto, junto con otros distintos factores, da por resultado una variación acusada en las propiedades, entre distintas secciones del lingote. En la fabricación de aceros "calmados" (sin desprendimiento de gases), o "semi-calmados", el oxígeno se hace combinar con silicio, aluminio y otros agentes desoxidantes que se añaden antes de la colada del lingote o durante ella. Aunque los aceros tratados con desoxidantes tienen una composición más uniforme y contienen cantidades inferiores de gas en estado no-combinado, se halla presente hidrógeno u otro gas en cantidad suficiente para dar lugar a la formación de diminutas grietas o fisuras a través de la masa del lingote. Consiguientemente, es generalmente deseable desgasificar los distintos tipos de acero, con objeto de obtener lingotes de mejores cualidades en relación con sus características físicas y químicas a la vez.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

En algunos procesos metalúrgicos, la desgasificación se lleva a cabo antes de verter los lingotes, empleando un horno dotado de medios para la obtención del vacío con objeto de eliminar los componentes gaseosos de un baño de metal fundido. En otros

- 30.

339103

10



- procesos, tales como la fundición en vacío, los gases presentes en estado prácticamente no-combinado, se eliminan del metal fundido durante la colada de los lingotes. Un método especialmente rápido y eficiente para la fundición en vacío, utiliza un aparato que
5. contiene una caja de colada apoyada sobre, y unida a, un elemento de molde, con una composición de conexión o adherencia que proporciona un cierre temporal estanco al aire entre la caja y el molde, durante la colada del lingote. En este aparato, se conecta una bomba de vacío u otro medio de evacuación, a un paso de la parte inferior de la caja de colada, de tal modo que pueda evacuarse aire del molde vacío, y eliminarse los gases perjudiciales de la corriente de metal fundido,
10. al introducirla en la cavidad de moldeo. Después de colar el lingote, el cierre o adherencia entre la caja y el molde se rompe y la caja de colada se separa de tal modo que el lingote pueda extraerse.
- 15.

- Los resultados satisfactorios de este tipo de aparato de fundición en vacío, dependen en alto grado de la composición de cierre utilizada en la unión de la caja de colada y el elemento de moldeo. Además de tener una viscosidad adecuada para facilitar el manejo y la aplicación, la composición empleada ha
20. de tener las propiedades adhesivas cohesivas necesarias para formar y mantener un cierre impermeable al aire entre las partes metálicas. Además, es esencial que la composición esté dotada de la propiedad de "curarse" sin formar burbujas y convirtiéndose en una
25. masa tenaz y elástica entre límites separados de tem-
- 30.

339103



peratura, y en un tiempo relativamente corto. Una vez curada la composición, ha de ser susceptible de resistir temperaturas elevadas sin fundirse ni deteriorarse, mientras el lingotese vierte, y sin embargo, ha de ser tal que la caja de colada pueda separarse con facilidad después de terminarse la colada del lingote.

- 5.
- Aunque se han utilizado varios tipos de obturadores en los procesos de fundición en vacío,
10. las composiciones epoxídicas han sido en general las más satisfactorias cuando el cierre ha de exponerse a temperaturas elevadas. Como es bien sabido en la técnica, estas composiciones se preparan ordinariamente y se utilizan en forma de un sistema de "dos paquetes", con objeto de impedir el curado prematuro
15. de la resina durante el envío y el almacenamiento. Tal como se suministran, un paquete contiene el componente resinoso, y el otro, el componente de curado; ambos componentes se combinan y mezclan íntimamente en
20. el momento del empleo.

- Un obturador epoxídico de comportamiento excepcionalmente bueno en las aplicaciones de la fundición en vacío, se deriva de un primer componente que contiene una resina epóxido novolaca y un segundo
25. componente que contiene una poliamida resinosa junto con un agente amínico de curado para la resina epóxido novolaca. Si se desea, cualquiera de los componentes resina y agente de curado, o ambos, pueden contener una carga inorgánica. En comparación con
30. otros obturadores epoxídicos, de uso corriente, la



10 ABR. 1952

339103

- composición anterior de resina epoxídica novolaca posee, en sus dos estados, curada y sin curar, propiedades superiores con respecto a la aplicación fácil de la composición y el funcionamiento práctico del equipo de desgasificación, que precisa un cierre temporal estanco al aire. Sin embargo, en vista de los distintos procesos de trabajo y las varias temperaturas que comercialmente se presentan, es conveniente aumentar la flexibilidad o capacidad de adaptación de esta composición en su estado curado, y acelerar su tiempo de descomposición después de colarse el lingote, a fin de que el obturador de la ranura del molde pueda retirarse con gran facilidad. Salvo el caso de que la ranura esté completamente libre de composición curada, el cierre formado partiendo de material nuevo, para la operación siguiente de colada, tiende a agrietarse lo cual da por resultado un vacío menos efectivo.
- De acuerdo con este invento, se ha comprobado que las composiciones de resina epóxido novolaca, dotadas de flexibilidad mejorada y de características de descomposición deseadas, pueden obtenerse utilizando una resina epoxídica curada, obtenida con (A) 100 partes en peso de una mezcla resinosa de (1), 10 a 50% en peso de una resina epoxídica novolaca y (2), correspondientemente, 50 a 90% en peso de un poliéter glicidílico líquido de un fenol polihídrico que tenga un peso de equivalente epóxido de alrededor de 350 y 450, preferentemente un poliéter glicidílico de bis(4-hidroxifenil)dimetil metano con un peso epoxídico
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

339103

10 ABR



- equivalente de entre 375 y 410; (B) 30 a 50% partes en peso de silicato magnésico finamente dividido; (C) entre 50 y 100 partes en peso aproximadamente de una poliamida resinosa líquida con un índice de amina de, como mínimo 85, y (D) una amina alifática polibásica que constituya un agente de curado para la mezcla resinosa (A) en una cantidad en exceso de la necesaria para reaccionar estequiométricamente con dicha resina. Es en general conveniente preparar estas resinas epoxídicas curadas, mezclando entre sí un primer componente resinoso que contenga los componentes (A) y (B), y un segundo componente de curado que comprenda los constituyentes (C) y (D).
- 5.
- 10.

- Este invento, se representa en el dibujo adjunto, en el que:
- 15.

La figura 1 es un corte vertical de un aparato de fundición en vacío, acoplado, con la composición de este invento, y que forma un cierre en la unión de una caja separable de moldeo y de un molde para el lingote; y

20.

La figura 2 es un corte fragmentario, a mayor escala, del cierre.

- Con referencia a las figuras, un molde para lingotes o lingotera tiene una cavidad cilíndrica 2 convergente hacia el extremo inferior, y una ranura anular 3 en su superficie superior. La ranura 3 se prolonga alrededor de la circunferencia de la superficie superior del molde 1, y proporciona un soporte para la caja de colada anovable indicada en general en 5. En el interior de la ranura 3 existe un obtu-
- 25.
- 30.

339103

10 ABR. 1947



rador o cierre 4 constituido por la composición de obturación de este invento. El cierre 4 forma un obturador impermeable 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 un recipiente 5a para recibir el metal fundido a colar, y una sección inferior constituida por una cámara de vacío 5b directamente comunicada con la cavidad de moldeo 2. La pared transversal 5c contiene una abertura de colada 6 cerrada mediante un elemento fusible de cierre 7. Cuando el metal fundido se deposita en el recipiente 5a, el cierre 7 se funde y permite que el metal fundido pase a través de la abertura 6 y de la cámara de vacío 5b, al interior de la cavidad de moldeo 2. En el interior de la cámara de vacío 5b y unido al molde, se dispone un aislamiento refractario anular 8. Un tubo 9 conectado a una bomba de vacío (no representada), está enérgicamente sujeto en el interior de una abertura (no representada) situada en la pared lateral que conduce a la cámara de vacío 5b.
- 10.
- 15.
- 20.

- 25. Al montar y aplicar el aparato descrito anteriormente, los componentes de la composición epoxídica de cierre se depositan en la ranura anular de la superficie superior del cuerpo de moldeo o lingotera. A continuación, la caja de colada con la abertura en la pared transversal enérgicamente cerrada por un elemento de cierre fusible, se coloca sobre el molde de tal modo que el borde inferior de la cámara de
- 30.

339103



- vacío se coloque y empotre en la masa de composición obturadora o de cierre contenida en la ranura. El conjunto se deja reposar a continuación un período suficiente para permitir el curado completo de la
5. composición. El tiempo específico preciso, depende de la temperatura del molde acoplado. Para la cantidad de obturador corrientemente empleada, el curado puede llevarse a cabo en unas 2 a 7 horas a la temperatura ambiente, y en 10 minutos o menos a una temperatura de unos 93°C, pudiendo obtenerse un curado algo más rápido con ulteriores aumentos en la temperatura.
- 10.
- Una vez completado el curado y cerrada enérgicamente la abertura, se pone en funcionamiento la
15. bomba de vacío de tal modo que se evacue el aire y se establezca un vacío en el molde y la cámara de vacío. El metal fundido a colar, se deposita en el recipiente que constituye la sección superior de la caja de colada, utilizando una cuchara de transporte u otro
20. medio conveniente. En presencia del metal caliente, el elemento de cierre se funde y permite que el metal circule a través de la abertura de la pared transversal, y a través de la cámara de colada en vacío, al interior de la cavidad del molde. A causa del elevado
25. vacío establecido en una superficie próxima a la corriente de metal que se introduce, dicha corriente de metal se desintegra en una rociada de partículas finas de la que pueden eliminarse fácilmente los gases perjudiciales. La efectividad para retirar prácticamente
30. todos los gases sin combinar, se favorece además



339103

por la ebullición continua del metal que se recoge en el molde, y que resulta del elevado vacío desarrollado en la cavidad del molde.

- Si se desea, la desgasificación puede continuarse después de realizar la colada por completo, dado que el intervalo de colada es relativamente reducido y se tardan alrededor de 20 minutos antes de que el calor de máxima intensidad se haya conducido a través del molde al interior de la superficie del cierre. Esto puede conseguirse manteniendo o renovando el vacío después de haber insertado un cierre adecuado en el recipiente y de colocarse sobre el lado superior de la abertura de la pared transversal. Una vez terminada la operación de desgasificación, y después de que el calor en la superficie del cierre es suficiente para descomponer la composición de obturación, la caja de colada se separa de tal modo que el lingote pueda retirarse de la cavidad de moldeo.
- 5.
 - 10.
 - 15.

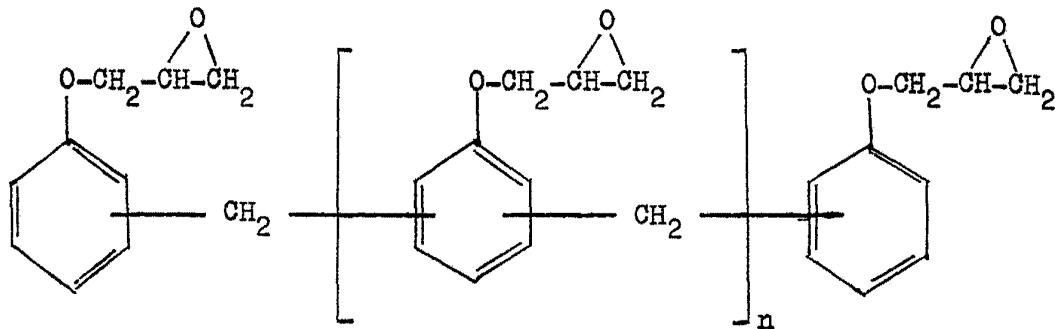
- Las resinas epoxídicas novolacas susceptibles de utilizarse en este invento, se obtienen por epoxilación de una resina base tipo novolaca constituida por una resina permanentemente fusible formada por la condensación de un fenol y un aldehído, por ejemplo fenol y formaldehído, en presencia de un catalizador ácido. Uno de los métodos convencionalmente usados en la preparación de resinas epoxídicas novolaca, comprende el hacer reaccionar el condensado fenol-aldehído con un epíclorhidrina, por ejemplo, epíclorhidrina, en presencia de un catalizador ácido.
- 20.
 - 25.
 - 30.

339103¹⁰ :37



resina epoxídica novolaca, se prefiere emplear una resina epoxídica novolaca líquida, con objeto de facilitar la mezcla de los demás ingredientes, y permitir la mayor facilidad de aplicación. Una re-

5. resina epoxídica novolaca especialmente adecuada tiene la fórmula general aproximada:



en la que n es 0,2 aproximadamente. La resina se caracteriza además por tener un peso de equivalente epóxido de alrededor de 172-179, un peso molecular de 2,2 veces el peso de equivalente epóxido, y una viscosidad comprendida entre 1400 y 2000 centipoises a 52°C aproximadamente.

15. Los poliéteres glicidílicos utilizados en mezcla con las resinas epoxídicas novolaca para la formación del compuesto resinoso, son los productos líquidos de condensación de fenoles polihídricos, tales como bis(4-hidroxifenil) dimetil metano, y las halohidrinan polifuncionales, tales como epíclorohidrina y glicerol diclorohidrina, que tienen un peso de equivalente epóxido comprendido entre unos 350 y 450 aproximadamente, y una viscosidad Brookfield que varía entre 450 y 16.000 centipoises a 25°C. Una resina preferida de este tipo, es un éter diglicidílico de bis(4-hidroxil) dimetil metano con uno de sus grupos
- 20.
- 25.
- 30.

339103

10 APR 1957



5. epóxido terminales reaccionado con glicerina, y que posea un peso de equivalente epóxido comprendido entre 375 y 410, y una viscosidad Brookfield comprendida entre 450 y 650 centipoises a 25°C. Una resina, modificada con glicerina, típica, de esta naturaleza, se encuentra en el comercio con la denominación de "Epirez 507".

10. Como es bien sabido en la técnica, el peso de equivalente epóxido representa el peso de la resina en gramos, que contiene 1 gramo de equivalente epóxido. El valor del peso de equivalente epóxido, se determina convencionalmente haciendo reaccionar una cantidad conocida de resina con una cantidad conocida de ácido clorhídrico y titulando de nuevo el ácido restante, para determinar su consumo.

15. La cantidad de resina de poliéter glicidílico, en mezcla con la resina epóxido novolaca, está comprendida entre 50 y 90% aproximadamente, preferentemente entre 60 y 70%, en peso, sobre la base del peso total de resinas epóxido novolaca y de poliéter glicidílico, utilizadas. Por lo menos, alrededor del 50% en peso de resina de poliéter glicidílico, es necesario para comunicar la flexibilidad precisa en la composición curada, para impedir la formación de pequeñas grietas durante el manejo, y permitir la fácil separación del equipo de fundición después de la colada, así como la retirada fácil del material curado de la ranura del molde. Por encima del 90%, aproximadamente, en peso, de resina de poliéter glicidílico, la composición curada no tiene capacidad suficiente

20.

25.

30.

339103

10 ABR



para mantener un cierre impermeable al aire, en presencia de un vacío elevado a altas temperaturas.

- Al formular el componente de curado para la mezcla de resina epóxido, puede utilizarse cualquiera de las poliamidas resinosas de peso molecular reducido, que tienen un índice de amina superior a 85. El "índice de amina" se define como los miligramos de hidróxido potásico equivalentes a la alcalinidad de la amina, en un gramo de muestra. Las resinas poliamídicas con un índice de amina muy inferior a 85, no son suficientemente reactivas con el componente de resina epóxido, para comunicar las propiedades de curado deseadas en el sistema a que este invento se refiere.

- Las poliamidas resinosas empleadas, se preparan por métodos bien conocidos en la técnica, condensando ácidos grasos poliénicos polímeros, tales como ácido linoleico dimerizado, y poliaminas y, en general, tienen una viscosidad comprendida entre 40 y 575 poises a 40°C, medida en un viscosímetros Brookfield modelo RVF, a 20 r.p.m., utilizando un "huso" nº 3. Entre las resinas que pueden emplearse, son típicas las resinas poliamídicas líquidas "Versamid 115", "Versamid 125", "Versamid 140" y similares. Las resinas semi-flúidas, tales como "Versamid 100", pueden emplearse también, pero se utilizan con preferencia en mezcla con las resinas líquidas en proporciones inferiores, de tal modo que la mezcla de resinas resultante posea una viscosidad adecuada a la temperatura ambiente. La preparación de las "Versamids" se describe en la Patente Norteamericana Nº 2.379.413.



- En el sistema de este invento, las poliamidas se utilizan especialmente por su efecto plastificante o de flexibilización sobre la composición curada. Con objeto de obtener composiciones curadas de una resistencia y flexibilidad necesarias para soportar los choques mecánicos, la poliamida resinosa se utiliza en cantidades variables entre 50 y 100 partes aproximadamente en peso, con respecto a la base de 100 partes en peso de resina epóxido novolaca y poliéter glicidílico líquido. Cuando se usan menos de 50 partes, la composición curada tiende a transformarse en gaseosa, mientras que las composiciones que contengan más de 100 partes de la resina poliamídica, dan por resultado materiales quebradizos, fácilmente fisurados.
5. Aunque la resina poliamídica comunica propiedades de curado a la composición, el empleo de un agente amínico de curado para el componente de resina epóxido es esencial para obtener un curado relativamente rápido en una gran variedad de temperaturas. Las aminas y mezclas de aminas empleadas tienen la estructura siguiente:
- $$R_2N - (CH_2)_m - [NH(CH_2)_n]_p - NR_2$$
- en la que m y n que pueden ser iguales o distintos son, cada uno, de 1 a 6, p es de 0 a 6, R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo inferior que contenga de 1 a 4 átomos de carbono, tal como metilo, etilo, propilo y butilo; dichas aminas, o mezclas de las mismas, tienen como mínimo dos hidrógenos activos, las aminas que pueden citarse como ejemplos, incluyen etilendiamina, dietilentriamina, trietilentetraamina, tetraetilen-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

339103



pentaamina, hexametilentetraamina y 3-dietilamino-1-propilamina. La cantidad de amina usada ha de ser suficiente para curar completamente las resinas epóxido novolaca y poliéter glicidílico. Normalmente, la cantidad usada es en ligero exceso con respecto a la cantidad estequiométrica necesaria para el curado, dado que parte de la amina se pierde frecuentemente por volatilización durante el curado. Por otra parte, deben evitarse con preferencia los grandes excesos, ya que la amina en exceso tiende a oponerse a la degradación.

Las cargas susceptibles de usarse en esta composición, incluyen óxido de aluminio, mica, amianto, aluminio atomizado, hierro y cobre. Con preferencia se utilizan materiales fibrosos, tales como, amianto finamente dividido, ya que tienden a oponerse a las diferencias en la dilatación térmica entre la composición y el material trabado. Las cantidades de carga de alrededor de 30 a 50 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de la mezcla de resina epóxido, se ha comprobado que son satisfactorias. Se requieren alrededor de 30 partes para impedir la formación de grietas diminutas a causa de la expansión térmica, mientras que las proporciones superiores a unas 50 partes en peso, tienden a menoscabar las propiedades cohesivas y la resistencia interna del sistema curado.

Los ejemplos siguientes aclaran este invento; los Ejemplos 1, 2 y 7 son comparativos. Todas las cantidades que figuran son ponderales, salvo indicación en contra.

339103



EJEMPLOS 1 a 7 -

- Para comparar la flexibilidad y las características de descomposición térmica, se prepararon siete formulaciones en las que los componentes de la resina, excepto en los Ejemplos 1 y 7, contenían cantidades variables de resina de poliéter glicidílico, en mezcla con una resina epoxídica novolaca. El componente de resina del Ejemplo 1, contenía la resina epoxídica novolaca, como la única resina epoxídica, mientras que el componente de resina del Ejemplo 7, contenía la resina de poliéter glicidílico como resina epoxídica única. Los agentes de curado separadamente preparados y envasados, utilizados para cada uno de los siete componentes de resina, fueron idénticos.
5. Los ingredientes usados en los componentes de resina y sus cantidades, se indican en la Tabla I siguiente:
- 10.
- 15.

TABLA I

20.	Ingredientes	Ejemplos (partes en peso)						
		1	2	3	4	5	6	7
	Resina de fenol epoxilado-formaldehído (equivalente de epóxido, ponderal 172-179; peso molecular 2,2 veces el peso del equivalente epóxido; viscosidad, 1400-2000 centipoises a 52°C)	100	60	50	50	30	20	-
	Eter diglicidílico de bis (4-hidroxifenil) dimetil metano, modificado con glicerina-epóxido, peso equivalente 375-410; viscosidad 450-650 cps a 25°C	-	40	50	50	70	80	100
	Asbestina-silicato magnético finamente dividido (carga)	25	25	35	45	30	30	30

339103



Cada componente de resina se preparó mezclando las dos resinas epóxido en un mezclador de paletas y añadiendo la asbestina a la resina o mezcla de resinas, con agitación. Después de la adición completa de la carga, se continuó la agitación hasta obtenerse una dispersión uniforme.

5.

El componente de curado utilizado para cada uno de los componentes de resina anteriores, estaba compuesto del modo siguiente:

10	<u>Ingredientes.</u>	<u>Partes en peso.</u>
	Resina poliamida líquida ("Versamid Nº 115" amina nº 230-246, viscosidad 575 poises a 40°C)	92
	Resina poliamida líquida ("Versamid Nº 125" nº de amina 330-360, viscosidad 100 poises a 40°C)	4
15.	Dietilentriamina	10,8

Los componentes de curado se prepararon mezclando las resinas de poliamida y la amida en un mezclador de paletas, hasta obtener una mezcla homogénea. Luego, la resina y los componentes de curado para cada ejemplo, se mezclaron íntimamente.

20.

Para comparar el resultado del cierre de los Ejemplos 1 a 7, cada una de las composiciones se vertió en la ranura de un molde para la fundición de lingotes de hierro, calentado a unos 260°C. La caja de colada se dispuso sobre el molde de tal modo que el borde inferior de la misma se introducía en la composición de cierre contenida en la ranura. En estas condiciones, cada composición se dejó curar en pocos mi-

25.

30.

-17-
3391030



APR 1967

5. mutos. A continuación el aparato de fundición se dejó reposar a la temperatura ambiente hasta enfriarse a unos 120°C, en cuyo momento el molde y la sección inferior de la caja se evacuaron y se introdujo el acero fundido en la cavidad de moldeo.

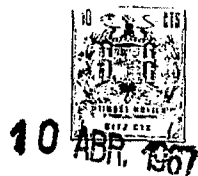
10. De las distintas operaciones de ensayo, no pudieron obtenerse consistentemente lecturas inferiores a 100 micrones con las composiciones curadas de los Ejemplos 1, 2 y 7. La composición curada del Ejemplo 7, aunque poseía la flexibilidad necesaria y las características de curado precisas, no resistía suficientemente al calor, o sea, no tenía resistencia a la fusión, para mantener un cierre satisfactorio a vacíos elevados, y dentro de una zona de temperaturas relativamente altas, que se presentan durante el enfriamiento del aparato y luego durante el proceso de colada.

15. Las composiciones de los Ejemplos 1 y 2, como la del Ejemplo 7, tenían características satisfactorias de curado en condiciones comerciales. Sin embargo, tendían a formarse diminutas grietas en el cierre, lo cual se atribuyó en parte a los esfuerzos mecánicos y técnicos y a la resistencia encontrada durante el manejo y enfriamiento del aparato de fundición antes de verter y curar parcialmente el material existente en la ranura del molde debido a cierres anteriores. Aunque gran parte del material curado podía eliminarse de la ranura después de cada ensayo, resultaba extremadamente difícil separar toda la resina curada de los Ejemplos 1 y 2 después de cada ensayo,

20.

25.

30.



339103

339103
dado que la temperatura en la zona de la ramura después de la colada, no era suficiente para descomponer estas composiciones en ningún grado apreciable.

- En contraste, los cierres formados por las composiciones de los Ejemplos 3 a 6 proporcionaron consistentemente lecturas de la galga de micrones, de 100 micrones e inferiores en ensayos repetidos en presencia de choques mecánicos y en la gran variedad de temperaturas que se presentaron durante el enfriamiento del aparato acoplado y durante la colada del lingote. Además, se comprobó que las composiciones curadas de los Ejemplos 3 a 6 se descomponían en el grado deseado después de cada colada, de tal modo que la ramura del molde podía liberarse por completo de material curado mientras poseía la resistencia térmica necesaria para mantener un cierre prácticamente impermeable al aire, durante el intervalo de las coladas. En ulteriores ensayos, se comprobó que las composiciones de los Ejemplos 3 a 6 se curaban en unos 30 minutos a 65°C y en unas 2 horas a la temperatura ambiente, 20°C, de tal modo que podían formarse cierres en un tiempo razonablemente reducido a temperaturas bajas y elevadas.
5. 10. 15. 20.

- De los ejemplos anteriores y de los resultados en ellos obtenidos, resulta evidentemente aparente que las composiciones epoxídicas de cierre con un componente de resina que contenga de 50 a 90% en peso de la resina elegida de poliéter glicidílico, en mezcla con una resina epoxídica novolaca, pueden curarse en períodos relativamente breves entre límites
25. 30.

339 10310 ABR. 1967



- de temperatura bastante amplios para proporcionar cierres de metal con metal enérgicos e impermeables al aire. Además, de las excelentes propiedades de curado, estas composiciones en su estado curado, tienen el
5. equilibrio preciso entre la flexibilidad y la resistencia térmica necesario para la fundición comercial de lingotes. Pueden resistir el agrietado a causa de la vibración del aparato de colada, con que frecuentemente se tropieza en los procedimientos comerciales
10. de colada, y son suficientemente resistentes al calor para proporcionar un elevado cierre de vacío durante el intervalo entre coladas, aunque se descomponga en el grado necesario para permitir la fácil extracción del material curado de la ramara, después de colar el
15. lingote.

- 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 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 12 de abril de 1966, bajo el
20. N° 542.053, 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
25. Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA COMPOSICION DE RESINA EPOXIDO
- 30.

339103

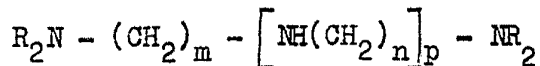
10 ABR 1961



CURADA"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- Procedimiento para la producción de una composición de resina epóxido curada, mezclando entre sí una resina componente que contenga una resina epóxido novolaca y una carga y un componente de curado que comprenda una poliamida resinosa y un agente amina de curado, caracterizado por mezclarse entre sí un componente de resina que comprenda:
- 5. (A) 100 partes en peso de una mezcla resinosa de (1) 10 a 50%, con preferencia 30 a 50%, en peso, de una resina epóxida novolaca líquida, y (2) 50 a 90%, con preferencia 50 a 70%, en peso, de un poliéter glicídico líquido de un fenol polihídrico que tenga un peso de equivalente epóxido de alrededor de 350 y 450, preferentemente un poliéter glicídico de bis(4-hidroxifenil) dimetil metano con un equivalente epóxido en peso de entre 375 y 410; y (B) 30 a 50 partes en peso de silicato magnésico finamente dividido; y un componente de curado que contenga:
 - 10. (C) entre alrededor de 50 y 100 partes en peso, de una poliamida resinosa líquida; y
 - 15. (D) por lo menos una amina que sea un agente de curado para la mezcla resinosa (A) en una cantidad en exceso de la necesaria para reaccionar estequiométricamente con dicha mezcla resinosa, y tenga la estructura:
 - 20.

25.



en la que cada uno de m y n , que pueden ser iguales o diferentes, es de 1 a 6, p es de 0 a 6, y R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que contenga de 1 a 4 átomos de carbono; la amina citada

339103



tiene por lo menos, dos hidrógenos activos,

5. 2^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la resina epóxido novolaca tiene un equivalente epóxido ponderal comprendido entre 172 a 179 aproximadamente, y un peso molecular de 2,2 veces el equivalente epóxido ponderal, y una poli-amida resinosa líquida con un número de aminas de 85, por lo menos.

10. 3^a.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1^a o 2^a, caracterizado porque el agente amina de curado es uno o más de los cuerpos etilendiamina, dietilentriamina, trietilentetraamina, tetraetilen-pentamina, hexametilentetraamina y 3-dietil-amino-1-propilamina.

15. 4^a.- "Procedimiento para la producción de una composición de resina epóxido curada"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el dibujo que se acompaña.

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

10 ABR. 1967

Madrid,

W.R. GRACE & CO.,

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI
p. p. Firmado: F. Hernández Rula

339103

339103

10 ABR 1967

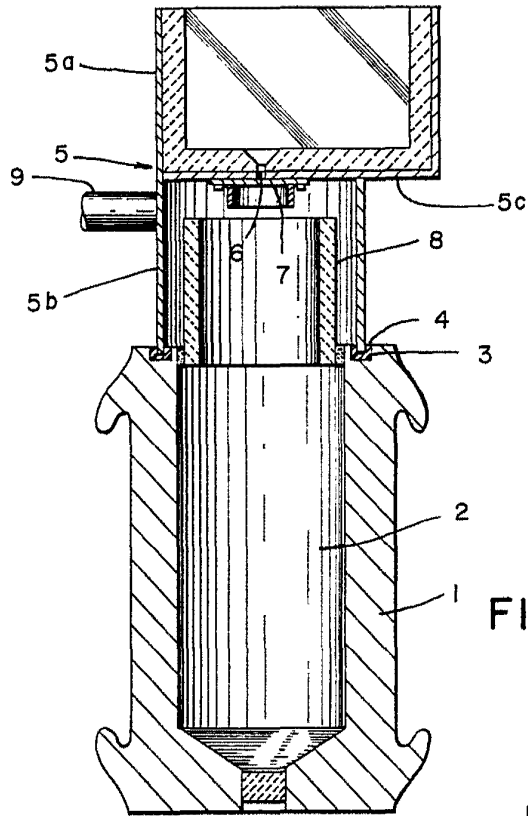


FIG. 1

ESCALA
VARIABLE

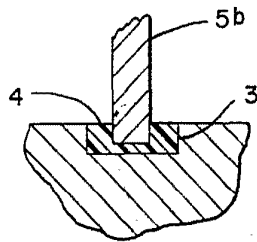


FIG. 2

10 ABR 1967

Madrid

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
P-p. Firmado. F. Hernandez Ruiz