

342647



18 JUL. 1967

PATENTE DE INVENCION

SC. 2956/3125

342647

Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR CINTAS AISLANTES".

Solicitante: RHONE-POULENC S.A., entidad francesa,
residente en: 22, Avenue Montaigne,
PARIS-8e, Francia.

El presente invento tiene por objeto nuevos materiales a base de papel de fibras de poliamidas aromáticas y, más especialmente, conjuntos resistentes a temperaturas elevadas, que comprenden una o varias

5. hojas de papel de poliamidas aromáticas, calandradas,

342647



y una o varias capas de elastómeros o de resinas organosilícicas unidas a la hoja o a las hojas citadas. Tiene por objeto también un procedimiento de obtención de estos nuevos materiales y su empleo.

5. En la Patente Americana nº 3.094.511, se describen poliamidas completamente aromáticas de estructura lineal, de peso molecular elevado y de punto de fusión muy elevado.

10. En la Patente Francesa Nº 1.339.873, se describen materiales aislantes constituidos por una base o apoyo de tejido de fibras de un producto de reacción de xililendiamina y de ácido tereftálico, apoyo que se halla impregnado de un polímero resistente a temperaturas elevadas tal como, entre otros, una
15. silicona. Estos materiales resisten bien al calor, pero las propiedades eléctricas son solamente las de la silicona; el tejido "per se" no tiene poder aislante alguno.

20. Por el contrario, las hojas obtenidas por tratamiento en máquina de papel, seguido de un calandrado, de fibras de poliamidas aromáticas, tienen a la vez excelentes propiedades mecánicas y térmicas y excelentes propiedades aislantes que las hacen aptas para el empleo como aislantes eléctricos. Se sabe también que los aislantes de este tipo, han de obtenerse
25. en general conjuntamente con un adhesivo y que, cuando se trata de preparar aislantes que resistan continuamente temperaturas superiores a 180°C, conviene utilizar como adhesivos resinas o elastómeros organosilícicos.
30. Desgraciadamente, estas resinas y elastómeros, no se

342647³ -



adhieren adecuadamente a los papeles preparados con las fibras de poliamidas aromáticas, y el acoplamiento directo papel-adhesivo organosilícico no resiste de modo satisfactorio en condiciones de trabajo un poco severas.

5. Era, pues, deseable poder preparar conjuntos de hojas de poliamidas aromáticas y de compuestos organosilícicos que sean susceptibles de resistir no solamente a una temperatura elevada (del orden de 180°C), sino también a los azares -envejecimiento, frotamientos, trepidaciones- de un funcionamiento continuo a dicha temperatura.

10. Este invento tiene precisamente por objeto, nuevos materiales a base de papel de fibras de poliamidas aromáticas, y más especialmente nuevos artículos compuestos, que contienen un soporte de papel poliamídico, unido a un polímero organosilícico adecuados para distintas aplicaciones y especialmente para el aislamiento eléctrico, conjunto que resiste a la acción de las temperaturas elevadas y de otras fuerzas de servicio.

15. Los nuevos objetos de acuerdo con este invento, comprenden, por tanto, en especial:
- Papeles (por ejemplo, en forma de hojas, bandas, cintas) provistos de una capa de sujeción organosilícica, que permite una buena conexión con las resinas y elastómeros organosilícicos.
 - Artículos compuestos (por ejemplo, en forma de hojas, tiras, cintas) constituidos por un papel poliamídico provisto de una capa de sujeción organosilícica, y, en una o en las dos caras, de un revestimiento
- 20.
- 25.
- 30.

- 4 -
342647



45 JUL

de polímero organosilícico incompletamente reticulado, adhesivo en frío o solamente en caliente, y transformable por el calor en un producto completamente reticulado.

5. - Estratificados constituidos, alternativamente, por capas de papel poliamídico provisto de una capa de sujeción organosilícica, y de capas de polímero organosilícico.

10. Este invento, tiene también por objeto la preparación de estos nuevos artículos y su empleo para distintas aplicaciones, y especialmente para el aislamiento de conductores eléctricos.

15. Como papel de fibras poliamídicas, se utilizan productos obtenidos por tratamiento en máquina para papel, seguido de un calandrado, de fibras de poliamidas totalmente aromáticas, tales como las descritas en la Patente Norteamericana nº 3.094.511.

20. La capa de unión, puede estar constituida por cualquier compuesto organosilícico o mezcla de compuestos organosilícicos de peso molecular relativamente poco elevado, que comprenda grupos susceptibles de asegurar una trabazón con el substrato poliamídico, y grupos capaces de asegurar una trabazón con la resina o el elastómero organopolisiloxánico que constituye el revestimiento. En especial, es ventajoso el utilizar una mezcla

25. de dos compuestos organosilícicos dotados de grupos alcoholoxi unidos a átomos de silicio, comprendiendo uno de estos compuestos, además, un grupo amino, y pudiendo contener el otro, además, un grupo tal como vinilo. Como
30. compuestos organosilícicos de grupo amino, pueden utili-

342647



- zarse, por ejemplo, (aminoalcohol)trialcoholosilanos tales como (γ aminopropil)trietoxisilanos o [(aminoalcoholoxil)alcohol] trialcoholoxisilanos, tales como el [(γ aminopropoxi)propil]trietoxisilano. Entre los
5. compuestos organosilícicos no aminados de grupos alcoholoxisililo, pueden utilizarse productos tales como silanos o productos que tengan incluso algunas uniones polisilosánicas.
10. Los papeles poliamídicos con capas de trabazón organosilícica, que constituyen uno de los objetos de este invento, se preparan por aplicación del producto por subcapa en el papel poliamídico con intervención de un agente que permita obtener una cierta dilatación o esponjamiento de las fibras poliamídicas. Como agentes
15. de esponjamiento utilizables para este fin, pueden usarse distintos productos y, en especial, amidas de ácidos alcanoicos inferiores, tales como dimetilformamida y dimetilacetamida, así como productos tales como la N-metilpirrolidona-2. El esponjamiento de las fibras poliamídicas
20. puede conseguirse por acción directa de dichos agentes sobre el substrato, en un tratamiento previo a la aplicación del producto por una subcapa, o más sencillamente aplicando el producto por una subcapa en forma de solución en disolventes o agentes de esponjamiento
25. de dicha naturaleza.
30. Para limitar la acción del agente de esponjamiento, que podría dar lugar a deformaciones y a una alteración del substrato, es generalmente ventajoso emplearlo en forma de mezcla con un diluyente inerte con respecto al substrato, y compatible con los compues



342647⁵

tos destinados a formar la capa de trabazón. Con preferencia, se utiliza un diluyente volátil o bastante volátil, tal como metanol, etanol, propanoles, butanoles.

- Así, pues, para la obtención de la capa de trabazón sobre el substrato calandrado de fibras de poli-amidas aromáticas, puede procederse a un esponjamiento del substrato en un agente de esponjamiento, eventualmente diluído por un diluyente definido como antes, y luego, después de la eliminación eventual de la mayor parte de estos productos por calentamiento, a una aplicación de los productos organosilícicos por una subcapa de los tipos previstos, diluyéndose en general estos productos por uno de los diluyentes anteriormente considerados, o incluso, eventualmente, por una mezcla agente de esponjamiento-diluyente. Puede también aplicarse directamente sobre el substrato, una composición constituida a la vez por agentes de trabazón, agente de esponjamiento y diluyente inerte. La ejecución de estos tratamientos no ofrecen nada de particular y puede realizarse por inmersión, con brocha, con pincel, con rodillo, con pistolete, etc. El substrato así tratado se hace pasar, en general inmediatamente durante algunos minutos, por un horno elevado a una temperatura de 80 a 150°C, a fin de eliminar, más o menos completamente los disolventes.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

- Los papeles así provistos de una capa de trabazón organosilícica, pueden utilizarse para distintos fines. Sirven en especial para preparar artículos compuestos, sencillos o combinados, que constituyen otro objeto de este invento, por asociación con resinas
- 30.

342647



organosilícicas o composiciones organosilícicas vulcanizables en elastómeros. Entre estos artículos figuran por ejemplo:

5. a) artículos en los que la capa organopolisiloxánica asociada al substrato en este caso considerado, es suficientemente condensada (o reticulada) para no ser aglutinante en frío y permanecer, sin embargo, adhesiva en caliente,
 10. b) artículos adhesivos en frío caracterizados por una capa organopolisiloxánica no reticulada, o apenas reticulada,
 15. c) estratificados que comprendan, enérgicamente unidas unas a otras, capas de papel que hayan experimentado el tratamiento de base antes considerado, y capas de resinas o de elastómeros organopolisiloxánicos, en un estado avanzado de reticulación.
- Para preparar estos artículos compuestos, pueden utilizarse los organopolisiloxanos, resinas o productos para elastómeros, corrientemente usados en la
20. preparación de aislantes. Pueden emplearse, especialmente, los organopolisiloxanos de uno y otro tipo cuyos grupos orgánicos unidos a los átomos de silicio son radicales metilos y los que contienen a la vez grupos $\text{CH}_3\text{-Si}$ y grupos $\text{C}_6\text{H}_5\text{-Si}$. Todos estos organopolisiloxanos,
 25. son productos bien conocidos, más o menos viscosos, utilizables bien en su propio estado sin disolventes, o bien en forma diluída en solución o en dispersión, cuya preparación se expone en numerosas obras, y en distintas patentes, tal como por ejemplo, las Patentes Francesas
 30. números 1.085.288, 1.130.089, 1.382.285, o la Patente

342647⁵

JUL. 1961



5. Británica Nº 868.370. La elección de los compuestos organosilícicos a utilizar para la preparación de los artículos compuestos no aglutinantes en frío adhesivos en caliente, como el de los compuestos adecuados para la obtención de artículos adhesivos en frío, puede llevarse a cabo fácilmente sin acudir a más nociones que las que se encuentran en la actualidad distribuidas en la literatura referente a los organopolisiloxanos.

10. En la preparación de los artículos compuestos considerados en este caso, el polímero organosilícico de partida se mezcla previamente con un (o incluso varios) agente de reticulación y eventualmente diluido como antes se dijo, mediante uno de los diluyentes de empleo corriente con este tipo de compuestos organosilícicos.

15. Los agentes de reticulación a utilizar pueden elegirse entre los agentes de uso corriente para la reticulación de las resinas organopolisiloxánicas y para la de los productos vulcanizables en elastómeros. Se trata en este caso de productos bien conocidos, y la elección del agente de reticulación apropiado para cada tipo del organopolisiloxano aplicado, puede realizarse fácilmente sin recurso de nociones nuevas. Conviene sencillamente observar que los artículos adhesivos (en frío o en caliente), aunque constituyen productos comercializables, no son un fin por sí mismos y se destinan a empleos en los que la capa organopolisiloxánica se eleva a un grado de reticulación más avanzado. Por consiguiente, las composiciones para artículos adhesivos en frío, que no han de experimentar reticulación en la etapa de preparación del artículo considerado, contendrán un

20.

25.

30.

342647

5 JUL 1951



- agente de reticulación, pero solamente con vistas al empleo ulterior del artículo compuesto. En cuanto a las composiciones para artículos adhesivos en caliente, pero no en frío, que después de aplicación en el
5. substrato poliamídico han de experimentar un cierto grado de reticulación para convertirse en no aglutinantes en frío, pueden presentarse dos casos: si el polímero organosilícico utilizado es un producto cuya reticulación se consigue por medio de productos no
10. peroxídicos, por ejemplo, sales de metales, sales de bases orgánicas, los distintos estados de reticulación correspondientes a la preparación del artículo y a su empleo, pueden conseguirse con un solo agente de reticulación, actuando, sencillamente, sobre la temperatura
15. y la duración del caldeo. Por el contrario, con los organopolisiloxanos cuya reticulación se consigue mediante compuestos peroxídicos, la regulación de la acción del agente reticulante, por los solos factores temperatura y duración de caldeo no es prácticamente realizable.
20. En este caso resulta preferible provocar los dos estados de reticulación por dos peróxidos distintos, actuando a temperaturas diferentes; el peróxido destinado al primer estado de reticulación es, naturalmente, el de temperatura de descomposición más baja de los dos; puede, por ejemplo, utilizarse conjuntamente el peróxido
25. de dicloro-2,4 benzoilo, y el perbenzoato de terciobutilo cuyas temperaturas de descomposición se encuentran respectivamente alrededor de 125°C y de 150-160°C.
30. Ya se trate de artículos combinados sencillos o de artículos complejos de capas múltiples, o bien se

342647⁴⁵



- trate de artículos adhesivos o de estratificados de capas organosilícicas enérgicamente reticuladas, la obtención de estos artículos empieza por la aplicación, sobre el papel previamente tratado, de poliamida aromática, de una composición de polímero organosilícico que comprende los elementos que acaban de citarse. Esta aplicación que puede llevarse a cabo en una sola cara del papel o en las dos caras del mismo,
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- se lleva a cabo según la viscosidad de dicha composición y según el objeto deseado, por inmersión, con cepillo, mediante brocha, con rodillo, con pistolete, por calandrado o por cualquier otro medio apropiado.
- La obtención de artículos combinados, adhesivos en frío, no requiere en tal caso otro tratamiento que el caldeo precisamente necesario para la eliminación del diluyente. El artículo obtenido puede entregarse inmediatamente al comercio después de la protección del revestimiento adhesivo, por un cuerpo adecuado de intercalación.
- Para la obtención de los artículos compuestos no aglutinantes en frío, adhesivos en caliente, la aplicación de la composición va seguida, eventualmente, después del paso por una estufa u horno de desvolatilización si la composición contiene un disolvente, por un paso a través de un horno en el que el artículo se eleva, durante un tiempo determinado, a la temperatura adecuada para conseguir el grado de reticulación deseado. En el caso de compuestos organosilícicos cuya reticulación se asegura por intervención de agentes no peroxídicos, un caldeo de algunos minutos a una temperatura

342647



- de 100-180°C, por ejemplo, 5 a 10 minutos a unos 130°C, se presta generalmente bien para obtener el grado de reticulación correspondiente al resultado buscado. En el caso de las composiciones que comprenden un organopolisiloxano transformable en elastómero y en dos peróxidos, la temperatura de este tratamiento en caliente, por las razones antes expuestas, es la que corresponde a la temperatura de descomposición del peróxido en que se descompone primero.
- 5.
10. Los artículos no aglutinantes en frío, del tipo en cuestión, pueden introducirse en el comercio inmediatamente, en su verdadero estado; pueden superponerse o prepararse en forma de cilindros, sin necesidad de adaptar precauciones especiales.
15. Claro está que este invento, en el campo de los artículos compuestos adhesivos en frío o solamente en caliente, no se limita a los artículos constituidos únicamente por una capa de papel de poliamida aromática, y por una capa polisiloxánica. Incluye también artículos
20. más complejos, como por ejemplo, los que contienen, entre las capas en cuestión, capas de otros materiales, por ejemplo, constituidas por hojas o laminillas de mica o de tiras de fibras de vidrio. Estos artículos compuestos, se obtienen cómodamente, por ejemplo, aplicando sobre los distintos substratos que intervienen en la
25. constitución de aquéllos, una composición organosilícica, tal como antes se define, acoplando a continuación uno contra otro los substratos así tratados, y sometiendo el conjunto así formado a los mismos tratamientos
30. complementarios que los artículos sencillos.



342647

Todos estos artículos distintos constituí-

dos por capas organosilícicas incompletamente reticu-
ladas, pueden utilizarse ventajosamente para el aisla-
miento de objetos distintos interesantes en diferentes

5. especialidades de la técnica. Pueden utilizarse espe-
cialmente para el aislamiento de conductores eléctricos
de todos los tamaños y cualesquiera tipos. La técnica
de utilización es la misma empleada para el aislamiento
mediante materiales compuestos, con adhesivo organosi-
lícico: se deposita, por ejemplo, por arrollamiento,
10. el artículo compuesto alrededor del elemento a aislar,
para formar una vaina o envoltura continua; luego se
somete el conjunto a la acción del calor (130-200°C) a
la presión atmosférica o más elevada, durante un tiempo
15. suficiente para obtener una adherencia perfecta de las
superficies dispuestas de recubrimiento y conseguir la
reticulación de las capas organosilícicas. Así se ob-
tienen aislamientos que presentan excelentes propieda-
des mecánicas y eléctricas, un buen comportamiento pa-
20. ra el envejecimiento a temperaturas iguales o superio-
res a 200°C, una buena resistencia a los agentes quí-
micos y un poder hidrófugo, estable con el tiempo.

25. Los materiales no aglutinantes en frío tie-
nen la ventaja de un acondicionamiento fácil, bien sea
por apilado o en forma de rodillos.

Los materiales aglutinantes en frío, si bien
necesitan para su acondicionamiento la presencia de una
lámina de protección intercalada, permiten en cambio un
encintado más fácil en conductores de pequeña sección.

30. Otro empleo de los compuestos de capas organo-

342647



- silícicas incompletamente reticuladas, es la obtención de estratificados aislantes, que constituyen otro objeto de este invento. Para obtener estos estratificados, se disponen unas encima de otras, en número variable,
5. hojas de artículos compuestos, adhesivos en frío o en caliente, y se calienta el conjunto durante varias horas, entre 150 y 200°C, a presiones de 30 a 100 bares. Los estratificados así obtenidos tiene una rigidez dieléctrica excelente, una buena resistencia mecánica que se conservan con el tiempo, un factor reducido de disipación y una absorción de agua prácticamente nula.
- 10.

- La intervención de fibras de poliamidas aromáticas y de los polímeros organosilícicos, en el campo del aislamiento, puede realizarse como se expone en esta Memoria, en forma de artículos compuestos suministrados por una industria especializada en la preparación de estos artículos intermedios. Sin embargo, a pesar de la ventaja que pueda representar la posibilidad de obtener artículos dispuestos para el empleo en la composición de aislantes, el recurso a estos productos, no constituye desde luego, el único medio de conseguir aislamientos de papeles de poliamidas aromáticas y de organosilícicos. Pueden también obtenerse muy buenos
15. aislantes, por técnicas algo distintas, siendo lo esencial desde luego, el utilizar en todos los casos, un papel poliamídico provisto de una capa de acoplamiento comprendida en el cuadro de este invento. Puede, por ejemplo, procederse al aislamiento de un elemento disponiendo primero dicho papel (por ejemplo, por arrolla-
- 20.
- 25.
- 30.

342647



- miento de una tira) alrededor del elemento citado, acoplando después el conjunto por impregnación, en vacío, con una composición organosilícica que contenga un agente de reticulación adecuado, y colocando el conjunto en un recinto calentado a temperatura apropiada para eliminar los disolventes eventualmente utilizados y reticular convenientemente el compuesto organosilícico (resina o producto transformable en elastómero). Estas técnicas y otras análogas, forman desde luego, parte de este invento.

Los ejemplos siguientes dados a título no limitativo, aclaran este invento e indican de qué modo puede aplicarse en la práctica.

EJEMPLO 1 -

15. Se prepara una tira aislante utilizando como substrato un papel, calandrado en caliente, de fibras poliamídicas obtenidas partiendo de un policondensado de cloruro de isoftalilo, con la m-fenilendiamina, conocido en el comercio con la marca Nomex.

20. a) Tratamiento previo: una banda de papel Nomex de 200 mm de ancho y 0,05 mm de espesor, de un peso de 38 g/m², atraviesa, a la velocidad de 25 cm/minuto, una solución constituida por:

- | | | |
|-----|--------------------------------------|---------|
| 25. | - γ-aminopropiltriethoxisilano | 170 g |
| | - tris(metoxietoxi)vinilsilano | 430 g |
| | - dimetilformamida | 720 g |
| | - n-butanol | 1.680 g |

30. A la salida de este baño, la banda enlucida se seca por paso a través de un horno vertical en el que se somete, durante 10 minutos, a una temperatura



342647

de 100°C, y luego se arrolla alrededor de un mandril. La subcapa así depositada, es extremadamente delgada y resulta prácticamente invisible por la vista corriente.

b) Guarnecido con una resina silicona:

- 5. La tira previamente tratada se desarrolla procediendo como en a), en una solución compuesta por:
 - resina organosilícica de viscosidad 170 centipoises a 20°C, formada por unidades $(CH_3)_2SiO$, $(CH_3)SiO_{1,5}$, $C_6H_5SiO_{1,5}$
- 10. de R/Si= 1,4 y fenilo/Si = 0,5 700 g
 - tolueno 300 g
 - solución de octoato de colina al 15% en n-butanol 0,7 g

- 15. A la salida de este baño de tratamiento, la tira pasa a un horno vertical en el interior del cual se somete a dos caldeos sucesivos, uno a 110°C durante 5 minutos y el otro a 130°C durante 5 minutos más. En estas condiciones de tratamiento, la resina se semipolimeriza y se presenta en forma de un barniz liso y firme; el papel puede enrollarse y almacenarse sin que se produzca la alteración en la subcapa ni en el seno de la resina.
- 20. El peso de resina depositada sobre el papel es de 39 g/m².

- 25. c) Aplicación al aislamiento de una barra de cobre.

Una cinta de 20 mm de ancho, recortada de la tira enlucida de resina según b), se arrolla en una capa de semirrecubrimiento alrededor de una barra de cobre de 20 mm. de diámetro y luego el conjunto se calienta, a la presión atmosférica durante 1 hora a 200°C,
- 30.



5 JUL 1967

342647

para polimerizar por completo la resina organosilícica.

En el curso de este tratamiento, la resina fluye y obtura los vacíos de encintado, para formar una vaina continua y homogénea. Después de terminar la polimerización, la cinta se halla perfectamente aglomerada y no puede desarrollarse sin rasgarse. El aislamiento así obtenido, que tiene un espesor de 0,25 mm, tiene una tensión de perforación de 8kv (norma ASTM D 149).

5.

Si para realizar este aislamiento, se utiliza una cinta formada del mismo substrato y de la misma resina silicona, pero sin haber experimentado el tratamiento previo, no puede obtenerse un aislamiento tan bueno, y este aislamiento puede desarrollarse fácilmente.

10.

EJEMPLO 2 -

15.

Una cinta de papel Nomex parecida a la del ejemplo 1, se conduce primero a un baño constituido exclusivamente por dimetilformamida (temperatura 20°C, tiempo de permanencia, alrededor de 1 minuto) y luego a un segundo baño constituido por:

20.

- γ aminopropiltriétoxissilano 170 g
- tris(metoxietoxi)vinilsilano..... 430 g
- n-butanol 1.680 g

Después de un secado de 10 minutos a 100°C, se aplica sobre la cinta un revestimiento de resina organosilícica, operando como se indica en el ejemplo 1, y luego se utiliza el producto obtenido para aislar una barra de cobre, siempre procediendo como en el Ejemplo 1.

25.

30.

Se obtiene así un aislamiento eficaz que posee una tensión de perforación de 8 kv para un espesor

342647



de aislamiento de 0,25 mm.

EJEMPLO 3 -

5. Se procede como en el ejemplo 2, pero haciendo pasar la cinta por un horno a 100°C (período de permanencia 10 minutos) después del paso por el primer baño, a fin de eliminar la mayor parte del agente de esponjamiento.

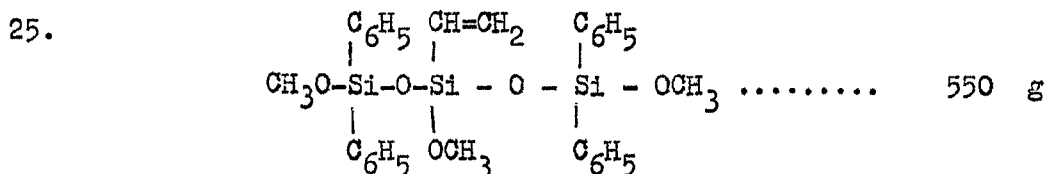
10. La tira aislante preparada en estas condiciones, es también muy satisfactoria y, aplicada en cinta sobre una barra de cobre como anteriormente, proporciona un aislamiento cuya tensión de perforación y las propiedades mecánicas son comparables a las antes obtenidas en el ejemplo 2.

EJEMPLO 4 -

15. Se preparan cintas aislantes de papel calandrado Nomex, procediendo como se ha indicado en el ejemplo 1, pero utilizando respectivamente las composiciones siguientes para formar la capa de trabazón de cada una de estas cintas:

20. a - $(C_2H_5O)_3Si(CH_2)_3O(CH_2)_3NH_2$ 200 g
 $(CH_3OCH_2CH_2O)_3SiCH=CH_2$ 400 g
 Dimetilformamida 720 g
 Metanol 1.680 g

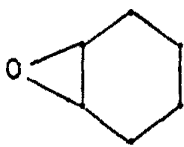
- b - $(C_2H_5O)_3Si(CH_2)_3O(CH_2)_3NH_2$ 140 g



- Dimetilformamida 828 g
 Metanol 1.932 g

342647¹⁸



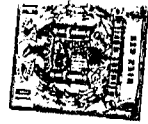
	c -	$(C_2H_5O)_3Si(CH_2)_3NH_2$	55 g
		$(CH_3)_3SiOCH_2CH_2Si(OC_2H_5)_3$	140 g
		Dimetilformamida	234 g
		Metanol	546 g
5.	d -	$(C_2H_5O)_3Si(CH_2)_3NH_2$	170 g
		$CH_2 = \underset{\begin{array}{c} \\ CH_3 \end{array}}{C} - COO(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$	380 g
		Dimetilformamida	720 g
		Butanol	1.680 g
10.	e) -	$(C_2H_5O)_3Si(CH_2)_3NH_2$	170 g
		 - $CH_2CH_2Si(OCH_3)_3$	380 g
		Dimetilformamida	720 g
15.		Butanol	1.680 g

20. La aplicación de estas composiciones y de la resina organosilícica destinadas a formar el revestimiento, se realizan como se indica en el ejemplo 1. Así se obtienen cintas aislantes en todos los aspectos comparables a la del ejemplo 1.

EJEMPLO 5 -

25. Se impregna, por sus dos caras, una cinta de papel Nomex de espesor 0,05 mm y 200 mm, de anchura, haciéndola pasar, a la velocidad de 25 cm/minuto por una solución formada por:

342647



15 JUL 1972

- (C₂H₅O)₃Si(CH₂)₃O(CH₂)₃NH₂ 200 g
- (CH₃OCH₂CH₂O)₃Si-CH = CH₂ 400 g
- Dimetilformamida 720 g
- Metanol 1.680 g

- 5. La cinta enlucida, se seca inmediatamente por paso durante 15 minutos en un horno vertical elevado a una temperatura de 150°C; luego se enrolla semirrecubierto alrededor de una barra de cobre de sección 10 x 20 mm, dos capas de una cinta Nomex de
- 10. 20 mm de ancho recortada en la cinta así tratada. Esta barra de cobre revestida de cinta, se impregna en vacío y sometida a presión, mediante una máquina industrial, por una resina sin disolvente de viscosidad 13.400 centipoises a 30°C, formada por grupos:
- 15. $C_6H_5SiO_{1,5}$, $(CH_3)CH_2 = CHSiO$, $(C_6H_5)_2SiO$,
 $(CH_3)_2SiO$ y $(CH_3)_3SiO_{0,5}$
- en la proporción 10/28/35/20/7 y que contenga 1,5% en peso de peróxido de dicumilo. La barra así revestida, se rodea de una cinta de tereftalato de poli-
- 20. etileno para evitar que la resina fluya y luego se coloca en una estufa ventilada en la que experimenta un caldeo a 150°C durante 2 horas. Después de retirar la cinta de tereftalato, se mide la tensión de perforación de la barra aislada, y se encuentran 11 kv para
- 25. un espesor de aislamiento de 0,25 mm. Este aislamiento resiste, entre otras cosas, los choques y las trepidaciones, sin soltarse.

EJEMPLO 6 -

Procediendo como en el ejemplo 5, se impregna

342647



una cinta de papel Nomex por paso en una solución formada por:

- (C₂H₅O)₃Si(CH₂)₃NH₂ 55 g
- (CH₃)₃SiOCH₂CH₂Si(OC₂H₅)₃ 140 g
- 5. Dimetilacetamida 234 g
- Metanol 546 g

Se seca 15 minutos a 150°C y luego se impregna la cinta de papel Nomex previamente tratada por inmersión en un baño que contenga:

- 10. - Resina organosilícica de viscosidad 200 centipoises a 30°C formada por grupos CH₃SiO_{1,5}, (CH₃)₂SiO, (C₆H₅)₂SiO, C₆H₅SiO_{1,5} de R/Si = 1,6 y C₆H₅/Si = 0,7 (R = metilo + fenilo 700 g
- Tolueno 300 g
- Solución de octoato de colina al 15% en n-butanol 0,7 g
- 15.

La cinta se conduce inmediatamente a dos hornos consecutivos calentados a 110° y a 130°C y en cada uno de los cuales permanece 5 minutos, lo cual transforma el enlucido resinoso en un barniz liso y firme, pero elástico.

La cinta así obtenida, puede enrollarse y conservarse sin que se produzca alteración en la subcapa ni en el seno de la resina.

Una cinta de 10 mm de ancho cortada en esta tira se arrolla alrededor de una barra de cobre de 6 x 2 mm, mediante una máquina industrial, en una capa o semirrecubrimiento se trata enseguida térmicamente la

30.



342647

barra revestida, para polimerizar completamente la resina por caldeo a 280°C durante 4 minutos. Se obtiene un aislamiento homogéneo tenaz, que resiste el frotamiento y presenta una tensión de perforación de 12 kv para un espesor de aislamiento de 0,22 mm.

5.

EJEMPLO 7 -

Cuatro hojas de papel Nomex de medida 0,18 mm, y de 200 mm de lado, se impregnan por las dos caras, mediante inmersión en un baño constituido por:

- | | | |
|-----|--|---------|
| 10. | $(C_2H_5O)_3Si(CH_2)_3O(CH_2)_3NH_2$ | 220 g |
| \ | $CH_2 = C - COO(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$ | 380 g |
| |
CH ₃ | |
| | N-metilpirrolidona-2 | 720 g |
| | Metanol | 1.680 g |

15. Después de secar durante 15 minutos a 150°C, estas hojas se embadurnan por introducción en una solución formada por:

- | | | |
|-----|--|-------|
| 20. | Resina de viscosidad 165 centipoises a 30°C, formada por grupos $CH_3SiO_{1,5}$ y $(CH_3)_2SiO$ en la proporción 84/16 y que contenga alrededor de 6% de grupos butoxi.. | 600 g |
| | Solución de octoato de cinc y de octoato de colina, al 20% en el n-butanol | 0,8 g |
| | Tolueno | 700 g |

25. A la salida de este segundo baño, las hojas se calientan 5 minutos a 90°C para eliminar el disolvente, y luego 5 minutos a 135-140°C para efectuar una semipolimerización de la resina.

30. Las cuatro hojas así tratadas se apilan unas sobre otras, luego se comprimen a 80 bares durante 3

342647



horas a 170°C en una prensa de tipo corriente. Se obtiene un estratificado homogéneo de 0,76 mm, de espesor, que no se exfolia ni se suelta por raspadura enérgica. Las propiedades eléctricas, son las siguientes:

- 5.
 - Rigidez dieléctrica (en kv/mm) asegurada
 - en el aceite..... (normal : 48
 - { después de immer-
 - { sión en agua du-
 - 10. { rante 24 horas : 47
 - Resistividad transversal (Ω x cm)
 - (normal : 6×10^{15}
 - { después de immer-
 - { sión en agua du-
 - 15. { rante 24 horas : 3×10^{14}

EJEMPLO 8 -

Se utilizan cuatro hojas cuadradas de papel Nomex, de 200 mm de lado y 0,18 mm de espesor. Las hojas se tratan, como se indica en el ejemplo 1, epígrafes a y b) y con los mismos productos organosilícicos, y luego se apilan unas sobre otras y se prensan a 50 bares, a 170°C, durante 2 horas, en una prensa de tipo corriente. Se dejan enfriar en la prensa y se obtiene finalmente un estratificado translúcido perfectamente homogéneo de 0,75 mm de espesor.

Para comparación en la tabla siguiente se agrupan las propiedades eléctricas de este estratificado y las de un papel Nomex calandrado, de 0,76 mm de espesor; para cada propiedad eléctrica, se facilitan dos valores, uno se relaciona con medidas realizadas

342647



en muestras normales recién sintetizadas, o conservadas a la temperatura ambiente (primera línea), y el otro a mediciones realizadas en muestras recién sumergidas durante 24 horas en agua a la temperatura ambiente (segunda línea:

5.

	Propiedades	Papel Nomex calandrado.	Estratificado del ejemplo.
	Rigidez dieléctrica (en kV/mm) medida en el aceite	25	52
	ASTM D 149	25	51
	Tangente δ a 500 Hz	$2,3 \times 10^{-2}$	$1,7 \times 10^{-2}$
	ASTM D 257-58	$6,1 \times 10^{-2}$	$2,2 \times 10^{-2}$
	Constante dieléctrica a 500 Hz	3,5	4,2
	ASTM D 257-58	5,4	4,2
	Resistividad transversal ($\Omega \times \text{cm}$)	$1,2 \times 10^{16}$	6×10^{16}
	ASTM D 257-58	2×10^{15}	4×10^{15}

25.

Además, se comprueba que después de la inmersión en el agua a la temperatura ambiente durante 24 horas, el estratificado solo absorbe 0,9% de su peso en agua, mientras que el papel Nomex calandrado, de espesor 0,76 mm, absorbe el 10%.

EJEMPLO 9 -

Una tira de papel Nomex de 0,18 mm de espesor

- 24 -
342647



y 200 mm de anchura, se trata previamente por las dos caras, de acuerdo con la técnica descrita en el ejemplo 1, epígrafe a) y con los mismos productos. Se embadurna enseguida por una de sus caras, con una composición organosilícica, vulcanizable en elastómero, formada por:

- 5.
- goma α - ω -bis(trimetilsilil)dimetilpolisiloxano de una viscosidad de 20.000.000 de centipoises a 20°C 100 g
- 10.
- sílice de combustión tratada por octametilciclotetrasiloxano 28 g
 - (Tetrametiletilendioxi)dimetilsilano 3 g
 - Metilciclohexano 247 g
 - suspensión al 50% de peróxido de dicloro-2,4 benzoilo en un aceite
- 15.
- silicona 2 g

Después de la aplicación de esta composición, que se realiza con rasqueta, se evapora el diluyente por paso de la cinta a través de un horno horizontal donde se somete a un caldeo, de sucesivamente, 10 minutos a 85°C y 5 minutos a 100°C. Se forma así una capa homogénea, blanda y pegajosa de 0,2 mm de espesor.

- 20.
- La cinta así tratada, se recorta en cuadrados de 200 x 200 mm, y cuatro de éstos se amontonan exactamente unos sobre otros y se prensan, durante 1 hora a 150°C, sometidos a 20 bares. Se obtiene así un estratificado de un milímetro de espesor, que reúne las propiedades eléctricas siguientes.
- 25.



342647

Propiedades	Muestras normales	Después de 24 horas de inmersión en agua a la temperatura ambiente
5. Rigidez dieléctrica medida en el aceite (en kv/mm).....	45	40
Resistividad transversal en \sim x cm	5×10^{14}	2×10^{14}

10. La cinta aglutinante preparada como se ha indicado, puede también introducirse en el comercio en su estado primitivo, para empleos ulteriores. En tal caso, su cara aglomerante, se protege por interposición de un intercalar o protector adecuado.

15. EJEMPLO 10 -

Se utiliza, por una parte, una cinta de papel Nomex de 0,18 mm de espesor y de 200 mm de anchura, previamente tratada de acuerdo con la técnica del ejemplo 1 y con los productos del mismo citados en el epígrafe a) y por otra parte una cinta de papel de mica 0,02 mm de espesor y de 200 mm de anchura.

20. Estas dos cintas se desenrollan a la misma velocidad de 25 cm/minuto y penetran simultánea y separadamente en un baño de tratamiento que contiene una solución toluénica de resina organosilícica, idéntica a la utilizada en b) del ejemplo 1. Se impregnan de la solución y luego, merced a un sistema de rodillos, se acoplan estrechamente cara contra cara en el interior del baño, y a su salida forman una cinta única compuesta

342647

15 JUL 1961



que pasa a través de un horno horizontal en el que se eleva sucesivamente a 110°C durante 5 minutos y a 130°C durante otros 5 minutos, para eliminar el disolvente y prepolimerizar la resina.

5. El artículo obtenido, que puede emplearse en forma de cinta para el aislamiento de conductores eléctricos por encintado, o puede aglomerarse por compresión para obtener estratificados, tiene una rigidez dieléctrica, medida en el aceite, de 50 kv por mm.
10. EJEMPLO 11 -
Una cinta de papel Nomex de 0,18 mm de espesor y 200 mm de anchura, previamente tratada como se indica en a) del ejemplo 1, se embadurna a continuación con resina organosilícica, por paso en una
15. composición idéntica a la de b) del ejemplo 1 y luego se recubre, de modo homogéneo, con escamas de mica de 0,02 mm de espesor, y cuya dimensión mayor es de 100 mm por término medio. El conjunto se trata a continuación a 110°C durante 5 minutos, y luego a 130°C durante otros 5 minutos. Así se consigue un artículo compuesto, cuya rigidez dieléctrica, medida en el aceite, es de 68 kv/mm.
- 20.

- N O T A -

25. 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
30. corresponde a una solicitud de patente presentada en

342647



- Francia con fecha y número siguientes: 5 de julio de 1966, Nº PV 68248, adición francesa de 25 de mayo de 1967, Nº PV. 107.846, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR CINTAS AISLANTES"; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1ª.- Procedimiento para preparar cintas aislantes, caracterizado porque se aplica, sobre un papel de fibras de poliamidas aromáticas, compuestos organosilícicos de peso molecular relativamente poco elevado, que contienen grupos susceptibles de asegurar una trabazón con el substrato poliamídico, y grupos susceptibles de asegurar una trabazón con una resina o un elastómero organopolisiloxánico, llevándose a cabo esta aplicación con la intervención de un agente que permita el esponjamiento del mencionado substrato.
 10. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el agente de esponjamiento es una amida de ácido alcanóico inferior, o la N metilpirrolidona-2.
 15. 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque para limitar el esponjamiento del substrato poliamídico, el agente de esponjamiento se mezcla con un diluyente inerte con respecto al substrato, y compatible con los compuestos organosilícicos destinados a formar la capa de trabazón.
 20. 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación
 - 25.
 - 30.

342647



3ª, caracterizado porque el diluyente inerte es un alcohol inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

5. 5ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se procede sucesivamente al tratamiento del papel por el agente de esponjamiento, y luego a la aplicación de la composición de trabazón organosilícica, eliminándose, eventualmente por caldeo, los disolventes usados.

10. 6ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque se aplica directamente sobre el papel una composición que contiene el agente de esponjamiento y el compuesto de trabazón organosilícico y luego se eliminan eventualmente por caldeo, los disolventes usados.

15. 7ª.- "Procedimiento para preparar cintas aislantes"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid,

RHONE-POULENC, S.A.,

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY
p. p. Firmado: F. Hernández Rota

5 JUL. 1967