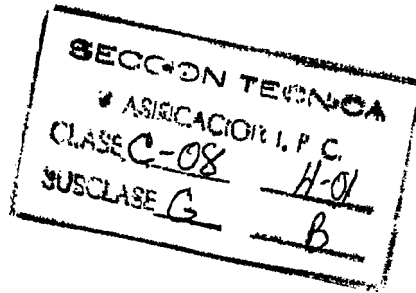


P.- 41.473

WE Case

Nº 39235



366750'

Memoria descriptiva

3 MAY. 1969



para solicitar PATENTE DE INVENCION, en ESPAÑA por 20 años

a nombre de WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION

entidad / ~~nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 3 Gateway Center, Pittsburgh, Pensilvania,
Estados Unidos de América

por: "UN METODO DE PREPARAR UNA COMPOSICION DE RESINA DE POLI
(AMIDA-IMIDA-ESTER^o) (Clase Internacional CO8g HO1b)

16 ENE 1971



Este invento se refiere a un procedimiento de preparar composiciones poliméricas de amida-imida-éster y a mezclas resinosas que contienen dichas composiciones, a métodos para preparar dichas composiciones, y a los recubrimientos resinosos sólidos que proporcionan dichas composiciones, particularmente sobre conductores eléctricos metálicos tales como alambre de cobre.

Las composiciones de poliéster de tereftalato y de isoftalato han sido aceptadas ampliamente para aislar conductores eléctricos tales como alambre y hoja de cobre y de aluminio. Las propiedades de choque frente al calor y de choque frente a los disolventes de estos poliésteres, incluyendo los que emplean isocianurato de tris(2-hidroxietilo) en calidad de componente de polioli, han sido consideradas como uno de sus principales puntos débiles. Algunos fabricantes emplean recubrimientos superiores de poliésteres lineales en esfuerzos para mejorar las propiedades de choque frente al calor y a los disolventes. Aunque algunas de estas composiciones de poliéster tienen aceptables propiedades térmicas para la mayor parte de las utilidades, aumenta el número de las aplicaciones que requieren una duración térmica más digna de confianza y más larga.

Las composiciones de poliimidas aromáticas, principalmente las que se derivan de dianhídridos aromáticos y de diaminas aromáticas primarias, se emplean en calidad de recubrimientos cuando se requiere un funcionamiento continuo digno de confianza a temperaturas dentro del margen de 200 a 220°C. Estas composiciones se derivan de precursores de ácidos poliámicos aromáticos que se preparan en costosos sistemas disolventes y son solubles en ellos.



69

La formación de imidas o imidación tiene lugar después que estos precursores han sido aplicados al conductor, y la condensación (separación de un mol de agua por cada mol de grupos imida formado) tiene una tendencia a producir recubrimientos vesiculados o con ampollas.

5

Las composiciones de poliéster-imida han sido producidas en un esfuerzo de establecer un equilibrio entre las propiedades de los precedentes poliésteres y las poliimidas. En general, las composiciones que tienen un sustancial contenido de imida deben emplear costosos disolventes y tienen muchas de las desventajas de las poliimidas. Las composiciones que son solubles en sistemas disolventes baratos deben tener un bajo contenido de imida y por lo tanto son muy similares en sus propiedades a las composiciones de poliéster.

10

15

Ninguna de las precedentes composiciones generales, desde luego ninguna de las conocidas en la técnica anterior, se aproxima a lo que puede ser clasificado satisfactoriamente como un recubrimiento universal para alambre conductor de electroimán, es decir un recubrimiento que combine las propiedades químicas, físicas y térmicas requeridas para la mayor parte de las utilizaciones con bajo costo. Un recubrimiento debe tener buena flexibilidad, adherencia al conductor, dureza contra el rascado, resistencia a la abrasión, resistencia al choque térmico a alta temperatura, resistencia a disolventes calientes, resistencia a refrigerantes, alta rigidez dieléctrica y buena estabilidad térmica y frente a la oxidación. En el estado líquido, la composición debe recubrir también los conductores homogéneamente y con rapidez y debe ser convertida

20

25

30



en un recubrimiento solidificado con un amplio margen de velocidades en torres de esmaltado de alambre convencionales.

5 Correspondientemente, es un objeto de este invento crear una composición de recubrimiento para conductores eléctricos que posea las propiedades mecánicas, físicas y químicas requeridas, en calidad de un recubrimiento aislante sobre los conductores, para la mayor parte de las utilizaciones principales y que pueda ser producido con un
10 costo relativamente bajo.

 Teniendo a la vista este objeto, el invento consiste en una resina de poli(amida-imida—éster soluble en ácido cresílico y en cresol, derivándose dicha resina de un componente ácido que comprende un anhídrido de un áci
15 do tricarboxílico aromático, un componente amínico que comprende una diamina primaria aromática y un componente de poliol que comprende un triol, estando comprendida entre 0,11 y 1,5 la proporción del número medio de grupos amido por radical de resina al número medio de grupos imido por
20 radical de resina.

 El invento resultará evidente con mayor facilidad a partir de la siguiente descripción ilustrativa y de los dibujos, en los cuales:

 La figura 1 es una vista isométrica fragmentaria de un conductor provisto con un recubrimiento de
25 esmalte aislante de este invento;

 La figura 2 es una vista en sección transversal de un conductor aislado con un material fibroso y con un esmalte de este invento; y

 La figura 3 es una vista en sección transver
30



sal de un conductor provisto con un conductor aislado de este invento que tiene un recubrimiento inferior o de imprimación y un recubrimiento superior, en que uno de los recubrimientos es una composición de este invento.

5 El anhídrido de ácido tricarbóxico comprende un grupo anhídrido y un grupo carboxilo unido a cada radical aromático. El grupo anhídrido es monofuncional para la formación de imida. Se supone que en la reacción con la diamina la imidación posible tiene lugar en primer lugar en
10 tre los grupos anhídrido y los grupos amino, y a continuación los grupos carboxilo reaccionan con los grupos amino remanentes para proporcionar enlaces de amida o con los grupos hidroxilo para proporcionar enlaces de éster. Es esencial, de acuerdo con este invento, que estén presentes
15 un cierto número de grupos amino con el fin de proporcionar una resina soluble en disolventes de bajo costo, tales como ácido cresílico o cresoles. Si no están presentes grupos amido, la resina, para permanecer soluble en dichos disolventes de bajo costo, debe incluir un gran exceso de grupos
20 éster con relación a los grupos imido. Las resinas que comprenden pocos grupos imido tendrán una baja resistencia a los disolventes y una baja resistencia térmica. La proporción del número medio de grupos amido por radical de resina al número medio de grupos imido por radical de resina
25 deberá ser al menos de 0,11 para proporcionar una resina que tenga una solubilidad en disolventes de bajo costo mejor que la marginal o mínima. Cuando se hacen reaccionar dos moles de anhídrido de ácido tricarbóxico con un mol de diamina, no hay sustancialmente grupos amido formados y, correspondientemente, la proporción es 0. Para
30



proporcionar una proporción de al menos 0,11, la proporción molar de anhídrido de ácido tricarboxílico a diamina primaria aromática deberá ser menor de 1,8:1. Cuando la proporción de grupos amido a imido aumenta por encima de 1,5 el número de enlaces imido en el polímero se hace demasiado pequeño y la resistencia a los disolventes y la resistencia térmica son demasiado bajas para un producto industrialmente aceptable. Esta proporción se obtiene cuando la proporción molar de ácido tricarboxílico a diamina primaria es inferior a 0,8:1.

Composiciones de recubrimiento apropiadas, de acuerdo con este invento, se derivan de (A) 40 a 55 equivalentes por 100 de un componente ácido que comprende: (1) al menos 10 equivalentes por 100 de un anhídrido de un ácido tricarboxílico aromático, preferiblemente anhídrido trimelítico, (2) hasta 31 equivalentes por 100 de al menos un compuesto ácido seleccionado del grupo que consiste en ácido isoftálico y ésteres dialcohólicos de los ácidos isoftálico y tereftálico, (3) hasta 10 equivalentes por 100 de al menos un compuesto ácido seleccionado del grupo que consiste en ácidos dicarboxílicos alifáticos que contienen de 4 a 10 átomos de carbono y sus ésteres y anhídridos, (4) hasta 8 equivalentes por 100 de un titanato de tetraalcoholo en que los grupos alcoholo contienen 1 a 4 átomos de carbono, y (5) hasta 10 equivalentes por 100 de un poliisocianato, particularmente los nuevos compuestos de poliisocianato (éster-uretano-isocianato) descritos a continuación y el trímero bloqueado terminalmente de diisocianato de tolueno, y (B) 45 a 60 equivalentes por 100 de un componente amino-poliol



que comprende (1) al menos 8 equivalentes por 100 de un compuesto diamínico primario aromático, (2) hasta 5 equivalentes por 100 de un compuesto amínico seleccionado del grupo que consiste en diaminas primarias alifáticas, melamina y piperazina, (3) al menos 15 equivalentes por 100 de un poliol que tiene al menos 3 grupos hidroxilo, preferiblemente un isocianurato de tris (hidroxialcoholo), y (4) hasta 25 equivalentes por 100 de un diol alifático.

El término "equivalente por 100", tal como se emplea aquí es calculado de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Porcentaje equivalente del ingrediente} = \frac{\text{Número de moles del ingrediente} \times \text{funcionalidad del ingrediente}}{\sum (\text{número de moles del ingrediente} \times \text{funcionalidad del ingrediente})}$$

Todos los ingredientes que tienen grupos reactivos están considerados en la suma (\sum) que sirve como divisor en la fórmula, hayan sido hechos reaccionar ya en la composición de recubrimiento soluble o esté disponible para reacción cuando se cure sobre el conductor eléctrico. Los grupos funcionales son los grupos anhídrido, carboxilo, hidroxilo, amino, titanato, éster e isocianato. Los compuestos ácidos dicarboxílicos, alcoholes divalentes y diaminas son bifuncionales. La funcionalidad de otros polioles, por ejemplo isocianurato de tris-(2-hidroxietilo), tendrá una funcionalidad igual al número de grupos hidroxilo presentes. El anhídrido de ácido tricarboxílico deberá ser considerado como trifuncional en la reacción con los polioles pero bifuncional en la reacción de



formación de imida con la amina.

5 El titanato de tetraisopropilo, empleado como catalizador reactivo en muchos de los ejemplos, es considerado como tetrafuncional. Cuando se emplean otros catalizadores no reactivos, éstos no son considerados en los cálculos de equivalentes. En el cálculo de equivalentes, el trímero bloqueado terminalmente de diisocianato de to-
10 lilenio es considerado como trifuncional con un peso molecular de 1050. El nuevo éster-uretano-isocianato (descrito a continuación) se añade a la funcionalidad total del tereftalato de dimetilo, del THEIC y del diisocianato de to-
lilenio ya que todos estos grupos reactivos o reaccionados están contenidos en el polímero previo que es mezclado con este nuevo isocianato.

15 Esenciales para la formación de éster en estas composiciones son al menos 15 equivalentes por 100 de un poliol que tiene 3 o más grupos hidroxilo, tal como isocianurato de tris(hidroxialcoholo). El ejemplo más apropiado y preferido es el isocianurato de tris(2-hidroxi-
20 xietilo). El isocianurato de tris(2-hidroxi-
etileno), denominado a continuación THEIC por razones de conveniencia, está disponible en el comercio con facilidad. Se deberá sobreentender también que se pueden emplear los análogos tautómeros de los compuestos de isocianurato, por
25 ejemplo cianurato de tris(2-hidroxi-
etileno). Estos últimos triésteres de cianurato pueden estar en la forma enol (cianurato) a la temperatura ambiente, pero cambian a la forma ceto (isocianurato) a las temperaturas de esterificación. Otros polioles que tienen 3 o más grupos hidroxilo, tales como glicerina, trimetiloletano, trimetilolpropano, pentaeritrita y sus mezclas, pueden sustituir al THEIC

3
23.4.69



5 preferido en su totalidad, pero preferiblemente solo en parte. Se deberá sobreentender que puede tener lugar una significativa variación de las propiedades térmicas cuando se reduce la cantidad de THEIC y, tal como resultará evidente a partir de los ejemplos siguientes, que se prefiere utilizar THEIC solo como el poliol que tiene 3 o más grupos hidroxilo.

10 Parte del precedente triol puede ser reemplazada ventajosamente por un diol alifático o glicol tal como etilenglicol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, hexametilenglicol, 1,4-ciclohexanodimetanol, neopentilglicol y sus mezclas. Se considera que una cantidad tan pequeña como 1 equivalente por 100 es una cantidad eficaz para proporcionar alguna mejora de flexibilidad. Se pueden emplear hasta 25 equivalentes por 100 sin sacrificio indebido de propiedades térmicas.

15 También es esencial para la formación de las composiciones de este invento al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en ácido isoftálico y los ésteres de dialcohilo inferior del ácido isoftálico y del ácido tereftálico y un anhídrido de un ácido tricarboxílico aromático, preferiblemente anhídrido trimelítico. Tal como resultará evidente a partir de los ejemplos, la estequiometría global de los reaccionantes es la misma, sean las composiciones de recubrimiento homopolímeros, copolímeros o copolímeros en bloque, o mezclas de estos.

20
25
30 Composiciones de recubrimiento apropiadas de cualquiera de los diversos tipos pueden ser producidas siempre que se mantenga la estequiometría de todos los reaccionantes en la formación de amida-imida-éster. Así, se emplean de 40 a 55



equivalentes por 100 de ácido y de 45 a 60 equivalentes por 100 de polirol en la formación de éster, en que solo los dos ingredientes formadores de éster son hechos reaccionar previamente para formar un poliéster de alto peso molecular, que a continuación es hecho reaccionar con el TMA y con la diamina. Todos los ingredientes son considerados para calcular los porcentajes equivalentes sin tener en cuenta cuando son añadidos. Grupos funcionales no reaccionados del poliéster reaccionarán posteriormente con los grupos funcionales de los ingredientes formadores de amida-imida. Los grupos carboxilo en exceso del poliéster reaccionarán con grupos amino para formar un enlace amida, mientras que un exceso de grupos hidroxilo en el poliéster reaccionará con los grupos carboxilo del anhídrido para formar enlaces éster adicionales. Se prefiere un poliéster con grupos hidroxilo en exceso. Esta reacción entre los grupos en exceso del poliéster (o sus ingredientes) y los componentes o ingredientes de poliamida-imida, mejora la solubilidad del polímero que contiene imida y forma copolímeros (en bloque, en bloque modificados, etc.) antes o después de que las composiciones de recubrimiento sean aplicadas al conductor, o a la vez antes y después de la aplicación.

Al menos 10 equivalentes por 100 del monoanhídrido de un ácido tricarbóxico aromático, por ejemplo anhídrido trimelítico, son esenciales en la porción de amina-imida de la formación de polímero para una satisfactoria formación mínima de amida-imida. Pequeñas cantidades de un dianhídrido aromático tetracarboxílico pueden ser incluidas para formar grupos imido, pero las can-



tidades deben ser limitadas para impedir la formación de imidas insolubles, a partir de estos derivados tetracarboxílicos. La solubilidad en los sistemas disolventes descritos a continuación es imperativa si se han de mantener las ventajas del bajo costo. Aproximadamente 5 equivalentes por 100 del dianhídrido aromático tetracarboxílico constituyen un límite máximo. Ejemplos de dichos dianhídridos son dianhídrido promelítico, dianhídrido benzofenon-tetracarboxílico, etc.

Se deben incluir al menos 8 equivalentes por 100 de un compuesto diamínico primario aromático. Los compuestos diamínicos aromáticos pueden contener uno o más anillos aromáticos. Cuando están presentes dos anillos, los anillos pueden estar unidos mediante puentes de diversos radicales divalentes, tales como radicales oxi, carboxi, sulfo, sulfonilo, amido, o alcohileno. Desde luego, los anillos pueden estar unidos entre si sin grupos de puente o pueden ser anillos condensados. La exigencia esencial es la presencia de al menos dos grupos amino primarios reactivos. Se prefieren la metilendianilina y la meta-fenilendiamina, pero se pueden emplear otras aminas tales como 4,4'-diaminodifeniléter, 3,4'-diaminobenzanilida y muchas otras. Se pueden emplear melamina, piperazina y aminas alifáticas en pequeñas cantidades, que oscilan entre 0,5 y 5 equivalentes por 100.

Se pueden incluir desde 0,5 a 10 equivalentes por 100 de un componente de ácido dicarboxílico alifático, para proporcionar mejoras de flexibilidad y de otras propiedades. Son apropiados ácidos dicarboxílicos, y sus ésteres o anhídridos, que contienen de 4 a 10 átomos



de carbono. Son ejemplos ácido sebácico, ácido adípico, ácido azelaico y anhídrido maleico.

5 Los ésteres de titanato, por ejemplo titanatos de tetraalcohilo y titanato de tetracresilo, pueden ser incluidos en la mezcla de reactivos de poliéster tanto para catalizar la reacción de esterificación como para mejorar la adherencia del recubrimiento curado al conductor metálico. Se pueden incluir de 0,5 a 8 equivalentes por 100 del éster de titanato. Los grupos alcohilo del titanato de tetraalcohilo contienen 1 a 4 átomos de carbono. Sin embargo se pueden emplear en lugar de ellos, catalizadores de esterificación no reactivos. Tales catalizadores son conocidos en la técnica. Son generalmente octoatos, linoleatos, naftenatos, etc. de metales tales como zinc, cobalto, plomo, etc. El éster de titanato puede estar mezclado, desde luego, con composiciones preparadas con catalizadores no reactivos.

20 Tal como resultará evidente a partir de los ejemplos específicos, la mejor combinación de propiedades es proporcionada cuando los ingredientes formadores de éster son hechos avanzar en primer lugar hasta una etapa formadora de hilos, y los ingredientes de amida-imida son añadidos después de esto para formar un polímero que contiene los enlaces imida y amida. Una cantidad adicional de poliéster puede ser mezclada en frío con el amida-imida-éster polimérico, o se pueden añadir ingredientes de poliéster adicionales para reacción adicional con el amida-imida-éster polimérico. Poliéster-amidas y/o amida-imida-ésteres poliméricos pueden ser también una parte de la mezcla. Las mezclas en frío del amida-imida-éster po-



5 limérico y de los poliésteres de tereftalato forman copolímeros en bloque que proporcionan la mejor duración térmica. Además de las propiedades de duración térmica, los copolímeros en bloque de las mezclas en frío proporcionan una combinación de propiedades que no se puede lograr mezclando todos los ingredientes entre sí en un único recipiente de reacción, particularmente las propiedades de choque frente al calor, de cortocircuito por contacto, de flexibilidad, y el margen de secado en estufa, aunque estas 10 últimas composiciones tienen mejores propiedades que los poliésteres de la técnica anterior.

Las proporciones relativas de los componentes de las mezclas poliméricas en frío pueden ser descritas también convenientemente en términos del peso total de sólidos. Una solución de una composición polimérica de amida-imida-éster puede ser mezclada en frío con 20 a 60% en peso, sobre una base de sólidos totales, de un poliéster de tereftalato, particularmente un poliéster de tereftalato-THEIC-etilenglicol. Una pequeña proporción (10 á 20% 20 en peso sobre una base de sólidos totales) de un poliisocianato bloqueado terminalmente, por ejemplo el trímero de diisocianato de tolueno bloqueado con fenol, puede ser incluida; se pueden añadir a la mezcla de 3 a 6% en peso de un éster de titanato, basado en los sólidos totales.

25 El componente de amida-imida-éster polimérico, o el de poliéster, o el de poliéster-amida de la mezcla, puede contener un modificador flexibilizante. El componente de poliéster preferido antes descrito incluye etilenglicol en calidad de modificador pero otros dioles 30 tales como neopentilglicol, 1,4-butanodiol, hexametileno-



glicol, 1,5-pentanodiol y 1,4-ciclohexanodimetanol, son también ejemplos. Se pueden incluir también ácidos dicarboxílicos alifáticos tales como ácido sebácico, azelaico, etc.

5 Las composiciones de recubrimiento pueden ser mezcladas también con desde aproximadamente 1 a 10%, sobre una base en peso de sólidos totales, de una resina fenólica. Una resina fenólica apropiada puede derivarse de 50 a 65 equivalentes por 100 de un fenol (tal como fenol, 10 meta,para-cresol, ácido cresílico, o sus mezclas), y de 35 a 50 equivalentes por 100 de un aldehído (tal como formaldehído), catalizado por una amina terciaria (tal como trietanolamina).

15 Las composiciones de este invento son solubles en disolventes tales como cresol, ácido cresílico y fenol. Las composiciones pueden ser diluídas adicionalmente hasta una viscosidad de recubrimiento apropiada con ácido cresílico y/o con un diluyente hidrocarbonado aromático que tenga un margen de ebullición preferido de aproximadamente 20 135 a 300°C. El diluyente hidrocarbonado aromático puede constituir de 30 a 50% en peso del sistema disolvente total. Las composiciones pueden ser recubiertas por inmersión, recubiertos en hilera, etc., sobre alambre, hoja y similares, utilizando procedimientos normales.

25 Por razones de conveniencia, para identificar los diversos ingredientes empleados en los ejemplos y en los diversos resúmenes que seguirán, se emplearán las abreviaturas de acuerdo con la siguiente tabla I



TABLA I

<u>Abreviaturas</u>	<u>Ingrediente</u>
EG	Etilenglicol
THEIC	Isocianurato de tris(2-hidroxietilo)
5 MPD	Meta-fenilendiamina
MDA	Metilendianilina
TMA	Anhídrido trimelítico
DMT	Tereftalato de dimetilo
IPT	Titanato de tetraisopropilo
10 TDI	Diisocianato de tolileno (80% de 2,4 y 20% de 2,6)
SA	Acido sebácico
PDT	1,5 pentanodiol
NPG	Neopentilglicol
15 CHDM	1,4-ciclohexanodimetanol
HMG	Hexametilenglicol
BTD	Butanodiol 1,4
AA	Acido adípico
AZA	Acido azelaico
20 ED	Etilendiamina

Tal como resultará evidente a partir de la descripción que sigue, se conducen diversos ensayos sobre alambre conductor esmaltado o aislado con resina, para evaluar la idoneidad de una composición de recubrimiento resinosa como aislamiento para alambre conductor. Las propiedades descritas en los siguientes ejemplos y tablas fueron determinadas de acuerdo con los siguientes procedimientos:

Margen de secado en estufa : Esta es una medida del margen de la velocidad de alambre (en cm por



minuto de una torre de esmaltado de 450 cm con una temperatura de lugar caliente de 430°C) que proporcionará un recubrimiento homogéneo que pasa satisfactoriamente tanto un Ensayo de Mandrin LX (ningún agrietamiento, fisuras ni otros defectos en el recubrimiento, visible a simple vista cuando el alambre es enrollado alrededor de su propio diámetro como un Ensayo de Salto Rápido.

Ensayo de Salto Rápido: Este es principalmente una medida de la flexibilidad de la película de esmalte, pero indica también el grado de adherencia. Se emplea como un ensayo testigo para determinar si la película de esmalte está secada en estufa insuficientemente o excesivamente. Un alambre de 300 mm de longitud entre una mandíbula de sujeción fija y una mandíbula de sujeción móvil, es alargado con rapidez de manera que el alambre se rompe a una distancia cualquiera mayor de 25 mm desde cualquiera de los órganos de sujeción. La película de esmalte deberá estar libre de cualesquiera grietas o imperfecciones para pasar satisfactoriamente este ensayo.

Flexibilidad: Esta es una medida de la ductilidad de una película de esmalte sobre un conductor e indica el grado en el que un alambre puede ser alargado y permanecer libre de fisuras, faltas y otras imperfecciones. El ensayo simula el estiramiento de un alambre cuando pasa sobre poleas de pequeño radio, a través de guías, y sobre formeros para devanado de bobina, igual que cuando está siendo arrollado para formar bobinas acabadas. El ensayo se conduce montando un extremo de un tramo de alambre esmaltado en una mandíbula de sujeción estacionaria, y el otro extremo en una mandíbula de sujeción móvil que están



entre ellas 25,4 cm. Cada uno de una serie de alambres es alargado hasta un porcentaje fijado hasta que aparecen grietas en la película de esmalte cuando se rompe el alambre . El máximo alargamiento, en porcentaje, en el que la película de esmalte permanecerá sin defectos y libre de grietas o de imperfecciones después de ser enrollada también alrededor de un mandrin 1X es el dato citado.

Resistencia a la abrasión: Esta es una medida de la dureza de película de esmalte, y del grado de adherencia de la película al metal de base y/o de la coherencia entre capas de esmalte. Este ensayo proporciona una indicación de la aptitud de la película de esmalte para resistir abusos de enrollamiento. El ensayo se utiliza también en la operación de recubrimiento para determinar el secado en estufa apropiado que se debe aplicar al esmalte para obtener las mejores propiedades posibles. Son generalmente cuatro procedimientos de ensayo los que se utilizan, y estos se describen a continuación:

a) Rascado unilateral.- Una carga constante sobre un alambre o cuerda de piano de 0,225 mm de diámetro, que está en ángulo recto con relación al alambre conductor, se mueve a lo largo de la longitud del alambre con un brazo de palanca creciente, hasta que el aislamiento es eliminado y la aguja hace contacto con el conductor. La distancia que atraviesa el cabezal lastrado con contrapeso multiplicado por el peso da un valor numérico para la resistencia al rascado del aislamiento.

b) Abrasión por rascado repetido de General Electric.- La abrasión de la película sobre el alambre se logra con una superficie cilíndrica de una aguja del número



5 11 de 0,400 mm de diámetro que es movida en vaivén en una distancia de 10 mm en ángulo recto con relación al alambre bajo una carta de 700 gramos. El número de ciclos requeridos para hacer que la aguja penetre a través de la película de esmalte es el índice GESA.

10 (c) Rascado Westinghouse - Un trozo de 30,48 cm de alambre esmaltado es tirado bajo un alambre de piano de acero lastrado con contrapeso de 0,225 mm de diámetro en ángulo recto con relación al alambre de piano, por una distancia de 100 mm sobre cada uno de cuatro lados separados entre sí 90°. El peso requerido para eliminar por rascado la mitad del esmalte de uno cualquiera de los lados en el conductor se considera que es el índice de rascado.

15 (d) Rascado Emerson - El alambre es estirado a razón de 1800 cm por minuto por debajo y en ángulo recto con relación a una aguja lastrada con contrapeso de 1,3 mm de diámetro, que está situada sobre el alambre móvil y es retirada por un conjunto de acción de leva. El peso requerido para penetrar a través del conductor 8 entre 10 veces
20 es el índice de rascado único indicado.

A menos que se indique específicamente otra cosa, la Resistencia a la abrasión fue determinada por el método

(b)

25 Choque frente al calor.- Esta es una medida de la aptitud de la película de esmalte para resistir al calor mientras está en una condición de tensiones internas, un estado que se encuentra, por ejemplo en bobinas de alambre de electroimán enrolladas calentadas. Una longitud de alambre esmaltado es enrollada alrededor de su propio diámetro
30 20 veces. Cada una de una serie de muestras de ensayo es



colocada en un horno a diversas temperaturas crecientes. La máxima temperatura a la que resisten las bobinas sometidas a tensiones internas después de ser calentadas durante una hora y enfriadas hasta la temperatura ambiente, sin que aparezcan roturas o fallos visibles en la película de esmalte, es considerada como el índice de choque frente al calor. La observación visual se efectúa bajo un microscopio con un aumento de aproximadamente 23 veces. Las temperaturas son aumentadas a incrementos de 25°C.

5

10

Temperatura de corto circuito por contacto.- Esta es una medida de la aptitud de una película de esmalte para resistir el flujo bajo calor y presión tal como se encuentra, por ejemplo, en bobinas de rotor de motor enrolladas al azar y calentadas. Esto es denominado algunas veces un ensayo de flujo termoplástico.

15

20

Dos alambres esmaltados son colocados horizontalmente y en ángulos rectos entre si en una plantilla apropiada con un peso de 1000gramos centrado sobre los alambres en el punto de cruce. La temperatura del conjunto aumentó a una velocidad constante de 5° por minuto hasta que los dos conductores entraron en contacto entre sí, lo cual es detectado por medio de un sistema de circuito eléctrico. La temperatura a la que tiene lugar este cortocircuito es considerada como el índice de temperatura de cortocircuito por contacto.

25

30

Estabilidad térmica: Este es un ensayo que mide la calificación de calidad térmica esperada de alambres de electroimán barnizados o no barnizados en equipos eléctricos, y está basado en la teoría del deterioro del aislamiento eléctrico, tratado como un fenómeno de tipo



químico. El procedimiento de ensayo es el prescrito en IEEE N° 57. Los datos están indicados en horas hasta el fallo a una temperatura dada.

5 Pérdida de peso: Esta es una medida de la pérdida de peso de una película de esmalte por envejecimiento a temperaturas elevadas. Esta pérdida de peso es causada normalmente por pérdida de disolventes no combinados, polimerización adicional, y separación de subproductos asociados con el esmalte, y degradación térmica de la estructura polimérica.

10

El ensayo incluye pesar muestras de 0,25 g. del esmalte húmedo en una cubeta de aluminio de 50 mm de diámetro, y calentar después el esmalte para eliminar los disolventes y diluyentes y completar la reacción de polimerización. La película de esmalte resultante es calentada inicialmente a 200°C durante 24 horas y después es envejecida a temperaturas seleccionadas, normalmente 200°C, 225°C y 250°C. Las muestras son repesadas periódicamente y la pérdida de peso acumulada es calculada con relación al peso de la muestra después de la operación de curado durante 24 horas inicial.

15

20

Otros ensayos que se pueden haber conducido son descritos específicamente cuando se indican a continuación datos de ellos.

25 Para una consideración conveniente de las propiedades de los recubrimientos en los ejemplos siguientes, los datos de ensayo obtenidos están resumidos aquí en las Tablas II y III.

23.4.69

Tabla II - Propiedades de esmaltes para alambre sobre alambre conductor A.W.G. n° 18 (1 mm) - gran espesor de aplicación.

Ejemplo N°	Margen de secado en estufa ¹	Flexibilidad ²	Resistencia a la abrasión ³	Choque frente al calor ⁴ °C	Cortocircuitos ⁵ °C	Duración térmica, horas, a la temperatura, °C				
						Barniz	275	250	225	200
1	17-22	20-25	50-100	175	386-401	Ninguno	88	372	904	9500
2	19-28	30-35	30-40	125	375-395	Silicona	156	1094	5300	--
3	17-25	10-20	45-70	225	360-367	Ninguno	77	350	610	>5000
4	17-25	10-30	15-70	250	285-340	Ninguno	260	1116	1388	--
5	19-28	10-20	20-80	200-225	390-400	Silicona	372	1272	2770	--
6	17-25	10-25	40-100	225	390-410	Ninguno	217	732	1595	--
7	17-22	10-15	80-150	225	350-360	Ninguno	320	1284	3190	--
8	17-22	10-20	60-70	225-250	400-407	Silicona	336	1764	4000	--
9	17-25	10-20	55-185	225	385-400	Ninguno	232	1282	8000	>19,700
						Ninguno	219	1644	4200	--
						Ninguno	324	1812	6040	--
						Ninguno	278	1020	2700	--



Tabla II (cont.)

Ejem- plo Nº	Margen de se- cado en es- tufa ¹	Flexibi- lidad ²	Resisten- cia a la abrasión ³	Choque fren- te al ca- lor ⁴ °C	Cortocircuito ⁵ °C	Duración térmica, horas, a la temperatura, °C ⁶	Barniz	275	250	225	200
10	17-25	15-30	20-100	200	330-390		Ninguno	28	168	1800	>30.000
							Silicona	28	252	8180	>33.100
11	17-28	20-35	20-60	175-200	380-390		Ninguno	64	252	3450	>27.400
							Silicona	84	3852	11.600	>26.200
12	17-25	15-35	20-100	225	340-360		Ninguno	78	372	4116	>9000
							Silicona	36	1740	8060	>33.100
13	15-22	5-20	40-100	250	330-340		Ninguno	24	168	5050	>30.000
							Silicona	36	984	6640	>33.100
14	17-28	20-30	25-60	225	340-360		Ninguno	78	1680	6972	--
15	19-32	20-35	26-50	225	320-350		Ninguno	36	948	4450	--
16	17-22	20-25	80-100	225	390-395		Ninguno	70	2292	8316	--
17	19-28	10-15	40-90	200	390-410		Ninguno	212	1620	7300	--



Tabla II (cont.)

Ejem- plo Nº	Margen de se- cado en estufa ¹	Flexibi- lidad ²	Resisten- cia a la abrasión ³	Choque fren- te al ca- lor ⁴ °C	Cortocircuito ⁵ °C	Duración térmica, horas, a la temperatura, °C ⁶				
						Barniz	275	250	225	200
18	17-25	10-30	40-100	225	390-420	Silicona	276	2472	8652	--
19	17-32	10-30	30-80	225	300-350	Ninguno	156	1920	5380	--
20	17-32	20-35	25-40	200	370-390	Silicona	108	2328	7150	--
						Ninguno	256	1824	2000	--
						Ninguno	102	1128	6580	>20.300
						Silicona	74	1340	5960	>17.800
21	17-28	15-35	20-90	175-200	370-410	Ninguno	80	624	8484	>10.000
22	17-25	10-25	50-90	200	380-400	Ninguno	121	516	10.700	--
						Silicona	228	2532	11.600	--
23	17-28	15-25	25-130	200	375-405	Ninguno	116	1968	7500	>21.000
						Silicona	177	2592	8316	>21.000



Tabla II (cont.)

Ejem- plo Nº	Margen de se- cado en estufa ¹	Flexibi- lidad ²	Resisten- cia a la abrasión ³	Choque frente al calor ⁴ °C	Cortocircuito ⁵ °C	Duración térmica, horas, a la temperatura °C ⁶
24	17-28	10-20	40-150	200	370-410	Barniz 275 250 225 200
25	17-28	15-25	30-100	225	375-400	Ninguno 165 768 7220 >22.000 Silicona 560 2616 9912 >11.000 Ninguno 310 1320 4950 >17.800 Silicona 392 2160 7400 >20.700
26	19-25	10-20	40-150	225	400-420	Ninguno 204 1982 4620 -- Silicona 512 1968 4664 --
27	17-36	25-35	40-190	225-250	350-370	Ninguno 164 876 7900 >16.600 Silicona 65 1512 7230 >15.900
28	17-36	30-35	15-30	225-250	345-380	Ninguno 44 636 1092 >13.800
29	17-36	30-35	30-100	225-250	305-330	Ninguno 20 120 420 > 4116
30	17-32	30-35	20-50	225-250	320-360	Ninguno 44 636 4200 >13.800
31	17-32	15-30	20-60	225-250	305-370	Sin datos



Tabla II (cont.)

Ejem- plo Nº	Margen de se- cado en estufa ¹	Flexibi- lidad ²	Resisten- cia a la abrasión ³	Choque frente al calor ⁴ °C	Cortocircuitos ⁵ °C	Duración térmica, horas, a la temperatura 90°6					
						Barniz	275	250	225	200	
32	17-32	25-35	28-76	225-250	340-355			Sin datos			
33	17-36	15-30	20-90	225-250	300-360			Sin datos			
34	17-36	25-30	30-80	225-250	330-365			Sin datos			
35	17-36	20-35	17-40	225-250	300-350			Sin datos			
36	19-32	20-25	20-30	225-250	380-400			Sin datos			
37	17-32	10-35	26-94	250	370-400	Ninguno	110	1308	>5500	>5500	
38	17-36	10-35	30-40	225-275		Silicona	84	1170	>5500	>5500	
39	19-36	10-35	20-45	225-275				Sin datos			
40	17-40	5-35	26-72	225-275	380			Sin datos			
41	19-36	10-35	26-64	225-275	385			Sin datos			
42	17-36	5-35	32-80	225-275	390			Sin datos			
43	19-25	10-20	20-40	225	390-405	Ninguno	1152	5192	12.600	12.600	



Tabla II (Cont.)

Ejem- pl. Nº	Margen de se- cado en estufa ¹	Flexibi- lidad ²	Resisten- cia a la abrasión ³	Choque fren- te al calor ⁴ °C	Cortocircuito ⁵ °C	Duración térmica, horas, a la temperatura °C
44	--	--	--	--	--	Barniz 275 250 225 200
45	17-32	10-35	70-95	>300	--	Recubrimien- to superior 296 2680 17.500 -- de imida 140 1332 >2500

- 1 El margen de secado en estufa es el margen de velocidad (en cm por minuto a través de una torre de 450 cm a una temperatura de lugar caliente de 430°C), que recubre de modo homogéneo, que pasa por el mandrin IX y que pasa el ensayo de saldo rápido.
- 2 La flexibilidad es el margen de alargamientos porcentuales máximos que pasan por mandrin IX por todo el margen de secado en estufa.
- 3 La resistencia a la abrasión es el número de pasadas hasta el fallo, filo de la cuchilla de 0,400 mm de diámetro, 700 g de carga.
- 4 El choque frente al calor - temperatura máxima (incrementos de 25°C) a la que el mandrin IX no muestra fisuras en un ensayo de una hora.



Tabla II (cont)

- 5 Cortocircuito - Alambres cruzados cargados con 1000 g de peso y aumentándose la temperatura a 50°C por minuto. La temperatura de cortocircuito por contacto es la temperatura a la que los alambres fallan bajo 120 voltios.
- 6 Duración térmica - procedimiento IEEE número 57, criterio de 1000 voltios sobre pares retorcidos.



Tabla III - Datos de pérdida de peso

En hornos de circulación de aire - aproximadamente 1/4 g. Película en cubeta de aluminio de 50 mm. de diámetro

Ejemplo	Pérdida de peso a 250°C, %				Pérdida de peso a 200°C, %			
	10 días	40 días	80 días	10 días	60 días	120 días	400 días	
1	16	30,5	43,5	3,5	8,9	14,6	21,6	
5	5,8	16,6	25,8	0,5	1,5	3,6	10,4	
3	1,8	8,1	15,4	-0,3*	0,3	1,2	4,1	
4	1,4	7,0	13,2	-0,7*	0,2	0,8	3,5	
11	13,0	29,5	43,0		Sin datos			
12	8,5	20,5	25,5		Sin datos			
8	6,6	15,0	18,8	0,5	1,3	2,6	6,1	
18	5,0	17,0	26,0	0,3	1,4	2,8	6,3	
20	11,0	22,5	27,5	0,5	2,2	5,0	12,8	
23	9,0	24,0	33,0	0,3	2,0	2,6	12,9	

(*) Las muestras señalan una ganancia de peso real.





Poliésteres de la técnica anterior.

Los siguientes ejemplos son ilustraciones de la preparación de las composiciones de recubrimiento de poliéster de la técnica anterior y de las propiedades de alambres aislados con dichas composiciones.

5

Ejemplo 1

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

EG	149,0	2,4	4,8	12,0
THEIC	1566,6	6,0	18,0	45,0
DMT	1552,0	8,0	16,0	40,0
IPT	84,0	0,785	1,18	2,95

10

Los precedentes ingredientes son cargados en un matraz de cuatro bocas de cinco litros equipado con un agitador accionado por motor, un tubo de borboteo de nitrógeno, termómetro y condensador de vapor de agua.

15

Los ingredientes son calentados a 160°C con agitación y borboteo de nitrógeno y la temperatura es aumentada a la velocidad de 15°C por hora hasta una temperatura de 205°C. A 205°C, la mezcla resinosa se hace viscosa y susceptible de formar hilos, y se añaden 3000 g de ácido cresílico y 1500 g de un hidrocarburo aromático con un margen de ebullición de 154°C a 177°C (Solvesso 100).

20

La solución es diluida hasta la viscosidad de recubrimiento con mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico; Solvesso 100 y es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A. W. G. número 18 (1 mm) hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,8 mm con 6 pasadas a través de una torre vertical de 4,50 m con una temperatura de lugar caliente de 400°C. Las propiedades enumeradas en la Tabla II

25

30

23.4.69



son muy buenas excepto la resistencia al choque frente al calor (pasa el mandrin IX a 175°C) que es inferior a las poliéster-amida-imidas mostradas en la tabla. La duración térmica del Ejemplo 1 es también inferior a la de la mayor parte de los esmaltes para alambre de poliéster-amida-imida enumeradas en la Tabla, y la pérdida de peso (Tabla III) es mucho mayor.

Ejemplo 2

	Ingredientes	Gramos	Moles	Equivalentes	Equivalentes por 100
10	EG	149,0	2,4	4,8	25,5
	THEIC	522,2	2,0	6,0	31,8
	DMT	776,0	4,0	8,0	42,4
15	IPT	3,0	0,01055	0,04	0,21

Estos ingredientes son hechos reaccionar en un recipiente de reacción de tres litros de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1 hasta una etapa de formación de hilos, a una temperatura final de 231°C. La mezcla resinosa es diluida primeramente con 1500 g de ácido cresílico y 750 g de Solvesso 100, y después hasta la viscosidad de recubrimiento con una mezcla 1:1 de ácido cresílico y Solvesso-100, y es aplicada como recubrimiento sobre alambre A.W.G. número 18. Las propiedades enumeradas en la Tabla II muestran mejor flexibilidad y mejor margen de secado en estufa pero menor resistencia a la abrasión y menor resistencia al choque frente al calor que el Ejemplo 1. Las composiciones de los ejemplos 1 y 2 son utilizadas como materiales de mezcla en algunos de los ejemplos siguientes:



Poliéster en bloque de TMA - THEIC.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de la preparación de amida-imida-ésteres poliméricos de este invento, y de las propiedades de alambres aislados con dichas composiciones. El poliéster en bloque es preparado a partir de TMA y THEIC, algunas veces con la adición de EG. Los enlaces amida-imida se derivan de MDA o de MPD, hecho reaccionar con TMA.

Ejemplo 3

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE A:

THEIC	2340,0	8,96	26,88	24,85
TMA	690,0	3,59	10,77	9,92
IPT	16,2	0,0571	0,228	0,23

PARTE B:

MDA	2680,0	13,5	27,0	25,00
TMA	4150,0	21,6	43,2	39,90

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 539 g de meta, para-cresol son cargados en un recipiente de reacción de 400 litros equipado con un agitador accionado por motor, tubo de borboteo de nitrógeno, termómetro y condensador de aire. La carga es calentada a 200°C a una velocidad de 10°C por hora y es mantenida a 200°C hasta que se alcanza una etapa de formación de hilos. La carga reaccionada es diluída con 10100 g de meta, para-cresol.

A continuación se añade el MDA de la parte B. El TMA es añadido lentamente durante un período de una hora. Después de la adición de todo el TMA, la temperatura es aumentada hasta 195°C y es mantenida hasta que se alcanza una etapa transparente y de formación de hilos. La



solución de producto es diluída con 8630 g de ácido cresílico y 6480 g de Solvesso 100, después es diluída adicionalmente hasta una viscosidad de 9 poises a 25°C con mezcla 1:1 de ácido cresílico y Solvesso 100. La solución es aplicada como recubrimiento sobre alambre A. W. G. número 18 entre 510 y 750 cm por minuto en una torre de esmaltado vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de 400°C.

Las propiedades resumidas en la Tabla II muestran un choque frente al calor muy mejorado con relación a los ejemplos 1 y 2. Los datos de pérdida de peso de la Tabla III muestran una pérdida de peso mucho menor que con los poliésteres.

Ejemplo 4

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE A:

THEIC	174,0	0,667	2,0	19,65
TMA	42,7	0,222	0,666	6,54
IPT	1,5	0,0053	0,021	0,21

PARTE B:

MDA	297,7	1,5	3,0	29,50
TMA	432,5	2,25	4,5	44,10

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 50 g de meta,para-cresol, son cargados en un matraz de cuatro bocas de 3 litros equipado con agitador, tubo de borboteo de nitrógeno, termómetro y condensador de aire. La carga es calentada hasta 160-190°C, a razón de 10°C por hora hasta una etapa de formación de hilos. El MDA de la parte B, juntamente con 705 g de meta,para-cresol, son añadidos a la carga reaccionada. El TMA es añadido lenta-



mente durante un período de una hora a una temperatura de reacción de 160°C. La temperatura es aumentada hasta 205°C a razón de 10°C/hora y es mantenida a 205°C hasta que se obtiene un producto de reacción resinoso formador de hilos. El producto es diluido con 900 g. de meta, para-cresol y 700 g. de Solvesso 100. La solución es enfriada y diluida adicionalmente con mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100 hasta una viscosidad de 9,0 poises. Recubrimientos sobre alambre A.W.G. número 18 dan las propiedades mostradas en la Tabla II con sobresaliente resistencia al choque frente al calor. La pérdida de peso de este material (Tabla III) es también sobresalientemente baja.

Ejemplo 5

	<u>Ingrediente</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>	<u>Equivalentes</u>	<u>Equivalentes por 100</u>
	PARTE A:				
	EG	44,4	0,715	1,430	10,8
	THEIC	310,0	1,187	3,561	26,90
	TMA	205,5	1,07	3,210	24,20
20	IPT	3,0	0,01055	0,042	0,32
	PARTE B:				
	MDA	212,0	1,07	2,14	16,15
	TMA	350,0	1,43	2,86	21,60

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 100 g de meta, para-cresol, son cargados en un matraz de cuatro bocas de 3 litros equipado con un agitador accionado por motor, tubo de borboteo de nitrógeno, termómetro y condensador de vapor de agua.

Los ingredientes son calentados en el margen de 160 a 196°C a una velocidad de 15°C por hora en que



5 se alcanza una etapa de formación de hilos, y la solución es diluída con 650,0 gramos de meta, para-cresol. En este punto, se añade el MDA de la parte B. El condensador de vapor de agua es reemplazado por un condensador de aire y la temperatura es aumentada hasta 170 - 190°C al mismo tiempo que se añade lentamente el TMA. La reacción se continúa a 200°C hasta que se forma una solución de resina formadora de hilos, y se añaden 900 g de ácido cresílico y 600 g de Solvesso 100. La solución es ajustada a una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con mezcla 1:1 de ácido cresílico y Solvesso 100, y es aplicada como recubrimiento sobre alambre A.W.G. número 18 entre 510 y 750 cm/minuto en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de 400°C. Las propiedades están enumeradas en la Tabla II.

Ejemplo 6

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

	Gramos	Moles	Equivalentes	Equivalentes por 100
PARTE A:				
EG	54,9	0,883	1,766	13,20
20 THEIC	310,0	1,187	3,561	26,60
TMA	238,0	1,238	3,714	27,70
IPT	3,0	0,0106	0,042	0,31
PARTE B:				
MPD	95,5	0,883	1,766	13,20
25 TMA	242,6	1,265	2,530	18,90

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 50,0 gramos de meta, para-cresol, son colocados en el matraz de reacción. Con borboteo de nitrógeno y un condensador de aire, la temperatura es aumentada hasta 160 a 190°C a razón de 15°C por hora, hasta una etapa de formación

3 MAY



de hilos, en la que se añaden 784 g de meta, para-cresol y el MPD de la parte B. La temperatura es aumentada hasta 175°C y se añade lentamente el TMA durante un período de cuatro horas. Se forma una solución de resina semisólida que se hace líquida y susceptible de formar hilos después de un periodo de caldeo adicional de una hora a 190-200°C. La solución de resina es diluída hasta una viscosidad de 9 poises a la temperatura ambiente con una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100 y es aplicada como recubrimiento sobre alambre A.W.G. nº 18. Las propiedades enumeradas en la Tabla II muestran satisfactorios márgenes de secado en estufa y flexibilidad, y muy buenas resistencias al choque frente al calor, a la abrasión, y al cortocircuito por contacto, juntamente con muy buena duración térmica.

Ejemplo 7

	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>	<u>Equivalentes</u>	<u>Equivalentes por 100</u>
<u>Ingredientes</u>				
PARTE A:				
EG	88,8	1,43	2,86	21,2
THEIC	186,0	0,714	2,14	15,89
TMA	205,5	1,07	3,21	23,80
IPT	21,0	0,074	0,296	2,20
PARTE B :				
MPD	114,6	1,06	2,12	15,70
TMA	275,0	1,43	2,86	21,20

Los ingredientes precedentes son empleados para preparar otra composición siguiendo los procedimientos bosquejados en el Ejemplo 6. La carga tiene mayor concentración de etilenglicol, de meta-fenilendiamina y de catalizador de titanato de isopropilo, y menor concentración de THEIC que en el Ejemplo 6. La porción de amida-imida en este ejemplo



5 contiene 1,35 moles de anhídrido trimelítico por mol de meta-fenilendiamina. La flexibilidad es reducida debido al alto contenido de titanato de isopropilo pero la resistencia a la abrasión es muy buena. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

Ejemplo 8

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>	<u>Equivalentes</u>	<u>Equivalentes por 100</u>
	PARTE A:				
10	EG	198,0	3,19	6,38	10,82
	THEIC	1382,	5,29	15,87	26,82
	TMA	915,	4,76	14,28	24,20
	IPT	13,4	0,0472	0,189	0,32
	PARTE B:				
15	MPD	511,	4,73	9,46	16,08
	TMA	1228,	6,38	12,76	21,65

20 El procedimiento del Ejemplo 6 se emplea con los ingredientes precedentes. Se reducen los contenidos de etilenglicol y de titanato de isopropilo, y aumenta el contenido de THEIC con relación al del Ejemplo 7. La proporción molar de TMA/MPD en la amida-imida es de 1,35. Resultan mejoradas resistencia al cortocircuito por contacto, mejor duración térmica y mejor choque frente al calor, con resistencia a la abrasión reducida. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

Poliéster en bloque DMT - THEIC

30 Los siguientes ejemplos son ilustraciones de la preparación de las amida-imida-ésteres poliméricos de este invento en que el poliéster en bloque es preparado a partir de DMT y THEIC, algunas veces con la adición de EG. Los enlaces amida-imida son proporcionados por TMA y por MDA o por MPD.



Ejemplo 9

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE A:

	EG	18,6	0,3	0,60	6,67
5	THEIC	196,0	0,75	2,25	25,00
	DMT	194,1	1,0	2,00	22,22
	IPT	10,5	0,037	0,148	1,64

PARTE B:

	MDA	198,1	1,0	2,0	22,22
10	TMA	192,1	1,0	2,0	22,22

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 25,0 gramos de meta, para-cresol y 13,0 g de xileno, son cargados en un matraz de cuatro bocas de 2 litros equipado con un agitador accionado por motor, tubo de borboteo de nitrógeno, termómetro y condensador de vapor de agua.

Los ingredientes son calentados a 160-202°C a una velocidad de 15°C por hora, en que se alcanza una etapa de formación de hilos y la solución es diluida con 250,0 g de meta,para-cresol. En este punto se añade el MDA de la parte B disuelto en 200,0 g de meta,para-cresol. El condensador de vapor de agua es reemplazado por un condensador de aire y la temperatura es aumentada a 160-180°C durante un período de tres horas, mientras el TMA, suspendido en 200 g de meta-para-cresol, es añadido lentamente durante el periodo de tres horas. Se continúa la agitación a 180°C hasta la temperatura de reacción final de 200°C durante un periodo de tres horas, después de lo cual se forma una solución de resina formadora de hilos, y se añaden 900 g de ácido cresílico y 525 g de Solvesso

3 MAY



100. La solución resultante tiene una viscosidad de 9,0 poises a 25°C y es aplicada como recubrimiento sobre un alambre A.W.G. núm. 18 entre 510 cm/minuto y 750 cm/minuto en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de 400°C. Las propiedades enumeradas en la Tabla II muestran satisfactoria flexibilidad, buena resistencia a la abrasión, buena temperatura de cortocircuito por contacto y buena duración térmica. La resistencia al choque frente al calor es excelente, pasando un mandrin IX a 225°C.

Ejemplo 10

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE A:

15	THEIC	407,0	1,56	4,68	39,0
	DMT	303,0	1,56	3,12	26,0
	IPT	3,0	0,0106	0,042	0,35

PARTE B:

	MPD	112,3	1,04	2,08	17,32
20	TMA	200,0	1,04	2,08	17,32

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 100 g de meta, para-cresol son cargados en un matr az de cuatro bocas de 2 litros equipado tal como se describe anteriormente. La reacci n se conduce a 160-195°C a una velocidad de 10°C por hora hasta que se alcanza una etapa de formaci n de hilos. Se a ade el MDA de la parte B juntamente con 600 g de meta, para-cresol. El TMA de la parte B es a adido lentamente durante el per odo de una hora. La reacci n se continua a 200°C hasta que se alcanza una etapa de formaci n de hilos. El producto es diluido con una



mezcla de ácido cresílico y Solvesso 100 (1:1, en volumen) y, después de enfriar, es ajustado con la mezcla a una viscosidad de 9,0 poises a 25°C. Se aplica un grueso recubrimiento a alambre A.W.G. número 18 en la torre anteriormente descrita. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

Ejemplo 11

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>	<u>Equivalentes</u>	<u>Equivalentes por 100</u>
10	PARTE A:				
	EG	48,5	0,78	1,56	13,12
	THEIC	305,0	1,17	3,51	24,6
	DMT	353,5	1,82	3,64	30,70
	IPT	3,0	0,0106	0,042	0,35
15	PARTE B:				
	MPD	84,5	0,78	1,56	13,12
	TMA	150,0	0,78	1,56	13,12

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 20,0 g de meta, para-cresol y 10,0 g de xileno, son cargados en un matraz de reacción de 2 litros equipado tal como se describe anteriormente. Cuando se alcanza una etapa de formación de hilos, se añaden los ingredientes de la parte B, juntamente con 500 g de ácido cresílico, añadiéndose de modo lento el TMA. El producto final (en una etapa de formación de hilos) es diluido con la mezcla 1:1 de ácido cresílico y Solvesso 100 hasta una viscosidad de 9 poises a 25°C, y es aplicado como recubrimiento, de acuerdo con los procedimientos anteriormente descritos, sobre alambre A.W.G. número 18. Las propiedades están resumidas en las Tablas II y III.



Tabla 12

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE A:

	EG	29,1	0,468	0,94	8,25
5	THEIC	237,0	0,911	2,73	23,90
	DMT	242,0	1,245	2,49	21,80
	IPT	3,0	0,0106	0,042	0,36

PARTE B:

	MPD	140,5	1,30	2,60	22,80
10	TMA	250,0	1,30	2,60	22,80

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 20,0 g de meta,para-cresol y 10 g de xileno, son cargados en un matraz de reacción de 3 litros de cuatro bocas equipado con agitador con motor, condensador de vapor de agua, termómetro y tubo de borboteo de nitrógeno. La carga es calentada a lo largo del margen de 160 a 215°C a una velocidad de 15°C por hora, y es mantenida a la temperatura máxima hasta que se alcanza una etapa de formación de hilos. En este punto, se añade el MPD de la parte B disuelto en 700 g de meta,para-cresol. El TMA es añadido lentamente durante un período de una hora. La carga es calentada a 205°C a una velocidad de 10°C por hora y es mantenida a 205°C hasta que se alcanza una etapa de formación de hilos. Se añaden 300 g de Solvesso 100 y 800 g de meta,para-cresol a la carga reaccionada, y la carga es enfriada. Se añade una mezcla 1:1 de ácido cresílico y Solvesso 100 para diluir la solución hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C. La solución resultante es aplicada como recubrimiento sobre alambre A. W. G. número 18 entre 510 cm/minuto y 750 cm/minuto en una torre vertical de 4,50 m a una tempe-



ratura de lugar caliente de 400°C. Las propiedades están enumeradas en la Tabla II y resulta evidente a partir de ellas que la duración térmica del aislamiento es muy buena a 225°C y a 200°C con o sin barniz de silicona.

5

Ejemplo 13

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE A:

	EG	19,4	0,312	0,624	5,50
	THEIC	203,0	0,778	2,334	20,60
10	DMT	202,0	1,040	2,080	18,32
	IPT	3,0	0,0106	0,042	0,37

PARTE B:

	MPD	168,2	1,56	3,12	27,50
	TMA	300,0	1,56	3,12	27,50

15

Los precedentes ingredientes fueron empleados de acuerdo con los procedimientos bosquejados en el Ejemplo 12 anterior para producir composiciones de esmaltado de alambre y conductores eléctricos aislados. La parte A fue hecha reaccionar a 215°C en la presencia de 20,0 g. de meta, para-cresol y 10,0 g de xileno. La parte B fue hecha reaccionar a 205°C con 600,0 g de meta,para-cresol añadido con el MPD. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

20

Resulta evidente que la resistencia al choque frente al calor ha sido mejorada marcadamente por el contenido aumentado de amida-imida. La duración térmica es muy buena a 225°C y a 200°C con y sin barniz de silicona. La flexibilidad y el margen de secado en estufa en este ejemplo comienzan a disminuir ligeramente debido al alto contenido de amida-imida. Contenidos de amida-imida apreciablemente

25

mayores que los empleados en este ejemplo se puede esperar

30

3 MAY



que rindan recubrimientos muy quebradizos.

5 Ensayos de xileno a ebullición: Muestras
de alambre de los Ejemplos 11, 12 y 13 fueron alargadas
15% , fueron enrolladas sobre un mandrin 1X, y fueron coloca
das en xileno a ebullición durante 0,5 horas. No muestra-
ron fisuración, mientras que una muestra de alambre del
Ejemplo 1 se fisuró gravemente cuando fue enrollada sin
alargar sobre un mandrin 1X y fue colocada en xileno a
ebullición durante 10 minutos. Este es un importante en-
10 sayo práctico para evaluar la resistencia de un esmalte
a la inmersión en barniz y al secado en estufa después de
enrollar en el equipo con máquinas de enrollamiento auto-
máticas.

15 Poliéster en bloque de ácidos mixtos y de
THEIC.

Los siguientes ejemplos son ilustraciones
de la preparación de amida-imida-ésteres poliméricos de
este invento en que el poliéster en bloque se prepara a
partir de una mezcla de componentes ácidos tales como
20 DMT y TMA con THEIC. Los enlaces amida-imida son propor-
cionados por el TMA y la diamina aromática. Resultará
evidente a partir de los Ejemplos siguientes que el poli-
éster mixto puede ser preparado a partir de una mezcla
de los componentes ácidos en una única reacción, o que
25 el poliéster mixto es un resultado de una reacción ini-
cial con un componente ácido y de una subsiguiente reac-
ción con otro componente ácido.

23.4.69



Ejemplo 14

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE A:

5	EG	66,5	1,072	2,14	16,20
	THEIC	248,0	0,949	2,85	21,55
	DMT	155,5	0,802	1,60	12,10
	TMA	102,7	0,535	1,61	12,20
	IPT	3,0	0,0106	0,042	0,32

10 PARTE B:

	MPD	114,6	1,06	2,12	16,02
	TMA	275,0	1,43	2,86	21,60

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 50,0 g de meta, para-cresol son cargados en un matraz de cuatro bocas de 3 litros equipado con un agitador accionado por motor, tubo de borboteo de nitrógeno, termómetro y condensador de vapor de agua. La carga es calentada hasta el margen de 160 a 215°C a una velocidad de 15°C por hora y es mantenida a la temperatura superior hasta que se alcanza una etapa de formación de hilos. En este punto, se añaden a la carga el MPD de la parte B, juntamente con 750 g. de meta, para-cresol. La temperatura es aumentada lentamente durante un período de tres horas hasta aproximadamente 200°C al mismo tiempo que se añade lentamente el TMA de la parte B. La reacción es hecha continuar hasta que se alcanza otra etapa de formación de hilos. El producto es diluido con 900 g de ácido cresílico y con 900 g de Solvesso 100 y es ajustado a una viscosidad de 9,0 poises a 25°C. Esta composición o solución de recubrimiento es aplicada como recubrimiento



sobre alambre A.W.G. número 18 entre 510 cm/minuto y 750 cm/minuto en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de 400°C. El excelente margen de propiedades proporcionado por esta composición está enumerado en la Tabla II de esta memoria.

5

Ejemplo 15

	Ingredientes	Gramos	Moles	Equivalentes	Equivalentes por 100
10	PARTE A:				
	EG	71,4	1,155	2,31	21,00
	THEIC	25,0	0,096	0,28	2,54
	DMT	168,0	0,866	1,73	15,71
	IPT	4,0	0,0141	0,056	0,51
15	PARTE B:				
	MPD	93,6	0,866	1,73	15,71
	TMA	187,2	0,974	1,95	17,70
	PARTE C:				
	THEIC	127,1	0,49	1,47	13,35
20	TMA	93,6	0,49	1,47	13,35

Los precedentes ingredientes de la parte A, juntamente con 20,0 g de meta,para-cresol y 10,0 g de xileno son cargados en un matraz de 4 bocas de 3 litros equipados con un agitador accionado por motor, un tubo de borboteo de nitrógeno, termómetro y condensador de vapor de agua. Los ingredientes son calentados hasta una temperatura de 160 a 240°C a una velocidad de aproximadamente 15°C por hora y son mantenidos a esta temperatura hasta que se alcanza una etapa de formación de hilos. Se añaden el MPD de la parte B juntamente con 425,0 g de meta,para-

30

23.4.69



cresol, y el TMA de la parte B es añadido lentamente cuando la temperatura es elevada lentamente de nuevo hasta aproximadamente 200°C. La reacción es hecha continuar a esta temperatura hasta que se alcanza otra etapa de formación de hilos. En este punto, se añaden los ingredientes de la parte C juntamente con 100,0 g. de meta,para-cresol y la temperatura es aumentada nuevamente hasta aproximadamente 200°C y se continúa la reacción hasta que se alcanza otra etapa de formación de hilos. La masa reaccionada es diluída finalmente con 600 g de ácido cresílico y 400 g de Solvesso 100, siendo ajustada la viscosidad con una mezcla 1:1 de ácido cresílico y Solvesso 100 para proporcionar un valor de viscosidad de 9 pases a 25°C. La composición es aplicada como recubrimiento sobre alambre A.W.G. número 18 entre 510 cm/minuto y 750 cm/minuto en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de 400°C. Las propiedades están resumidas en la Tabla II y es evidente que la composición ha proporcionado un aislamiento con un excelente margen de recubrimiento, excelente flexibilidad, y excelente resistencia al choque frente al calor, juntamente con satisfactoria resistencia al cortocircuito por contacto y satisfactoria duración térmica.

Ejemplo 16

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>	<u>Equivalentes</u>	<u>Equivalentes por 100</u>
25	<u>PARTE A:</u>				
	EG	24,2	0,39	0,78	7,10
	THEIC	152,0	0,606	1,82	16,51
	DMT	168,1	0,866	1,73	15,72
30	IPT	3,0	0,0106	0,04	0,37



Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE B:

MPD	93,6	0,866	1,73	15,72
5 TMA	187,0	0,974	1,95	17,72

PARTE C:

THEIC	127,0	0,487	1,47	13,38
TMA	93,6	0,487	1,47	13,38

Los ingredientes de la parte A, juntamente con 20,0 g de meta, para-cresol y 10,0 g de xileno, son cargados en un matraz de reacción equipado con un agitador accionado por motor, tubo de borboteo de nitrógeno, termómetro y condensador de vapor de agua. La carga es calentada a lo largo del margen de 160 a 200°C a una velocidad de 15^oC por hora y es mantenida a 200°C hasta que se alcanza una etapa de formación de hilos. El MPD de la parte B juntamente con 775 g de meta, para-cresol son añadidos, y un condensador de aire sustituye al condensador de vapor de agua. Después de calentar a 178°C, el TMA de la parte B es añadido lentamente durante un periodo de cuatro horas y la temperatura es aumentada hasta 200°C hasta una segunda etapa de formación de hilos. Se añaden el TMA y el THEIC, juntamente con 100,0 g de meta, para-cresol, y la reacción es continuada a 195°C hasta que se alcanza otra etapa de formación de hilos. El producto resinoso es diluido hasta 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 de ácido cresílico y Solvesso 100, en volumen, y es aplicada como recubrimiento sobre alambre A.W.G. número 18 entre 510 cm/minuto y 750 cm/minuto en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de 400°C. Las propiedades enume-



5 radas en la Tabla II muestran un satisfactorio margen de secado en estufa con buena flexibilidad, excelente resistencia a la abrasión, excelente resistencia al cortocircuito por contacto, excelente choque frente al calor y excelente estabilidad térmica.

Mezclas en frío de soluciones poliméricas.

10 Los siguientes ejemplos ilustran mezclas en frío de soluciones descritas anteriormente. Las mezclas contienen desde aproximadamente 20 a 60% en peso, sobre una base de sólidos, de una resina de poliéster derivada de DMT, THEIC y EG catalizada por IPT. El poliéster del Ejemplo 1 es un ejemplo de una resina de poliéster que se puede emplear en las composiciones mezcladas en frío de este
15 invento. Una pequeña proporción (10 a 20% sobre una base ponderal de sólidos) de un poliisocianato, particularmente el trímero bloqueado terminalmente de diisocianato de toli- leno y/o una pequeña proporción (1 a 6% sobre una base ponderal de sólidos) de IPT, pueden ser añadidas a las
20 mezclas en frío. Resultará evidente que las propiedades de composiciones producidas de acuerdo con este aspecto del invento exhiben las mejores propiedades de duración térmica y una combinación de propiedades que no se puede alcanzar con composiciones obtenidas en una única reacción. Los má-
25 rgenes de choque frente al calor, cortocircuito, flexibilidad y secado en estufa son propiedades particularmente sobresalientes.

30 Ejemplo 17.- El poliéster del Ejemplo 1 y el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 5 son mezclados entre sí en cantidades que dan una proporción ponderal



30:70 de sólidos de Ejemplo 1: Ejemplo 5, y es diluído hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C, hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes presentes en el amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado sobre la mezcla total) está resumida en la Tabla IV.

Ejemplo 18.- El poliéster del Ejemplo 1 y el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 3 son mezclados entre sí en cantidades que dan una proporción ponderal de 30:70 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 3, y es diluído hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de 400°C, hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes presentes en el amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado sobre la mezcla total) está resumida en la Tabla IV.

Ejemplo 19.- El poliéster del Ejemplo 1 y el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 4 son mezclados entre sí en cantidades que dan una proporción ponderal



30:70 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 4, y es diluido hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. núm. 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes presentes en el amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado en la mezcla total) está resumida en la Tabla IV.

Ejemplo 20.- El poliéster del Ejemplo 1, el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 15 y una porción IPT, son mezclados entre si en cantidades que dan una proporción ponderal 30:64:6 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 15:IPT, y es diluido hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes presentes en la mezcla total está resumida en la Tabla IV.

Ejemplo 21.- El poliéster del Ejemplo 1 y el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 8 son mezclados entre si en cantidades que dan una proporción ponderal 50:50 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 8, y es diluido hasta



una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes en el amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado en la mezcla total) está resumida en la Tabla IV.

Ejemplo 22: El poliéster del Ejemplo 1 y el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 8 son mezclados entre si en cantidades que dan una proporción ponderal 30:70 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 8, y es diluido hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes en el amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado sobre la mezcla total) está resumida en la Tabla IV.

Ejemplo 23.- El poliéster del Ejemplo 1, el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 8 y el trímero de diisocianato de tolueno bloqueado por fenol, son mezclados entre si en cantidades que dan una proporción ponderal 40:55:5 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 8:trímero, y es diluido hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con



una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes en el amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado en el peso total) está resumida en la Tabla IV.

Ejemplo 24: El poliéster del Ejemplo 1 y el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 8 y el trímetero anteriormente descrito son mezclados entre si en cantidades que dan una proporción ponderal 40:50:10 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 8: trímetero, y es diluido hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre elambre de cobre A.W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes en el amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado sobre la mezcla total) está resumida en la Tabla IV.

Ejemplo 25.- El poliéster del Ejemplo 1, el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 3 y el trímetero bloqueado anteriormente descrito, son mezclados entre si en cantidades que dan una proporción ponderal 40:50:10 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 3:trímetero, y es diluido hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en



5 volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes en el amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado sobre la mezcla total) está resumida en la Tabla IV.

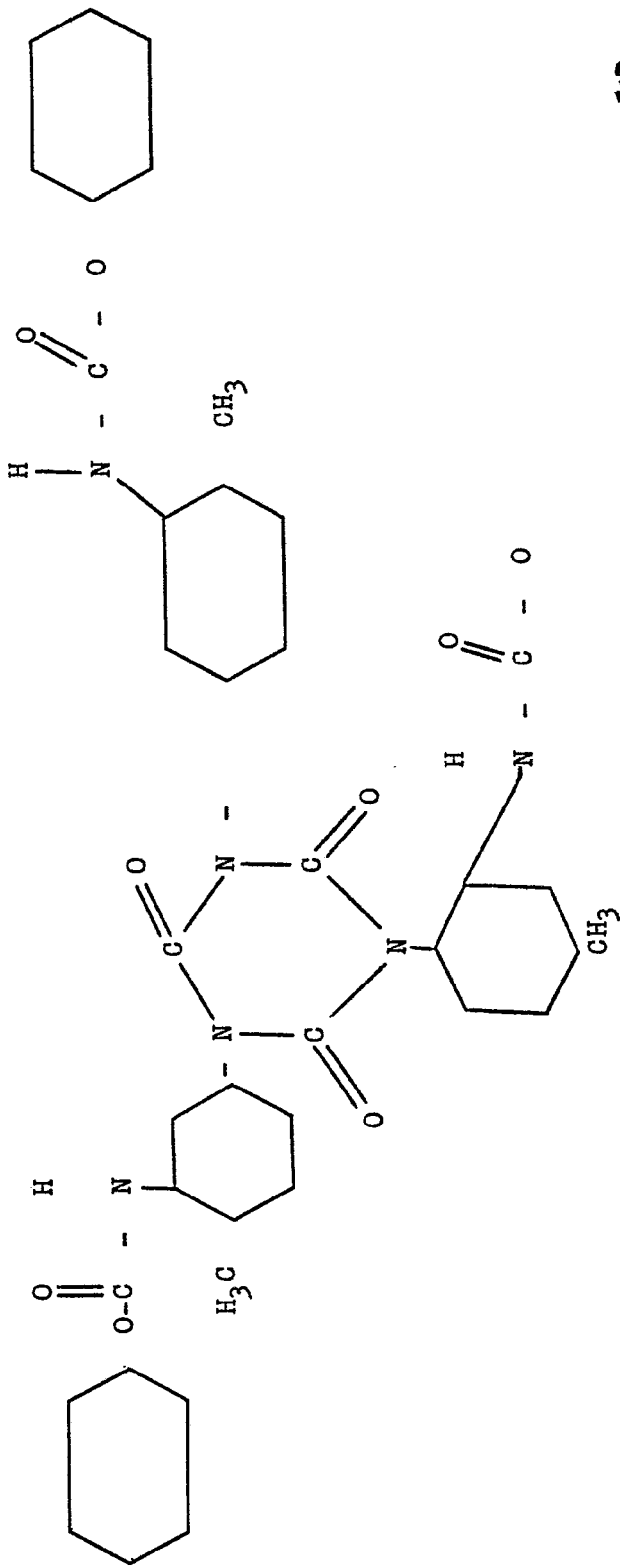
10 Ejemplo 26.- El poliéster del Ejemplo 1, el amida-imida-éster polimérico del Ejemplo 8 y el trímico bloqueado descrito anteriormente son mezclados entre si en cantidades que dan una proporción ponderal 20:70:10 de sólidos de Ejemplo 1:Ejemplo 8:trímico, y es diluido hasta una viscosidad de 9,0 poises a 25°C con una mezcla 1:1 en
15 volumen de ácido cresílico y Solvesso 100. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A:W.G. número 18 en una torre vertical de 4,50 m a una temperatura de lugar caliente de aproximadamente 400°C hasta un espesor aplicado de 0,07 a 0,08 mm. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. La suma de los porcentajes equivalentes de cada uno de los ingredientes en la amida-imida-éster polimérico y en el poliéster (basado sobre la mezcla total) está resumida en la Tabla IV.

25 Resultará evidente a partir de una comparación de los resúmenes de propiedades de la Tabla II que la resistencia al choque frente al calor del Ejemplo 5 es reducida ligeramente cuando el poliéster del Ejemplo 1 es mezclado con la composición para formar la composición mezclada del Ejemplo 17. Sin embargo, se obtiene un aumento



máximamente sorprendente e inesperado de la duración térmica a 225°C con la composición del Ejemplo 17, comparada con la obtenida con las composiciones del Ejemplo 1 o del Ejemplo 5. La mejorada duración térmica es observada nuevamente en la mezcla del Ejemplo 18 en la que se obtienen excelentes flexibilidad, resistencia a la abrasión, resistencia al choque frente al calor, al cortocircuito y duración termica. El ejemplo 19, que contiene 70% de la resina con proporción muy alta de amida-imida del Ejemplo 4 muestra un excelente margen de secado en estufa, con excelentes propiedades excepto la resistencia al cortocircuito que es ligeramente menor, y los recubrimientos no muestran la marcada mejora de duración térmica que es evidente en las composiciones de los Ejemplos 17 y 18. El alto contenido de IPT del Ejemplo 20 contribuye con un deseable "alisamiento" del recubrimiento y con una adherencia muy alta del recubrimiento al alambre de cobre. La composición del Ejemplo 21 es excelente en cada una de las propiedades excepto en el choque frente al calor, siendo todavía adecuado el último para la mayor parte de las aplicaciones. En el Ejemplo 22, el margen de secado en estufa y la flexibilidad no son tan buenos como en el Ejemplo 21, pero mejora el choque frente al calor y es sobresaliente la duración térmica, tanto con como sin barniz de silicona.

Los Ejemplos 23 a 26 ilustran el efecto de la adición de pequeñas proporciones de un isocianato bloqueado trifuncional que tiene la fórmula





a las mezclas de los amida-imida-ésteres poliméricos y de poliésteres. El Ejemplo 23, que contiene 5% del isocianato bloqueado trifuncional, tiene un buen margen de secado en estufa, y por lo demás exhibe muy buenas propiedades.

5 El contenido aumentado de isocianato bloqueado del Ejemplo 24, da como resultado una flexibilidad ligeramente reducida, comparada con el Ejemplo 23.- El Ejemplo 26 que contiene solo 20% de un poliéster en la mezcla, tiene un margen de secado en estufa más bajo y peor duración térmica

10 a 225°C, pero tiene mejores propiedades de choque frente al calor. El ejemplo 25, a causa del mayor contenido de amida-imida en la porción de amida-imida-éster polimérico, tiene un mejor choque frente al calor pero una menor duración térmica, comparado con el Ejemplo 24.

15 Los porcentajes equivalentes de los ingredientes empleados en los ejemplos 17 a 26 están resumidos en la siguiente tabla.

Tabla III. - Porcentajes equivalentes de ingredientes

<u>Ejemplo</u>	<u>EG</u>	<u>THEIC</u>	<u>MPD</u>	<u>MDA</u>	<u>TMA</u>	<u>DMT</u>	<u>IPT</u>	<u>OTROS</u>
17	11,19	32,84	-	10,81	30,60	13,28	1,19	-
18	4,0	31,59	-	16,65	33,23	13,38	1,12	-
19	5,87	31,98	-	15,08	25,94	19,60	1,56	-
20	17,45	22,95	10,70	-	21,04	21,54	5,55	-
21	11,40	35,52	8,37	-	23,92	19,20	1,59	-
22	11,13	32,03	11,52	-	32,95	11,31	1,06	-
23	11,26	34,01	9,59	-	27,35	16,00	1,37	0,98
24	1,06	33,92	9,02	-	25,85	16,60	1,40	2,05
25	5,66	33,76	-	12,60	25,12	18,90	1,50	2,39
26	10,79	30,05	12,45	-	35,58	8,12	0,85	2,06





Estabilidad hidrolítica.-

Muestras de alambre de los ejemplos 1, 3, 5, 18, 22 y 23 fueron enrolladas todas ellas sobre mandrines que variaban en cuanto al tamaño desde 1 a 4 veces el diámetro del alambre A.W.G. nº 18, y fueron encerradas herméticamente en tubos de vidrio separados con varias gotas de agua. Los tubos fueron colocados en un horno a 150°C y fueron observados periódicamente. Las muestras del Ejemplo 1 se fisuraron gravemente después de 20 horas en todos los tamaños de mandrín. Todas las otras muestras estaban todavía libres de fisuras sobre todos los mandrines después de una semana a 150°C. Este ensayo ilustra la superior resistencia a la humedad de las composiciones de este invento.

23.4.69

Mezclas que contienen un poliéster y un nuevo éster-uretano-isocianato.

Ejemplo 27

Ingredientes	Gramos	Moles	Equivalentes	Equivalentes por 100	Porcentaje equivalente global de mezcla
Amida-imida-éster polimérico					
PARTE A:					
EG	155,4	2,51	5,02	15,91	6,88
TMA	205,5	1,07	3,21	10,20	4,40
IPF	21,0	0,074	0,30	0,95	0,41
PARTE B:					
MPD	568,8	5,26	10,52	33,40	14,42
TMA	1198,5	6,23	12,46	39,50	17,05





5 Los ingredientes de la parte A, juntamente con 45,0 g de meta, para-cresol son cargados en un matraz de reacción de cuatro bocas de 5 litros equipado con un agitador accionado por motor, un condensador de aire, un termómetro y un tubo de borboteo de nitrógeno. La carga es calentada rápidamente a 160°C y después a 195°C a una velocidad de 15°C por hora para formar una resina formadora de hilos. En este punto, se añade el MPD de la parte B juntamente con 2500 g de meta, para-cresol. La temperatura es aumentada hasta 170°C y el TMA de la parte B es añadido lentamente durante un periodo de dos horas al mismo tiempo que se mantiene la temperatura entre 170 y 190°C. Después, se aumenta la temperatura hasta aproximadamente 205°C durante alrededor de 4 horas hasta que se forma una solución de resina formadora de hilos. El producto es diluido con 2580 g de ácido cresílico y 778 g de Solvesso 100.

15

Poliéster:

20	EG	235,0	3,79	7,58	25,50	10,38
	THEIC	825,0	3,16	9,48	31,80	12,98
	DMT	1225,0	6,32	12,64	42,50	17,31
	IPT	4,7	0,0166	,046	0,15	0,21

25 Los ingredientes precedentes, juntamente con 78,9 g de meta, para-cresol y 39,5 g de xileno, son hechos reaccionar entre si de acuerdo con el procedimiento bosquejado en el Ejemplo 2 anterior, para formar un poliéster. El producto es diluido con 2440 g de ácido cresílico y 1705 g de Solvesso 100.



Ester-uretano-isocianato:

	THEIC	364,0	1,395	4,18	37,40	5,73
	DMT	135,5	0,698	1,40	12,50	1,92
	IPT	2,1	0,0074	0,03	0,20	0,04
5	TDI	486,0	2,79	5,58	49,90	7,64

El THEIC, el DMT y el IPT son cargados en un matraz de reacción de 3 litros equipado con agitador, tubo de borbotado de nitrógeno y condensador de vapor de agua. La carga es calentada rápidamente a 160°C y después a 220°C a una velocidad de 15°C por hora. A 220°C, la solución es diluida con 576 g de ácido cresílico, y es enfriada a 60°C. Una solución del TDI (Nacconate 80) disuelto en 603 g de ácido cresílico, es añadida al matraz de reacción y la temperatura es aumentada con rapidez a 125°C. Después de una hora a 125°C, se añaden 418 g de ácido cresílico y 418 g de Solvesso 100 al matraz de reacción.

Adición:

20	IPT	47,2	0,166	0,66	100,0	0,90
----	-----	------	-------	------	-------	------

Las tres soluciones de productos resinosos y el titanato de isopropilo adicional disuelto en 94 g de ácido cresílico, son mezcladas entre sí. La solución resultante contiene 29,5% de sólidos y tiene una viscosidad de 9,5 poises a 25°C. Cuando es aplicada como recubrimiento sobre un alambre conductor A.W.G. número 18, la composición exhibe un excelente margen de secado en estufa con excelente flexibilidad, excelente resistencia a la abrasión y excelente resistencia al choque frente al calor, juntamente con buena temperatura de cortocircuito



ORQ

por contacto y buena duración térmica. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

Muestras de alambre del Ejemplo 27 fueron alargadas 15%, fueron enrolladas sobre un mandrin que tenía un diámetro igual al diámetro del alambre, y fueron colocadas en xileno a ebullición durante 0,5 horas. No tuvo lugar fisuración. Una bobina del alambre del Ejemplo 27 fue arrollada para formar estatores fraccionarios de motor de un caballo de vapor utilizando equipos de enrollamiento automáticos. Los alambres fueron retirados cuidadosamente desde estos estatores y fueron ensayados a 110 voltios en cuanto a defectos en un baño de agua salina. Se encontraron un número muy pequeño de grietas, 8 grietas por cada 30,48 metros de alambre. Ensayos similares sobre un esmalte para alambres eléctricos Formvar comercial mostraron 20 grietas por cada 30,48 metros de alambre.

Una muestra del alambre del Ejemplo 27 retirada de los estatores fue colocada en xileno hirviendo durante 0,5 horas y no mostró grietas. Un alambre recubierto con poliéster reticulado comercial, que tenía un recubrimiento superior de poliéster termoplástico, fue enrollado y retirado similarmente a partir de estatores y fue ensayado en xileno hirviendo durante 0,5 horas. El material comercial mostró frecuentes lugares de fisuración y de exfoliación.

Mezclas que contienen poliésteres flexibilizados.

Ejemplo 28.- La composición para este ejemplo era una mezcla idéntica a la descrita en el Ejemplo 27 excepto que 20% del DMT del poliéster fue reemplazado por una cantidad equimolar de ácido sebácico. Las propiedades están resumidas



en la Tabla II. Se deberá observar que la flexibilidad y la resistencia al choque frente al calor son particularmente buenas.

5 Ejemplo 29.- La composición para este ejemplo era una mezcla idéntica a la descrita en el Ejemplo 27, excepto que el 1,5-pentanodiol sustituyó al etilenglicol del poliéster. La excelente flexibilidad proporcionada por esta composición está acompañada por una más baja temperatura de cortocircuito por contacto y menor duración térmica. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

10 Ejemplo 30: La composición para este ejemplo era una mezcla idéntica a la descrita en el Ejemplo 27, excepto que el neopentilglicol sustituyó al etilenglicol del poliéster. La excelente flexibilidad obtenida con esta composición está acompañada por una resistencia al cortocircuito por contacto ligeramente menor y una buena duración térmica. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

15 Ejemplo 31: La composición para este ejemplo era una mezcla idéntica a la descrita en el Ejemplo 27 excepto que el 1,4-ciclohexano dimetanol sustituyó al etilenglicol del poliéster. Resulta evidente alguna pérdida de flexibilidad y de resistencia al cortocircuito. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

20 Ejemplo 32: La composición para este ejemplo era una mezcla idéntica a la descrita en el Ejemplo 27 excepto que el hexametilenglicol sustituyó al etilenglicol del poliéster. La sustitución tenía poco efecto sobre las propiedades excepto una resistencia a la abrasión algo reducida. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

25 Ejemplo 33: La composición para este ejemplo

3 M



5

era una mezcla idéntica a la descrita en el Ejemplo 27, excepto que el 1,4-butanodiol sustituyó al etilenglicol del poliéster. La resistencia a la abrasión y la temperatura de cortocircuito por contacto fueron reducidas sin mejora de flexibilidad. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

10

Ejemplo 34: La composición para este ejemplo era una mezcla idéntica a la descrita en el Ejemplo 27, excepto que 20% del DMT del poliéster fue reemplazado por una cantidad equimolar de ácido adípico. La resistencia a la abrasión y la resistencia al cortocircuito fueron reducidas y no se observó mejora de flexibilidad. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

15

Ejemplo 35: La composición para este ejemplo era una mezcla idéntica a la descrita en el Ejemplo 27, excepto que 20% del DMT del poliéster fue reemplazado por una cantidad equimolar de ácido azelaico. La resistencia a la abrasión y la resistencia al cortocircuito fueron reducidas y no se observó mejora de flexibilidad. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

20

Mezclas que contienen resina fenólica.

Los siguientes ejemplos ilustran los beneficios que se derivan de incluir una resina fenólica en calidad de un componente en las mezclas de composición de este invento.

25

Ejemplo 36: Resina fenólica:

<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>
Acido cresílico	844,0	7,8
Formaldehido al 37%	560,0	6,21
Trietanolamina	10,0	

30

23.4.69



Una resina fenólica apropiada es preparada calentando a reflujo una carga de los ingredientes precedentes a 98°C con agitación, durante 90 minutos. La temperatura es reducida a 50°C. Se aplica vacío (30 a 50 mm de Hg) durante aproximadamente 3 horas. La temperatura es aumentada hasta 100°C durante este período, hasta que una muestra de la resina diluida con un peso igual de ácido cresílico tiene una viscosidad Gardner de S. a U. En este punto, se hace cesar la aplicación de calor y se añaden 800 g de ácido cresílico.

200 g de la solución de resina fenólica (100 g de sólidos) y 6340 g de la mezcla total del Ejemplo 27 (1900 g de sólidos) fueron mezclados entre si, y fueron aplicados a alambre A.W.G. número 18. Las propiedades están resumidas en la Tabla II. Se deben observar la muy buena resistencia al cortocircuito y la muy buena adherencia.

Ejemplo 37

20 Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

Amida-imida-éster polimérico:

PARTE A:

EG	129,2	2,08	4,16	13,37
TMA	171,0	0,888	2,66	8,52
25 IPT	17,3	0,061	0,24	0,77

PARTE B:

MPD	474,0	4,38	8,76	28,10
TMA (1)	821,0	4,27	8,54	27,40
TMA (2)	179,0	0,931	1,86	5,96

23.4.69



Ejemplo 37 (cont.)

Ingredientes Gramos Moles Equivalentes Equivalentes por 100

PARTE C:

	TMA	117,0	0,608	1,22	3,92
5	THEIC	318,0	1,22	3,66	11,75

Los ingredientes de la parte A juntamente con 36,6 g de ácido cresílico, son cargados en un matraz de reacción de cuatro bocas de 5 litros equipado con un agitador accionado por motor, condensador de aire, termómetro y un tubo de borboteo de nitrógeno. La carga es calentada dentro del margen de 160 a 195°C a una velocidad de 10°Cpor hora hasta que se alcanza una temperatura de reblandecimiento de bola y anillo de 60°C. En este punto, se añaden a la carga el MPD y el TMA (1) de la parte B

15 juntamente con 2080 g de ácido cresílico. La reacción es hecha continuar a 170-195°C hasta que se obtiene una solución transparente. En este punto, se añade el TMA (2) y la reacción es hecha continuar a 190-205°C hasta una temperatura de reblandecimiento de bola y anillo de 60°C.

20 En este punto, se añade el TMA de la parte C juntamente con 666,0 g. de ácido cresílico y la reacción es hecha continuar durante 0,5 horas a 190°C. El THEIC de la parte C es añadido y la reacción es hecha continuar a 190-205°C hasta una temperatura de reblandecimiento de bola y anillo de 65°C. El producto es diluido con 2070,0 g de ácido cresílico y 1155,0 g de Solvesso 100. La solución de producto tiene un peso de aproximadamente 7850,0 g, y el contenido de sólidos (determinado calentando una muestra de

25 1,0 g de la solución durante 0,5 horas a 200°C) es de

30 28,1%.



5 Poliéster.- Este componente es idéntico al poliéster del ejemplo 2 con la misma cantidad de carga. Los mismos ingredientes en las mismas proporciones que en el Ejemplo 2 son hechos reaccionar hasta una temperatura de reblandecimiento de bola y anillo de 105°C, y el producto rinde 3560 g de solución con 31,0% de sólidos, cuando la adición de disolvente final da un total de 1390 g de ácido cresílico y 972 g de Solvesso 100.

10 Ester-uretano-isocianato. Este componente es idéntico al éster-uretano-isocianato del Ejemplo 27. La solución contiene 35,6% de sólidos y pesa 2965,0 gramos.

Resina fenólica.

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>
15	Meta,para-cresol	2870	26,6
	Formaldehido al 40%	1520	20,3
	Trietanolamina	50	0,336
	Acido salicílico	50	0,362

20 El meta,para-cresol, el formaldehido y la trietanolamina son calentados a reflujo a 99°C durante 80 minutos, y se añade a la carga el ácido salicílico. El condensador de reflujo es retirado y se reduce la presión hasta 50 mm de mercurio y se continúa la reacción a 40-60°C hasta que la resina tiene una viscosidad de 20 a 60 poises a 25°C. La resina es diluída con 3390,0 g de ácido cresílico. El rendimiento es de 6700,0 g. de solución con 35,5% de sólidos.

30 Las precedentes soluciones, juntamente con 2,5 g de IPT y 5,0 g de ácido cresílico, fueron mezcladas entre si en la proporciones abajo indicadas para propor-

23.4.69



cionar una solución mezclada que tiene una viscosidad de 8,0 poises y un contenido de sólidos de 31,0%.

Composición mezclada:

5	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos de solución</u>
	Amida-imida-éster polimérico	142,2
	Poliéster	106,0
	Ester-uretano-isocianato	56,2
	Resina fenólica	13,0
10	IPT	2,5

Quando se aplica como recubrimiento hasta un grueso espesor aplicado sobre alambre A.W.G. número 18, la precedente composición mezclada tenía excelentes propiedades que están resumidas en la Tabla II. Los alambres recubiertos de este ejemplo tenían también una resistencia al rascado Emerson particularmente sobresaliente.

15

Mezclas que contienen amida-éster polimérico.

Ejemplo 38

20	Amida-éster polimérico		
	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>
	EG	134,3	2,16
	THEIC	470,0	1,8
	MPD	51,9	0,48
25	DMT	776,0	4,0
	IPT	3,0	0,0106

Los precedentes ingredientes son cargados en un matraz de 3 litros de cuatro bocas equipado con agitador con motor, tubo de borboteo de nitrógeno, condensador de vapor de agua y termómetro. La temperatura es aumentada

30



rápidamente hasta 160°C, después hasta 230°C a una velocidad de 15°C por hora hasta una temperatura final de reblandecimiento de anillo y bola de 109°C. El producto es diluido con 1500 g de ácido cresílico y con 1250 g de Sol-
 5 vesso 100. La solución contiene 29,8% de sólidos.

El precedente amida-éster polimérico es empleado como un componente en una composición que es idéntica a la descrita en el Ejemplo 37 excepto que 109,0 g de la solución de amida-éster polimérico reemplazan los 106,0
 10 g de solución de poliéster. Se obtienen excelentes resultados sobre alambre A.W.G. número 18 tal como es evidente a partir del resumen de propiedades en la Tabla II.

Ejemplo 39

Amida-éster polimérico

15	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>
	EG	134,3	2,16
	THEIC	470,0	1,8
	EDA	28,8	0,48
	DMT	776,0	4,0
20	IPT	3,0	0,0106

Los ingredientes precedentes son hechos reaccionar hasta una temperatura de reblandecimiento de bola y anillo de 106°C en un método idéntico al descrito en el
 Ejemplo 38. El producto contenía 29,0% de sólidos.

El amida-éster polimérico de este ejemplo es empleado como un componente en una composición mezclada idéntica a la descrita en el Ejemplo 37, excepto que 113
 25 g de este amida-éster polimérico reemplazan a los 106,0 g de poliéster. Los excelentes resultados obtenidos con un grueso espesor aplicado sobre alambre A.W.G. número
 30



18 resultan evidentes a partir de las propiedades resumidas en la Tabla II.

Mezclas que contienen varios amida-imida-ésteres poliméricos.

5

Ejemplo 40:

Amida-imida-éster polimérico (A):

Este componente es idéntico al amida-imida-éster polimérico descrito en el Ejemplo 37.

10

Amida-imida-éster polimérico (B):

<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>
Solución de amida-imida-éster polimérico (A)	483,0	
EG	134,3	2,16
15 THEIC	470,0	1,8
DMT	683,0	3,52
IPT	3,0	0,0106

20

Los ingredientes precedentes son cargados en un matraz de reacción de cuatro bocas de 5 litros equipado con un agitador accionado por motor, condensador de vapor de agua vertical, termómetro y tubo de borboteo de nitrógeno. La carga es calentada rápidamente a 160°C, y después a 205°C a una velocidad de 15°C por hora. A 205°C se alcanza una temperatura de reblandecimiento de bola y anillo de 84°C, y se añade 1300,0 g de ácido cresílico de calidad para resina y 990,0 g de Solvesso 100. La solución de producto pesa 3714,0 gramos y contiene 32,0% de sólidos.

25

Ester-uretano-isocianato:

Este componente es idéntico al éster-uretano-isocianato descrito en el Ejemplo 37.

30



Resina fenólica:

Este componente era idéntico a la resina fenólica descrita en el Ejemplo 37.

5 Los componentes precedentes son mezclados entre si para formar una composición para esmaltado de acuerdo con la siguiente fórmula.

Composición mezclada:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>
	Amida-imida-éster polimérico (A)	713,0
10	Amida-imida-éster polimérico (B)	703,0
	Ester-uretano-isocianato	335,0
	Resina fenólica	76,5
	IPT (en 30 g de ácido cresílico)	15,0

15 El amida-imida-éster polimérico (B) es más compatible con los otros componentes de la mezcla que el poliéster del ejemplo 37. La composición mezclada de este ejemplo exhibe un margen de secado en estufa más amplio (desde 510 a 1200 cm/minuto en comparación con 510 a 960 cm/minuto para el Ejemplo 37), y tiene excelentes propiedades cuando es aplicado como recubrimiento sobre
20 alambre conductor A.W.G. número 18 hasta un grueso espesor aplicado. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

Ejemplo 41

25 Amida-imida-éster polimérico (A):

Este componente es idéntico al amida-imida-éster-polimérico descrito en el Ejemplo 37.

Amida-imida-éster polimérico (B):



<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>
Amida-imida-éster poli- mérico (A)	966,0	-
EG	134,3	2,16
5 THEIC	470,0	1,8
DMT	683,0	3,52
IPT	3,0	0,0106

Los precedentes ingredientes son cargados en un recipiente equipado tal como se describe en el Ejemplo 40 y son calentados rápidamente a 160°C, y después de estos a 195°C a una velocidad de 15°C por hora. A 195°C, se obtiene una temperatura de reblandecimiento de bola y anillo de 75°C, y la solución de producto es diluida con 1300 g de ácido cresílico de calidad para resina y 990 g de Solvesso 100. La solución pesa 4200 g y contiene 30,8% de sólidos.

Ester-uretano-isocianato.

Este componente es idéntico al éster-uretano-isocianato descrito en el Ejemplo 37.

Resina fenólica:

Este componente es idéntico a la resina fenólica descrita en el Ejemplo 37.

Composición mezclada:

<u>Componente</u>	<u>Gramos</u>
25 Amida-imida-éster polimérico (A)	654
Amida-imida-éster polimérico (B)	820,0
Ester-uretano-isocianato	335
Resina fenólica	76,5
IPT (En 30 g de ácido cresílico)	15,0

La composición mezclada de este ejemplo da



5 buenas propiedades dentro de un amplio margen de secado en estufa, cuando es aplicada como recubrimiento hasta un grueso espesor aplicado sobre alambre A.W.G. núm. 18, pero el margen de secado en estufa es algo más estrecho que el que se obtiene con la composición mezclada del Ejemplo 40. Las propiedades están resumidas en la Tabla II.

Ejemplo 42

Amida-imida-éster polimérico (A)

10 Este componente es idéntico al amida-imida-éster polimérico descrito en el Ejemplo 37.

Amida-imida-éster polimérico (B)

<u>Ingredientes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles</u>
EG	134,3	2,16
THEIC	470,0	1,8
15 MPD	51,9	0,48
TMA	92,3	0,48
DMT	683,0	3,52
IPT	3,0	0,0106

20 Los precedentes ingredientes (añadiéndose el IPT juntamente con 50,0 g de ácido cresílico de calidad para resina y 25,0 g de xileno) son cargados en un matraz equipado tal como se describe en los ejemplos precedentes. La carga es calentada rápidamente a 160°C y después a 225°C a una velocidad de 15°C por hora. Se alcanza una etapa de formación de hilos a la temperatura superior

25 y se añaden 1500 g de ácido cresílico de calidad para resina y 1080 g de Solvesso 100. Se obtiene una solución que contiene 31,3% de sólidos.

30 Ester-uretano-isocianato. Este componente es idéntico al éster-uretano-isocianato descrito en el



Ejemplo 37.

Resina fenólica.

Este componente es idéntico a la resina fenólica descrita en el Ejemplo 37.

5 Los precedentes componentes son mezclados entre si en las proporciones abajo indicadas. La composición mezclada es aplicada como recubrimiento sobre alambre de cobre A.W.G. número 18 hasta un grueso espesor aplicado. Las excelentes propiedades obtenidas están resumidas en la Tabla II.

10

Composición mezclada:

	<u>Componente:</u>	<u>Gramos</u>
	Amida-imida-éster polimérico (A)	687,0
	Amida-imida-éster polimérico (B)	713,0
15	Ester-uretano-isocianato	335,0
	Resina fenólica	76,5
	IPT (en 30 g de ácido cresílico)	15,0

Combinaciones de recubrimiento superior de poliimida aromática y de poliamida-imida aromática

20

Ejemplo 43

Un alambre de cobre A.W.G. número 18 fue recubierto con un espesor de 0,065 mm de la composición descrita en el Ejemplo 26 y fue recubierto superiormente con 0,01 mm de una solución de precursor de poliimida aromática, que es el producto de reacción de dianhídrido piro-melítico y 4,4'-diaminofeniléter (disponible comercialmente a partir de DuPont bajo el nombre de propietario ML). La marcada mejora en la duración térmica provocada por el recubrimiento superior de poliimida aromática está

25

30

resumida en la Tabla II.

Ejemplo 44

5 Este ejemplo es idéntico al Ejemplo 43, ex-
cepto que el recubrimiento inferior de 0,065 mm se deri-
vaba de la composición descrita en el Ejemplo 11. Nueva-
mente, el efecto del recubrimiento superior de poliimida
aromático sobre la duración térmica está indicado en la Ta-
bla II. Se obtiene una duración termica a 225°C incluso
10 mejor en este ejemplo, comparada con la obtenida en el
Ejemplo 43.

Ejemplo 45:

15 La composición mezclada del Ejemplo 37 fue
empleada para aplicar un recubrimiento de cuatro capas so-
bre alambre de cobre A.W.G. núm. 18. Un recubrimiento
superior de dos capas era de una resina de poliamida-
imida aromática, que era el producto de reacción de clo-
ruro de anhídrido trimelítico y de metilendianilina (dis-
ponible comercialmente a partir de American Oil Company
20 bajo el nombre de propietario AI-537). Las propiedades
están resumidas en la Tabla II. Resulta evidente que la
resistencia a la abrasión repetida, la resistencia al cho-
que frente al calor, el margen de secado en estufa, la
flexibilidad, la resistencia al cortocircuito y la du-
25 ración térmica, son excelentes.

Resistencia a los hidrocarburos fluorados
halogenados.

30 Algunas aplicaciones de conductores eléctri-
cos aislados requieren propiedades especiales además de
las anteriormente descritas. Un motor-compresor cerrado
herméticamente es una de tales aplicaciones, a causa de

3 MA



5 que los recubrimientos aislantes de los enrollamientos es-
tán expuestos a los hidrocarburos halogenados que se uti-
lizan en calidad de refrigerantes. Los recubrimientos ais-
lantes deben resistir la formación de ampollas cuando son
retirados con rapidez desde el refrigerante y son calen-
tados, y debe retener resistencia a la abrasión cuando
son sumergidos en el refrigerante. Un ejemplo de un re-
frigerante típico y ampliamente utilizado es el mono-
clorodifluorometano (Freon 22). Se deberá sobreentender,
10 desde luego, que el recubrimiento aislante deberá rete-
ner, las propiedades hasta ahora descritas o sacrificar
poco de ellas.

15 Los recubrimientos aislantes de este invento
tienen una resistencia muy alta a los hidrocarburos halo-
genados. Ensayos que comparan los recubrimientos de este
invento con una resina de polivinilacetal de calidad para
aparatos herméticos ampliamente utilizada, indican la su-
perioridad de las composiciones de este invento. Sumergien-
do muestras de alambre recubierto en monoclorodifluoro-
20 metano durante 24 horas a la temperatura ambiente, en-
friando hasta -40°C , retirando y calentando rápidamente
las muestras a 150°C , se provocó que la muestras de po-
livinil acetal formasen ampollas. Muestras recubiertas
de acuerdo con el Ejemplo 37 anterior no mostraron for-
25 mación de ampollas.

Muestras de alambre recubierto fueron some-
tidas a abrasión con un filo de cuchilla de 0,400 mm de
diámetro bajo una carga de 450 g mientras estaban sumer-
gidas en monoclorodifluorometano. El número de carreras
30 hasta el fallo para el polivinilacetal para aparatos

23.4.69



5 herméticos era inicialmente de 850, y menor de 1 con cada una de las tres muestras que fueron sumergidas, respectivamente, durante 1,4 y 7 días. Muestras recubiertas de acuerdo con el Ejemplo 37 anterior fallaron inicialmente después de 875 carreras y después de 550, 190 y 200 carreras, respectivamente, sobre muestras sumergidas durante 1,4 y 7 días.

Nuevos compuestos de éster-uretano-isocianato.

10 Uno de los componentes de algunas de las composiciones mezcladas descritas anteriormente es un éster-uretano-isocianato que es el producto de reacción de 1 mol de DMT, 2 moles de THEIC y 4 moles de TDI. Detalles de la preparación están dados en el Ejemplo 27 anterior. Se deberá observar que se forma primeramente un diéster a partir del DMT y del THEIC, y que el TDI es hecho reaccionar a continuación con el diéster. La reacción del TDI se conduce en un exceso de ácido cresílico de manera que los grupos terminales de isocianato reactivos del producto son bloqueados formando uretano aromático. El bloqueo mejora la estabilidad en almacenamiento del producto. El Naccionate 80 empleado en el ejemplo 28 es una mezcla 80:20 en peso de diisocianato de 2,4-tolileno y diisocianato de 2,6-tolileno.

25 Se pueden emplear otros poliisocianatos en lugar del TDI para proporcionar componentes apropiados para utilizarse en composiciones aislantes. El diisocianato de dianisidina, el diisocianato de 4,4'-difeniléter y el diisocianato de 4,4'-difenilmetano son ejemplos de otros poliisocianatos apropiados.

30 Se pueden utilizar otros ésteres de dial-



5
cohilo inferior de ácido tereftálico en lugar del DMT, para formar el diéster con THEIC. El ácido isoftálico y sus ésteres de alcohol inferior pueden ser utilizados también como un sustitutivo del DMT, en totalidad o en parte, pero resultando en las mezclas subsiguientes una menor mejora de resistencia al choque frente al calor. Otros fenoles o sus mezclas pueden sustituir al ácido cresílico.

10
Aunque la utilidad del éster-uretano-isocianato ha sido ilustrada anteriormente en mezclas que contienen el amida-imida-éster polimérico de este invento, se deberá sobreentender que este isocianato puede ser mezclado y/o hecho reaccionar con poliésteres, con poliéster-amidas, y con otras composiciones para esmaltado de alambres similares. Desde luego, este nuevo poliisocianato
15
puede ser utilizado en composiciones y mezclas en que los poliisocianatos hasta ahora conocidos han sido empleados. Las ventajas de resistencia al choque frente al calor mejorada, de mejorada resistencia a los disolventes y de margen de recubrimiento mejorado se obtienen con este nuevo poliisocianato sin la reducción usual de flexibilidad
20
que se encuentra con la adición de otros poliisocianatos.

Haciendo referencia ahora a la figura 1, el conductor 10, aunque se describe en los precedentes ejemplos como un alambre de cobre, puede ser de un metal tal como aluminio, plata, solo o una combinación chapeada o recubierta con metal. Después de ser curado en la torre de esmaltado o en otros medios de caldeo, el recubrimiento se adhiere tenazmente al conductor 10. Aunque el conductor 10 está ilustrado como de sección transversal circular, puede tener cualquier otra sección transversal deseable
25
30



tal como cuadrada o rectangular. El conductor 10 puede ser un fleje plano o una hoja delgada.

5 Las composiciones de este invento pueden ser aplicadas también a conductores eléctricos tales como alambre en combinación con materiales de aislamiento, tanto orgánicos como inorgánicos, en forma de película y/o fibrosa. Una forma de dicha combinación está ilustrada en la figura 2. Un alambre de cobre 20 está provisto con un recubrimiento fibroso 21 impregnado con una composición resinosa de amida-imida-éster polimérico solidificada descrita anteriormente. El recubrimiento fibroso, que puede ser de fibras de vidrio, de fibras de amianto, de papel, de algodón, de seda o similares, puede ser enrollado o trenzado alrededor del conductor. El recubrimiento 21
10 puede ser también una película inorgánica tal como el óxido de aluminio obtenido anodizando conductores de aluminio, en cuyo caso la película resinosa será unida a las películas anódicas.

15 Los recubrimientos resinosos de este invento pueden ser aplicados a conductores en combinación con recubrimientos de otras composiciones resinosas por encima o por debajo de ellos. La figura 3 de los dibujos es una ilustración de la combinación particularmente ventajosa de recubrimientos descrita específicamente en los ejemplos precedentes. El conductor metálico 30 es recubierto en primer lugar con una película de amida-imida-éster polimérico 31 y con un recubrimiento superior 32 de una poliimida aromática (tal como está disponible comercialmente a partir de E.I. DuPont como esmalte para alambres ML) o de una poli-amida-imida aromática (tal como
20
25
30

16 ENE.



está disponible comercialmente a partir de American Oil Company como AI-537). Las ventajas de estas combinaciones están indicadas en los Ejemplos 43, 44 y 45.

5 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el día 21 de mayo de 1.968, bajo el N^o 730.833 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10 REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.- Un método de preparar un composición de resina de poli(amida-imida-éster) que comprende las operaciones de esterificar una mezcla que comprenda (A) un componente de ácido aromático que consiste en al menos uno entre anhídrido trimelítico, ácido isoftálico y ésteres de los ácidos isoftálicos y tereftálico, (B) un componente de poliol que contiene al menos un compuesto trivalente, hacer reaccionar el producto esterificado con (C) anhídrido trimelítico y (D) un compuesto diamínico aromático para formar una composición de recubrimiento de resina de poli(amida-imida-éster) soluble, oscilando la proporción molar (C): (D) entre aproximadamente 0,8:1 y 20 1,8:1, estando comprendida entre 0,11 y 1,5 la proporción del número medio de grupos amida por radical de resina al número medio de grupos unido por radical de resina.

25 30 14.1.71



2.- Un método según la reivindicación 1, en que dicho ácido tricarbóxico es ácido trimelítico.

3.- Un método según las reivindicaciones 1 ó 2, en que dicho componente ácido comprende al menos uno entre ácido isoftálico y ésteres dialcohólicos de ácido isoftálico y ácido tereftálico.

4.- Un método según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, en que dicho componente ácido comprende al menos uno de los ácidos dicarbóxicos que contienen 4 a 10 átomos de carbono, y de sus ésteres y anhídridos, en particular ácido sebáico, adípico, azelaico y maleico, y sus ésteres y anhídridos.

5.- Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en que dicho componente ácido comprende un éster de titanato en que el grupo alcohol contiene 1 a 4 átomos de carbono, en particular titanatos de tetraalcohol y de tetracresilo.

6.- Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en que dicho componente ácido comprende un poliisocianato.

7.- Un método según la reivindicación 6, en que dicho poliisocianato es un éster-uretano-isocianato derivado de tereftalato de dimetilo, isocianurato de tris(2-hidroxi etilo) y diisocianato de tolileno.

8.- Un método según la reivindicación 6, en que dicho poliisocianato es un trímero de diisocianato de tolileno bloqueado terminalmente.

9.- Un método según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en que dicho componente ácido comprende un ácido tetracarboxílico.

14.1.71

16 ENE 1



10.- Un método según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en que dicha diamina aromática es al menos una entre metilendianilina, meta-fenilendiamina, 4,4'-diaminodifenil-éter y 3,4'diamino-benzanilida.

5 11.- Un método según una cualquiera de las - reivindicaciones precedentes, en que dicho componente amínico comprende al menos uno entre melamina, piperazina y aminas alifáticas.

10 12.- Un método según una cualquiera de las - reivindicaciones precedentes, en que dicho triol comprende al menos uno entre isocianurato de tris(2-hidroxietilo), cianurato de tris(2-hidroxietilo), glicerina, trimetilol-etano, trimetilolpropano y pentaeritrita.

15 13.- Un método según una cualquiera de las - precedentes reivindicaciones, en que dicho poliol comprende un diol alifático, en particular etilenglicol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, hexametilenglicol, 1,4-ciclohexanodimetanol, neopentilglicol y sus mezclas.

20 14.- Un método de preparar una composición de poli(amida-imida-éster) derivada de (A) 40 a 55 equivalentes por 100 de un componente ácido que comprende (1) al menos 10 equivalentes por 100 de ácido tricarboxílico aromático, preferiblemente ácido trimelítico, (2) hasta 31 equivalentes por 100 de al menos uno entre ácido isoftálico y los ésteres de dialcoholo inferior de ácido isoftálico y de -
25 ácido tereftálico, (3) hasta 10 equivalentes por 100 de al menos un ácido dicarboxílico alifático que contiene de 4 a 10 átomos de carbono y/o sus esteres y anhídridos, (4) hasta 8 equivalentes por 100 de un éster de titanato, y (5)
30 hasta 10 equivalentes por 100 de un poliisocianato, (b)

14.1.71

16 ENE 19



45 a 60 equivalentes por 100 de un componente amino-poliol que comprende: (1) al menos 8 equivalentes por 100 de un compuesto diamínico primario aromático, (2) hasta 5 equivalentes por 100 de un compuesto amínico seleccionado del grupo que consiste en diaminas primarias alifáticas, melamina y piperazina, (3) al menos 15 equivalentes por 100 de un poliol que tiene al menos tres grupos hidroxilo, y (4) hasta 25 equivalentes por 100 de un diol alifático.

15.- El método de la reivindicación 1, en que dicho componente de ácido aromático contiene tereftalato de dimetilo, y el componente de poliol contiene isocianurato de tris(2-hidroxietilo).

16.- El método de las reivindicaciones 1 ó 15, en que el compuesto diamínico aromático consiste en al menos uno entre metileno-dianilina y meta-fenilendiamina.

17.- Un método de preparar una composición de recubrimiento apropiada para el aislamiento de los conductores eléctricos, que comprende formar una mezcla de (1) el amida-imida-éster polimérico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, y (2) el producto de esterificación de una mezcla que comprende un ácido dicarboxílico aromático y un poliol que contiene al menos tres grupos hidroxilo.

18.- El método de la reivindicación 17, en que dicha mezcla contiene un éster de titanato.

19.- El método de las reivindicaciones 17 ó 18, en que dicha mezcla contiene desde aproximadamente 1 a 10%, sobre una base en peso de sólidos, de un resina fenólica.

20.- El método de las reivindicaciones 17 18 o 19, en que dicha mezcla contiene un éster-uretano-isociana-

14.1.71



to de (a) un compuesto de diisocianato, (b) un ácido dicarboxílico aromático y (c) isocianurato de tris(hidroxiálcohilo).

5

21.- El método de las reivindicaciones 17, 18 ó 19 en que dicha mezcla contiene un éster-uretano-isocianato de (a) un compuesto de diisocianato, (b) un ácido dicarboxílico aromático y (c) cianurato de tris(hidroxiálcohilo).

10

22.- El método de la reivindicación 20, en que dicho éster-uretano-isocianato es el producto de reacción del diéster de tereftalato de dimetilo y de isocianurato de tris(2-hidroxiétilo) con diisocianato de tolileno.

15

23.- El método según una cualquiera de las reivindicaciones 17 a 22 en mezcla con un sistema disolvente que contiene ácido cresílico y un hidrocarburo aromático.

24.- Un método de preparar una composición de resina de poli(amida-imida-éster).

20

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de ochenta y tres hojas - escritas a máquina por una sola cara.

25

Madrid,

16 ENE 1971

P.A.

14.1.71
MSG

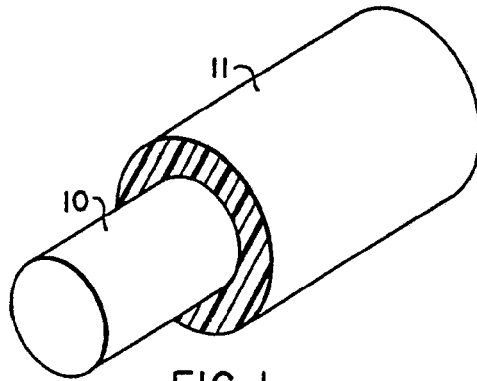


FIG. 1.

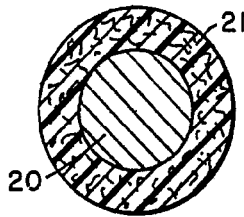


FIG. 2.

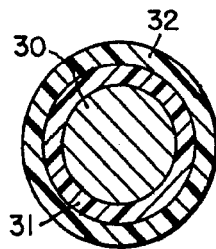


FIG. 3.

Alberto de Elzaburu
Por Poder