



379336

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE	H 01 6 08
SUBCLASE	b

P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I O N

a favor de Don Jaime CONANGLA OROMÍ, de nacionalidad española, residente en Barcelona, Avenida José Antonio 586, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE POLÍMEROS DE POLIAMIDA-IMIDA PARA EL ESMALTADO DE CONDUCTORES ELÉCTRICOS".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

- La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de resinas sintéticas a base de polímeros de poliamida-imida aptos para producir sobre conductores y otros elementos eléctricos, recubrimientos flexibles y resistentes a temperaturas elevadas.
5. Más concretamente, se refiere a la producción de resinas de poliamida solubles en disolventes orgánicos y que forman los polímeros de amida-imida al ser calentadas sobre el material a recubrir, formando películas que tienen
10. buena resistencia a las temperaturas elevadas, sin que por



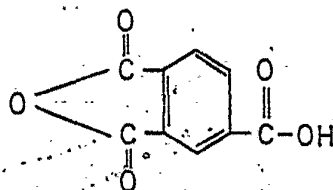
379336

ello se presente fragilidad en el recubrimiento.

- El procedimiento de acuerdo con la invención consiste en hacer reaccionar anhídrido trimelítico con un diisocianato orgánico que contiene grupos isocianato como único componente funcional, en proporciones molares comprendidas entre 1:0,95 y 1:1,4, en el seno de un disolvente orgánico, produciendo un intermediario que contiene enlaces de amida y es bloqueado posteriormente por medio de un fenol monhídrico, para ser calentado luego a fin de escindir el fenol bloqueante y provocar la polimerización a fin de producir el polímero de poliamida.
- 5.
- 10.

- De esta manera se obtiene un polímero que tiene principalmente enlaces amida e imida alternados, de manera que se obtiene buenas propiedades frente a las altas temperaturas con un mínimo de sacrificio de la flexibilidad de las películas formadas. Los esmaltes formados a base de estas resinas son aplicables tanto a conductores u otros elementos que han de ser aislados eléctricamente, como a materiales de aislamiento para estos efectos, especialmente laminados aislantes a base de fibra de vidrio.
- 15.
- 20.

En una realización preferida, el anhídrido trimelítico, de fórmula:

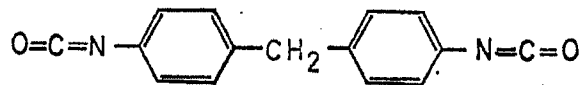


379336

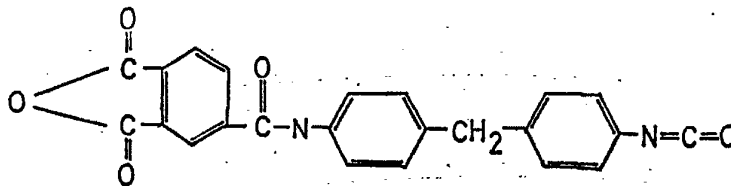
17 A



es hecho reaccionar con el difenil-metano-4,4'-diisocianato cuya fórmula es:



- 5. para dar lugar a la formación, con desprendimiento de anhídrido carbónico, del intermediario

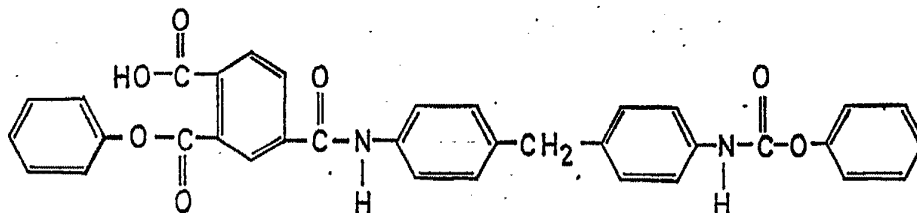


- 10.

que, según es de ver, posee simultáneamente las funcionalidades anhídrido e isocianato.

El intermediario obtenido en la reacción anterior es calentado suavemente con fenol de manera que es bloqueado y se obtiene la sustancia de fórmula:

- 15.



- 20.

Se puede utilizar para esta reacción de bloqueo diversos fenoles, a condición de que los mismos sean susceptibles de ser liberados completamente a las temperaturas a que los objetos recubiertos o tratados con la resina son calentados a fin de obtener la película final aislante.

- 25.

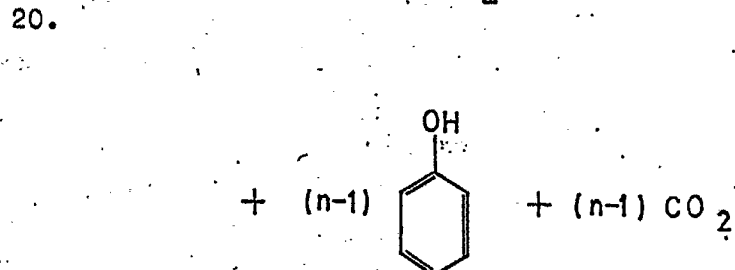
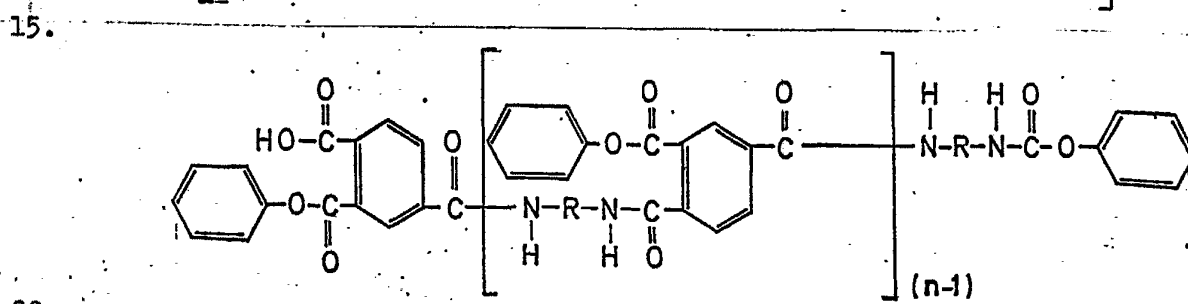
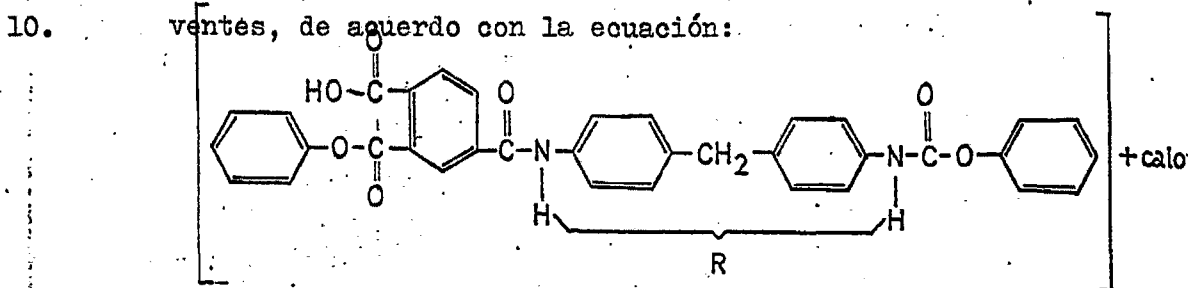
Se puede recurrir, por ejemplo, a fenol normal, metacresol, paracresol, ortocresol, mezclas de las sustancias anteriores, xilenoles tales como 2,6-dimetil-fenol, 4-etil-fenol, 4-butil-fenol terciario, 2-butil-fenol, 4-n-octil-fenol,



379336

4-isooctil-fenol, 2-cloro-fenol, 2,6-dicloro-fenol, 2-nitro-fenol, 4-nitro-fenol y 3-nitro-fenol. Otros compuestos que se hallan comprendidos dentro de esta definición ya son bien conocidos y se hallan ilustrados en la patentes norteamericanas 2 732 265 y 2 982 754.

5. Al calentar el producto de reacción a 130°C, el fenol del grupo NCO es liberado y pasa a formar parte del disolvente, al tiempo que se desprende dióxido de carbono para producir un polímero de poliamida soluble en disolventes, de acuerdo con la ecuación:



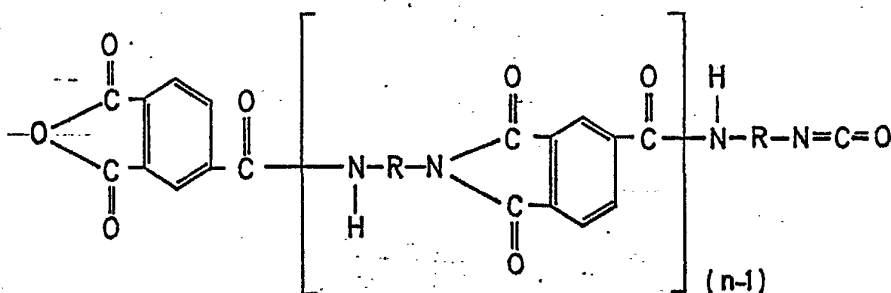
25. Este polímero de poliamida es insolubilizado primariamente por la formación de imida que tiene lugar cuando se libera más fenol durante el calentamiento final que se lleva a cabo sobre el objeto recubierto con la resina



379336

de manera que la sustancia descrita anteriormente es convertida en un polímero con grupos imida y amida alternos, el cual tiene la siguiente estructura:

5.



10.

En esta fórmula los grupos terminales se hallan idealizados. Además, mientras que la estructura anterior muestra la formación de imida, es de notar que en la operación de cocción final también se produce cierto crecimiento de las cadenas poliméricas, según se desprende de la existencia de grupos reactivos.

15.

Las proporciones molares entre el anhídrido trimelítico y el diisocianato han de estar comprendidas entre 1:0,95 y 1:1,4, y más concretamente entre 1:0,97 y 1:1,3. Cuando baja la proporción de isocianato, por ejemplo en el orden de 1:0,90, el polímero pierde flexibilidad y adherencia; por el contrario, cuando la proporción de diisocianato rebasa el límite superior indicado antes, se pierde muchas otras propiedades, tales como escasa resistencia a los choques térmicos, falta de flexibilidad y poca resistencia mecánica.

20.

25.

Desde el punto de vista químico, cuando la reacción se lleva a cabo con proporciones molares de casi 1:1, que es lo preferido, el producto final consiste



379336

esencialmente en enlaces amida e imida alternados, pero al separarse de esta relación molar preferida se pierde en cierto grado esta estructura, aunque continúan siendo predominantes dichos enlaces alternos y se conserva

5. la nueva combinación de propiedades deseada.

En lugar del diisocianato específico mencionado anteriormente se puede utilizar otros derivados equivalentes, tales como toluen-diisocianato, hexametilen-diisocianato, polimetilen-polifenil-diisocianato, diisocianato de dianisida, fumarato de bis-2-isocianatoetilo, carbonato de bis-2-isocianatoetilo y 2,3-dicarboxilato de bis-2-isocianatoetilo-1-1,4,5,6,7,7-hexacloronorborn-5-eno.

10.

Los esmaltes obtenidos de acuerdo con la invención son utilizables como tales, pero encuentran especial aplicación como capa final para mejorar las características de otros esmaltes remoendurentes, especialmente del tipo de los poliésteres, utilizados como recubrimiento de base.

15.

La invención es ilustrada mediante los siguientes ejemplos:

20.

E J E M P L O 1.

En un recipiente de reacción equipado con agitador, dispositivo de carga, condensador de reflujo, alojamiento para termómetro y fuente de calor, se introduce 431 partes en peso de N-metil-pirrolidona y 169 partes en peso de difenil-metano-4,4'-diisocianato. Se calienta a 90°C mientras se agita hasta disolución, y luego se añade 130 partes de anhídrido trimelítico. La temperatura es elevada

25.

379336



- hasta 125°C y tiene lugar una reacción exotérmica, al término de la cual la temperatura es aumentada aún más, hasta 140°C y mantenida hasta liberar un total de 29,8 partes en peso de dióxido de carbono. Se enfría a 125°C y se
5. añade 127 partes de fenol. Se vuelve a elevar la temperatura a 140°C y es mantenida hasta que una muestra del medio reaccional tiene, a la temperatura ambiente, una viscosidad comprendida entre 6000 y 10 000 centipoises (viscosímetro Brookfield), después de lo cual se enfría a
10. 115°C y se añade 143 partes en peso de Solvesso (R.T.M.) 100. (Este disolvente es una mezcla de hidrocarburos aromáticos con una temperatura de ebullición comprendida entre 152 y 173°C.

De esta manera se obtiene una composición de esmalte a punto de ser utilizada, que tiene un total de sólidos de 30,5% y una viscosidad de 3300 centipoise a 30°C. La determinación de sólidos se realiza calentando una muestra de 0,5 g a 170°C durante 40 minutos.

15.

Este esmalte, aplicado sobre conductores eléctricos produce películas flexibles y resistentes a las temperaturas elevadas.

20.

E J E M P L O 2.

Una tela de vidrio es empapada con la solución poliamídica obtenida en el ejemplo anterior; se deja escurrir el exceso de solución. Cada capa de tela impregnada es precurada a 150°C durante 20 minutos a fin de eliminar los disolventes y proporcionar un material preimpregnado, que se presenta seco al tacto. Seis de estas capas son

25.

379336¹⁷



apiladas en un molde y curadas durante 25 minutos a 205°C y 42kg/cm² de presión, seguido de 5 minutos a la misma temperatura y 105 kg/cm² de presión.

5. Se obtiene un laminado que puede ser troquelado en la forma deseada para formar separadores eléctricos y elementos similares aptos para resistir una prolongada exposición a temperaturas elevadas.

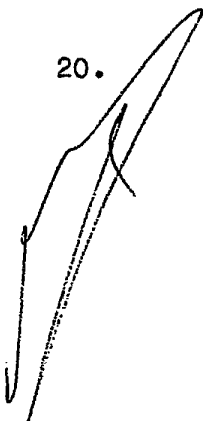
10. Serán independientes del alcance de la presente invención los detalles accesorios y demás características que no alteren la esencialidad de la invención, tales como los medios y aparatos utilizados en la puesta en práctica de la misma, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las siguientes reivindicaciones.

- . -

N O T A


15. Se reivindica como objeto de la presente patente de introducción:

20. 1. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores eléctricos y elementos equivalentes o aislantes, los cuales pueden ser curados para formar enlaces imida, caracterizado esencialmente por el hecho de hacer reaccionar anhídrido trimelítico con un diisocianato orgánico que contiene grupos isocianato como única función, en proporciones



379336¹⁷



- molares comprendidas entre 1:0,95 y 1:1,4 en un disolvente orgánico, para formar un intermediario que contiene enlaces amida y es bloqueado con un fenol monohídrico, calentando posteriormente el intermediario bloqueado para
5. escindir el fenol y provocar la polimerización a fin de producir el polímero de poliamida.
2. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores eléctricos, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado esencialmente por el hecho de que las proporciones molares del anhídrido trimelítico y el diisocianato están comprendidas entre 1:0,97 y 1:1,3.
- 10.
3. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores eléctricos, de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado esencialmente por el hecho de que el anhídrido trimelítico y el diisocianato son hechos reaccionar en proporciones substancialmente equimolares.
- 15.
4. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores eléctricos, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado esencialmente por el hecho de que el diisocianato es difenil-metano-4,4'-diisocianato.
- 20.
5. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores eléctricos, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado esencialmente por el hecho de que el diisocianato es tolileno-diisocianato.
- 25.
- 

379336¹⁷A

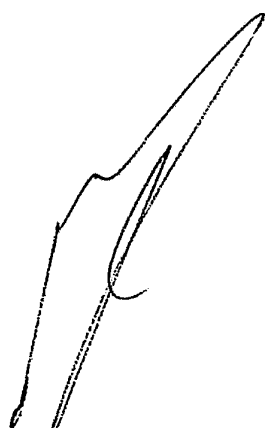


5. 6. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores electricos, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado esencialmente por el hecho de que el fenol monohídrico utilizado para bloquear el intermediario, es el fenol normal.

10. 7. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores eléctricos, según las reivindicaciones 1 y 5, caracterizado esencialmente por el hecho de que el fenol es hecho reaccionar con el intermediario en la proporción molar de esencialmente 2:1.

15. 8. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores eléctricos, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado esencialmente por el hecho de que el polímero es aplicado en solución a un artículo y el conjunto es curado para eliminar el disolvente y provocar la formación de los enlaces imido en el polímero.

20. 9. Procedimiento para la obtención de polímeros de poliamida-imida para el esmaltado de conductores eléctricos.



Todo ello según queda descrito y reivindicado



379336

en la presente memoria descriptiva que consta de once
hojas foliadas escritas por una sola cara.

Barcelona, 17 de abril de 1970

Jaime CONANGLA OROMÍ

P. a. I. PONTI

P. P.