

408401

CASE 3-7833

408401



FC-26-5-75

Int. Cl.² C08L

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CUERPOS MOLDEADOS"
a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en
BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es una mezcla de resina termoendurecible que contiene un compuesto poliepoxídico, un ácido dicarboxílico y un anhídrido policarboxílico y que es utilizable como resina de impregnación y de laminación como adhesivo y, sobre todo, como resina de colada.

5.

Las piezas de resina colada a base de resinas epoxídicas están sometidas a esfuerzos de diversa índole. De una parte deben ser termoestables, pero de otra parte es necesario que la resina de colada empleada para ellas presente un módulo E elevado al mismo tiempo que gran tena-

10.

408401



idad al impacto.

Cuando se emplean mezclas de resina de colada a base de resinas líquidas a la temperatura del ambiente, por ejemplo a base de una resina de epíclorohidrina y bisfenol A con un equivalente de epóxido de 5,3 por kg, se obtienen, mediante el endurecimiento con anhídridos, materias moldeadas que, si bien manifiestan gran estabilidad frente al calor, son sin embargo demasiado frágiles para la mayoría de las aplicaciones.

5.

10.

Con objeto de mejorar la tenacidad al impacto se añaden a las resinas flexibilizadores; por ejemplo, poliglicoles que, en parte, o por completo, reaccionan químicamente con los otros componentes de la mezcla de resina para colada. Tales aditivos flexibilizantes presentan la desventaja de que empeoran las pérdidas dieléctricas y la estabilidad de la forma en caliente. Además, la mejora de la resistencia mecánica únicamente se alcanza en grado limitado.

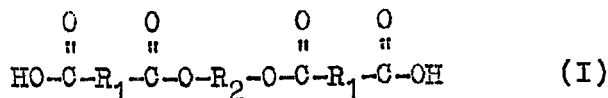
15.

20.

La mezcla de resina según este invento permite en cambio preparar cuerpos de moldeo que reúnen buenas propiedades mecánicas y eléctricas, en particular gran tenacidad al impacto, con gran estabilidad de la forma en caliente.

La mezcla de resina termoendurecible conforme a este invento se caracteriza por contener un compuesto de la fórmula I

25.



en la que

R₁ significa un radical aromático o cicloalifático

y

408401



5. R_2 significa un radical alifático o cicloalifático, y por entrar en ella, por 1 equivalente del compuesto poliepoxídico, de 0,05 a 0,8 equivalentes del compuesto de la fórmula I y de 0,20 a 0,95 moles del anhídrido policarboxílico.

De preferencia entran en ella, por 1 equivalente del compuesto epoxídico, de 0,15 a 0,5 equivalentes del compuesto de la fórmula I y 0,5 a 0,85 moles del anhídrido policarboxílico.

10. Además de otros componentes, la mezcla puede contener todavía, en particular, un catalizador. En este concepto entran en cuenta todos los catalizadores usuales para la reacción de adición de epóxido, pero en particular los compuestos amónicos cuaternarios, como el cloruro de tetrametilamonio, el cloruro de tetraetilamonio, el cloruro de bencil-trimetilamonio y el cloruro de dodecil-bencildietilamonio.

20. De preferencia, en la fórmula I R_1 significa un grupo de fenileno, ciclohexileno o ciclohexenileno y R_2 significa un grupo de alquileno con 2 a 12 átomos de carbono o el radical obtenido de bisfenol A, hidrogenado, mediante la separación de ambos grupos de OH. En calidad de diésteres entran en consideración sobre todo los productos de reacción de 2 moles de anhídrido tetra- ó hexa-hidroftálico con 1 mol de neopentilglicol o hexan-1,6-diol.

25. En concepto de compuesto poliepoxídico puede emplearse en la mezcla conforme a este invento uno de los compuestos conocidos, en particular éteres di- y poli-(beta-metilglicidílicos) y éteres di- ó poliglicidílicos de fe-

408401



- noles polivalentes, como la resorcina, el bis-(p-hidroxifenil)-metano, el 2,2-bis-(p-hidroxifenil)-propano (= bisfenol A o diometano), el 2,2-bis-(4'-hidroxi-3',5'-dibromofenil)-propano y el 1,1,2,2-tetrakis-(p-hidroxifenil)-etano, o de productos de condensación, obtenidos en condiciones ácidas, de fenoles (por ejemplo, fenol) con formaldehído; ésteres poliglicídílicos y ésteres poli-(beta-metilglicídílicos) de ácidos carboxílicos aromáticos polivalentes, como el ácido ftálico, el ácido isoftálico, el ácido tereftálico, el ácido tetracloroftálico o el ácido trimetílico; y derivados N-glicídílicos de aminas aromáticas, como la N,N-diglicídilanilina, la N,N-diglicídil-toluidina y el N,N,N',N'-tetraglicídil-bis-(p-aminofenil)-metano.

5. Entran además en cuenta los compuestos poliepoxi-
15. dicos siguientes:

- ésteres poliglicídílicos de ácidos policarboxílicos hidroaromáticos, por ejemplo
el éster diglicídílico de ácido delta⁴-tetrahydroftálico,
el éster diglicídílico de ácido 4-metil-delta⁴-tetrahydroftálico,
20. el éster diglicídílico de ácido hexahydroftálico y
el éster diglicídílico de ácido 4-metil-hexahydroftálico;

- éteres di- y poli-glicídílicos y éteres di- y poli-
25. (beta-metilglicídílicos) de alcoholes alicíclicos, como, por ejemplo, los éteres diglicídílicos o los éteres di-(beta-metilglicídílicos) del 2,2-bis-(4'-hidroxiciclohexil)-propano, del 1,4-dihidroxiciclohexano (quinita) o del delta³-ciclohexen-1,1-dimeta-

408401

no1;



y, por último, cabe citar todavía el isocianurato de triglicidilo.

- En calidad de ácidos dicarboxílicos para la preparación de los compuestos de la fórmula I son aptos por ejemplo:
5. el ácido ftálico,
el ácido isoftálico,
el ácido tereftálico,
 10. el ácido tetracloroftálico,
el ácido tetrahidroftálico,
el ácido metiltetrahidroftálico,
el ácido hexahidroftálico,
el ácido 4-metil-hexahidroftálico,
 15. el ácido 3,6-endometilen-tetrahidroftálico,
el ácido metil-3,6-endometilen-tetrahidroftálico,
el ácido 3,4,5,6,7,7-hexacloro-3,6-endometilen-tetrahidroftálico,
el ácido difénico,
 20. el ácido fenilen-diacético,
el ácido hidroquinon-0,0'-diacético,
el ácido diometan-0,0'-diacético y
los ácidos naftalindicarboxílicos.

- Para la preparación de los compuestos de la fórmula I se condensan de preferencia los anhídridos de los
25. ácidos que acaban de mencionarse con dioles, en la relación molar de 2:1 y con calentamiento. En calidad de dioles entran en cuenta, por ejemplo:
el etilenglicol,

408401



- el propan-1,2-diol,
- el propan-1,3-diol,
- el butan-1,4-diol,
- el butan-1,3-diol,
- 5. el pentan-1,5-diol,
- el neopentilglicol,
- el hexan-1,6-diol,
- el dodecan-1,12-diol

y asimismo .

- 10. el 1,1-bis-hidroximetilciclohexano-3,
- el bisfenol A hidrogenado,
- el 1,4-bis-hidroximetilciclohexano,
- la quinita y
- el triciclo-(5,2.1.10^{2.6})-decan-3-(ó 4),8 (ó 9)-diol.

- 15. En calidad de anhídridos policarboxílicos entran en cuenta en la mezcla de resina conforme a este invento, los mismos compuestos que pueden emplearse también para la preparación de los diésteres, y además el anhídrido dodecnilsuccínico, el anhídrido trimelítico y el dianhídrido piromelítico.
- 20.

Muy ventajoso es el empleo de anhídridos dicarboxílicos cicloalifáticos, como, por ejemplo, el anhídrido delta⁴-tetrahidroftálico o el anhídrido hexahidroftálico, que proporcionan materias moldeadas con propiedades eléctricas sumamente buenas.

- 25. Las mezclas endurecibles conformes a este invento pueden además, en cualquier fase antes del endurecimiento, tratarse con agentes de modificación usuales, como extensores, agentes de relleno y de refuerzo, pigmentos, colo-

408401



rantes, disolventes orgánicos, plastificantes, deslizantes, tixotropantes, ignífugos y desmoldeadores.

- En calidad de extensores, agentes de refuerzo, agentes de relleno y pigmentos que pueden incluirse en las mezclas endurecibles conformes a este invento cabe señalar, por ejemplo: las fibras textiles, las fibras de vidrio, las fibras de boro, las fibras de carbono, la celulosa, el polvo de polietileno, el polvo de polipropileno, la mica, el amianto, el polvo de cuarzo, el polvo de esquisto, el trihidrato de óxido de aluminio, la creta en polvo, el yeso, el trióxido de antimonio, las bentonas, el aerogel de ácido silícico ("AEROSIL"), el litopón, el espato pesado, el dióxido de titanio, el hollín, el grafito, el óxido de hierro o el polvo metálico, como el polvo de aluminio o el polvo de hierro.

- En calidad de disolventes orgánicos son aptos para la modificación de las mezclas endurecibles, por ejemplo, el tolueno, el xileno, el n-propanol, el acetato de butilo, la acetona, la metiletilcetona, el alcohol diacetónico y el éter monometílico, monoetílico y monobutílico de etilenglicol.

- Pueden añadirse también a las mezclas endurecibles otros suplementos usuales; por ejemplo, ignífugos, agentes tixotropantes y agentes deslizantes ("flow control agents"), como siliconas, acetobutirato de celulosa, polivinilbutiral, ceras, estearatos, etc. (que en parte hallan también empleo como desmoldeadores).

La preparación de las mezclas endurecibles puede realizarse de la manera ordinaria, valiéndose de equipos



mezcladores conocidos (agitadoras, amasadoras, calandrias, etc.).

- Estas mezclas endurecibles de resina epoxídica hallan empleo principalmente en el campo de la técnica de las resinas de colada, pero también en el de la Electrotécnica y de los procedimientos de laminación. Se las puede utilizar en formulación adecuada en cada caso a la finalidad especial de empleo, en estado relleno o sin relleno y eventualmente en forma de soluciones, como lacas al fuego, polvos de sin terización, masas para prensa, resinas de inmersión, resinas de colada, formulaciones para fundición inyectada, resinas de impregnación y adhesivos, resinas para herramientas, resinas de laminación y masas de embutición y aislamiento para la industria eléctrica.

15. Para la preparación de mezclas endurecibles descrita en los ejemplos expuestos más adelante se emplean los ácidos diestéreo-dicarboxílicos siguientes:

PREPARACION DE LOS ACIDOS DIESTEREODICARBOXILICOS

Acido diestéreo dicarboxílico A

20. Se tratan 2128 g (14,0 moles) de anhídrido tetrahidroftálico con 728 g (7,0 moles) de neopentilglicol y 1,0 cc de benzildimetilamina. Se calienta esta mezcla reaccional bajo nitrógeno y tan pronto como es posible se la mezcla mediante buena agitación. Cuando la temperatura de la mezcla llega a 120°C, aparece reacción exotérmica, que lleva la mezcla hasta una temperatura de 170°C. Se deja remitir la reacción exotérmica, pero sin permitir que descienda la temperatura a menos de 150°C. Contando desde el principio del decrecimiento de la temperatura, se deja reaccionar to-

25.

408401

- 9 -



davía por una hora.

El producto presenta entonces un peso de equivalentes de ácido de 202 (em teoría 203) y constituye a la temperatura del ambiente una masa muy viscosa, de color amarillo claro y casi vidriosa.

5.

Acido diestereodicarboxílico B

Se tratan 118,0 g (1 mol) de hexan-1,6-diol con 304,0 g (2 moles) de anhídrido tetrahidroftálico y 0,3 cc de bencildimetilamina como catalizador y se deja reaccionar de manera análoga a la descrita para el Acido diestereodicarboxílico A.

10.

El producto constituye una sustancia muy viscosa, de color amarillo claro y con un peso de equivalentes de ácido de 207 (en teoría, 211):

15.

Acido poliestéreodicarboxílico C (Compuesto de comparación)

Se mezclan 208,0 g (2 moles) de neopentilglicol y 456,0 g (3 moles) de anhídrido tetrahidroftálico (lo que corresponde a una relación molar de glicol a anhídrido de 2:3) y se deja reaccionar la mezcla bajo nitrógeno y a 160-170°C durante 8 horas, mientras se destila constantemente el agua formada. El producto constituye una masa vidriosa, de color amarillo claro y tiene un peso de equivalentes de ácido de 320,5 (en teoría, 319).

20.

Acido poliestéreodicarboxílico D (Compuesto de comparación)

Se mezclan 156,0 g (1,5 moles) de neopentilglicol con 304 g (2 moles) de anhídrido tetrahidroftálico y se deja reaccionar la mezcla bajo nitrógeno y a 160-170°C durante 9 horas, mientras se destila constantemente el agua formada. El producto de la reacción constituye una masa vidriosa, de

25.

408401

- 10 -



color amarillo claro, con un peso de equivalentes de ácido de 385 (en teoría, 437).

Acido diestereodicarboxílico E

5. Se mezclan 62,0 g (1,0 mol) de etilenglicol con 304,0 g (2,0 moles) de anhídrido de ácido tetrahidrofáltico, se adiciona 0,3 cc de N-bencil-dimetil-amina y se calienta a 130° C.

10. Al calentar se originó una reacción exotérmica a 130° C, con lo que la temperatura en la mezcla de reacción se elevó a 183° C.

15. La mezcla se mantuvo a 170 - 180° C hasta que no fueron perceptibles en el espectro infrarrojo bandas de anhídrido y el peso de equivalentes de ácido se situó cerca del valor teórico, lo que precisó aproximadamente 45 minutos. El producto reaccional constituyó una masa vítrea de color amarillo claro con un peso de equivalentes de ácido de 181 (En teoría: 183).

Acido diestereodicarboxílico F

20. Se mezclan 160,0 g (1,0 moles) de 2,2,4-(2,4,4-) trimetilhexandiol con 308,0 g (2,0 moles) de anhídrido de ácido hidrofáltico, se adiciona 0,2 cc de N-bencil-dimetil-amina y se calienta a 165° C.

25. La mezcla se mantuvo a 172 - 175° C hasta que no fueron perceptibles en el espectro infrarrojo bandas de anhídrido y el peso de equivalentes de ácido se situó cerca del valor teórico, lo que requirió 1 1/2 horas. El producto de reacción constituyó una masa altamente viscosa clara, de color amarillo claro con un peso de equivalentes de ácido de 235 (En teoría: 234).

408401

- 11 -



Acido diestereodicarboxilico G

5. Se mezclan 62,0 g (1,0 moles) de etilenglicol con 308,0 g (2,0 moles) de anhídrido de ácido hexahidroftálico, se adiciona 0,2 cc de bencildimetilamina y se calienta a 160 - 170° C.

Al calentar se originó a 150° una reacción exotérmica, con lo que la temperatura en la mezcla de reacción se elevó a 168°.

10. La mezcla se mantuvo a 160 - 170° hasta que en el espectro infrarrojo no fué perceptible ninguna banda de anhídrido y el peso de equivalente de ácido se situó cerca del valor teórico, lo que requirió dos horas y media aproximadamente. El producto de reacción constituyó una masa de alta viscosidad, de color amarillo claro

15. con un peso de equivalentes de ácido de 184 (en teoría: 185°).

Acido diestereodicarboxilico H

20. Se mezclan 50,5 g (0,25 moles) de dodecan-1,12-diol con 77,0 g (0,50 moles) de anhídrido de ácido hexahidroftálico, se trata con 0,1 cc de bencildimetilamina y se calienta a 160 - 170°.

25. Después de 1 hora no fué perceptible en la mezcla de reacción en el espectro infrarrojo ningún anhídrido y el peso de equivalentes de ácido ascendió a 245 (en teoría: 255). El producto representa una substancia de alta viscosidad, de color amarillo claro.

EJEMPLO 1

100 partes en peso de una resina epoxídica con un contenido de epóxido de 5,2 equivalentes por kg (prepara-



- da a partir de bisfenol A y epíclorohidrina) se mezclan con 30 partes en peso del Acido diestéreodicarboxílico A, 50 partes en peso de anhídrido metiltetrahidroftálico y 0,05 partes en peso de cloruro de tetrametilamonio y se calienta la mezcla a 120°C. Después de breve tratamiento en vacío para eliminar las burbujas de aire, se vierte la mezcla en moldes de aluminio caldeados previamente, formando placas de 120x120x4 mm para determinar la resistencia a la flexión, el doblamiento, la tenacidad al impacto y la estabilidad de la forma en caliente, de las cuales se elaboran las respectivas probetas. Después de 16 horas de endurecimiento a 130°C, se miden las propiedades siguientes:

| | | |
|-----|---|-------------------------|
| | Resistencia a la flexión según VSM 77103 | 14 kp/mm ² |
| | Doblamiento según VSM 77103 | 11 mm |
| 15. | Tenacidad al impacto según VSM 77105 | 45 cmkp/cm ² |
| | Estabilidad de la forma en caliente según DIN 53458 | 85°C |
| | tg δ (50Hz) a 20°C | 0,005 |
| | a 60°C | 0,005 |

20. Ensayos de comparación:

Empleando la misma resina que en el Ejemplo 1, se miden las propiedades mecánicas de las mezclas siguientes:

25. Mezcla a 100 partes en peso de resina,
42 partes en peso de poliéster C,
53 partes en peso de anhídrido metiltetrahidroftálico y
0,05 partes en peso de cloruro de tetrametilamonio
- Mezcla b 100 partes en peso de resina,

408401 - 13 -



- 46 partes en peso de poliéster D,
- 54 partes en peso de anhídrido metiltetrahidroftálico y
- 0,05 partes en peso de cloruro de tetrametilamonio.

5.

Las placas necesarias para la preparación de las probetas se endurecen uniformemente a 130°C durante 16 horas, Resultan las propiedades siguientes:

| | <u>Mezcla a</u> | <u>Mezcla b</u> |
|--|-----------------|-----------------|
| 10. Resistencia a la flexión según VSM 77103, kg/mm ² | 14,5 | 14 |
| Doblamiento según VSM 77103, mm | 9 | 7,5 |
| Tenacidad al impacto según VSM 77105, cmkp/cm ² | 27 | 22 |
| 15. Estabilidad de la forma en caliente según DIN 53458° C | 80 | 75 |

Ejemplo 2

100 partes en peso de la misma resina epoxídica que en el Ejemplo 1 se mezclan con 32 partes en peso del Acido diestéreodicarboxílico B, 53 partes en peso de anhídrido metiltetrahidroftálico y 0,05 partes en peso de cloruro de tetrametilamonio y se calienta la mezcla a 120°C. Para determinar las propiedades mecánicas se procede como en el Ejemplo 1. Se obtienen las propiedades siguientes:

| | |
|---|-------------------------|
| 25. Resistencia a la flexión según VSM 77103 | 13,5 kp/mm ² |
| Doblamiento según VSM 77103 | 13 mm |
| Tenacidad al impacto según VSM 77105 | 63 cmkp/cm ² |
| Estabilidad de la forma en caliente según DIN 53458 | 80°C |



| | |
|----------------------------|-------|
| tg δ (50 Hz) a 20°C | 0,005 |
| a 60°C | 0,007 |

Ejemplo 3

- 100 partes en peso de la misma resina que en el
5. Ejemplo 1 se mezclan con 30 partes en peso del Acido diestéreo-dicarboxílico A, 60 partes en peso de anhídrido de metilnadic y 0,1 parte en peso de 2,4-metiletil-imidazol. Las probetas necesarias para determinar las propiedades mecánicas se endurecen durante 16 horas a 130°C. La medición da
10. los índices siguientes:
- | | |
|---|-------------------------|
| Resistencia a la flexión según VSM 77103 | 14 kp/mm ² |
| Doblamiento según VSM 77103 | 9 mm |
| Tenacidad al impacto según VSM 77105 | 55 cmkp/cm ² |
| Estabilidad de la forma en caliente según | |
| 15. DIN 53458 | 97°C |

Ejemplo 4

- 100 partes en peso de una novolaca de resina epoxídica con un contenido de epóxido de 5,6 equivalentes por kg se mezclan con 36 partes en peso del Acido diestéreo-dicarboxílico A, 53 partes en peso de anhídrido metiltetrahidroftálico y 0,05 partes en peso de cloruro de tetrametilamonio. Se calienta la mezcla a 120°C, y después del tratamiento en vacío para eliminar el aire, se la vierte en los moldes de aluminio caldeados previamente. Después de un endurecimiento de 16 horas a 130°C, se recortan las probetas para la determinación de las propiedades mecánicas. Se miden los índices siguientes:
- 20.
- | | |
|--|-----------------------|
| Resistencia a la flexión según VSM 77103 | 15 kp/mm ² |
| Doblamiento según VSM 77103 | 11 mm |
- 25.

408401 - 15 -



Tenacidad al impacto según VSM 77105 45 cmkp/cm²
Estabilidad de la forma en caliente según
DIN 53458 98°C

Ejemplo 5

5. 100 partes en peso de una novolaca de resina epoxídica con un contenido epoxídico de 5,6 equivalentes de epóxido por kg se tratan con 37 partes en peso de ácido diestereodicarboxílico B, 55 partes en peso de anhídrido de ácido metiltetrahidroftálico y 0,16 partes en peso de solución al 30% de cloruro de tetrametilamnio en ácido acético glacial.

10. Tras un breve tratamiento en vacío para eliminar las burbujas de aire se vierte la mezcla en moldes de aluminio previamente calentados, con lo que se forman placas de 120 x 120 x 4 para determinar la resistencia a la flexión, el doblamiento, la tenacidad al impacto y la estabilidad de forma en caliente, de las cuales se elaboran las respectivas probetas.

15. Después de 16 horas de endurecimiento a 130°C se miden las propiedades siguientes:

20. Temperatura de transformación (medida en calorímetro de análisis diferencial, Perkin-Elmer, DSC-1) 120°C
25. Resistencia a la flexión (según VSM 77103) 15 kp/mm²
- Tenacidad al impacto (según VSM 77105) 35 - 40 cmkp/cm²
- Doblamiento (según VSM 77103) 10,5 mm

Ejemplo 6



- 100 partes en peso de una resina epoxídica, preparada según procedimiento conocido a partir de bisfenol A hidrogenado y epíclorhidrina con un contenido de 4,55 equivalentes epoxídicos por kg se tratan con 25 partes
5. en peso de ácido diestereodicarboxílico A, 45 partes en peso de anhídrido de ácido metiltetrahidroftálico y 0,16 partes en peso de solución al 30% de cloruro de tetrametilamonio en ácido acético glacial. Esta mezcla se calienta a 130°.
10. Para la determinación de las propiedades mecánicas se procede como en el ejemplo 1. Después de 16 horas de endurecimiento a 130° C los productos resultantes muestran los resultados siguientes:
- | | | |
|-----|--|----------------------------|
| 15. | Temperatura de transformación (medida en el calorímetro de analización diferencial, Perkin-Elmer, DSC-1) | 76° |
| | Resistencia a la flexión (según VSM 77103) | 11,6 kp/mm ² |
| | Tenacidad al impacto (según VSM 77105) | 20-25 cmkp/cm ² |
| 20. | Doblamiento (según VSM 77103) | 9,2 mm |

Ejemplo 7

- 100 partes en peso de éster diglicídico de ácido tetrahidroftálico con un contenido de 6,4 equivalentes epoxídicos por kg se tratan con 48 partes en peso de ácido diestereodicarboxílico A, 55 partes en peso de anhídrido de ácido metiltetrahidroftálico y 0,16 partes en peso de solución al 30% de cloruro de tetrametilamonio en ácido acético glacial.
- 25.

408401

- 17 -



Después de 5 horas de endurecimiento a 110° y 10 horas de endurecimiento a 150° se miden las propiedades siguientes:

| | | |
|-----|---|---------------------------|
| 5. | Temperatura de transformación (medida en el calorímetro de análisis diferencial, Perkin-Elmer, DSC-1) | 87° |
| | Resistencia a la flexión (según VSM 77103) | 15,7 kp/mm ² |
| 10. | Tenacidad al impacto (según VSM 77105) | 22,5 cmkp/cm ² |
| | Doblamiento (según VSM 77103) | 7,0 mm |

Ejemplo 8

15. 100 partes en peso de un éster diglicídico de ácido hexahidroftálico con un contenido de 6,4 equivalentes epoxídicos por kg se tratan con 48 partes en peso de ácido diestereodicarboxílico A y 0,16 partes en peso de solución al 30% de cloruro de tetrametilamonio en ácido acético glacial.

20. Para la determinación de las propiedades mecánicas se procede como en el ejemplo 1.

Después de un endurecimiento de 5 horas a 110° y 10 horas a 150° se miden las propiedades siguientes:

| | | |
|-----|---|---------------------------|
| 25. | Temperatura de transformación (medida en calorímetro de análisis diferencial Perkin-Elmer, DSC-1) | 86° |
| | Resistencia a la flexión (según VSM 77103) | 14,5 kp/mm ² |
| | Tenacidad al impacto (según VSM 77105) | 24,5 cmkp/cm ² |



Doblamiento (según VSM 77103)

7.8 mm

Ejemplo 9

5. 100 partes en peso de una resina epoxídica preparada a partir de bisfenol A y epiclorhidrina, con un contenido epoxídico de 5,2 equivalentes por kg se mezclan con 30 partes en peso de ácido diestereodicarboxílico B, 50 partes en peso de anhídrido de ácido metiltetrahidroftálico y 0,05 partes en peso de cloruro de tetrametilamonio y se calienta a 120°.

10. Para la determinación de las propiedades mecánicas se procede como en el ejemplo 1.

Después de 16 horas de endurecimiento a 130° se miden las propiedades siguientes:

| | | |
|-----|--|---------------------------|
| 15. | Temperatura de transformación (medida en calorímetro de analización diferencial Perkin-Elmer, DSC-1) | 100° |
| | Resistencia a la flexión (según VSM 77103) | 14,5 kp/mm ² |
| 20. | Tenacidad al impacto (según VSM 77105) | 50,5 cmkp/cm ² |
| | Doblamiento (según VSM 77103) | 13 mm |

Ejemplo 10

25. 100 partes en peso de una resina epoxídica preparada a partir de bisfenol A y epiclorhidrina, con un contenido epoxídico de 5,2 equivalente por kg se mezclan con 35 partes en peso de ácido diestereodicarboxílico H, 53 partes de anhídrido de ácido metiltetrahidroftálico y 0,05 partes en peso de cloruro de tetrametilamonio y se calienta a 120°.

408401

- 19 -



Para la determinación de las propiedades mecánicas se procede como en el ejemplo 1.

Después de 16 horas de endurecimiento a 130° se miden las propiedades siguientes:

- | | | |
|-----|---|-------------------------|
| 5. | Temperatura de transformación (medida en calorímetro de analización diferencial Perkin-Elmer DSC-1) | 90° |
| | Resistencia a la flexión (según VSM 77103) | 13 kp/mm ² |
| 10. | Tenacidad al impacto (según VSM 77105) | 44 cmkp/cm ² |
| | Doblamiento (según VSM 77103) | 13 mm |

Ejemplo 11

- 100 partes en peso de una resina epoxídica preparada a partir de bisfenol A y epiclorohidroftalato con un contenido epoxídico de 5,2 equivalentes por kg se mezclan con 30 partes en peso de ácido diestereodioxiboxílico G, 50 partes en peso de anhídrido de ácido metiltetrahidroftálico y 0,05 partes en peso de cloruro de tetrametilamonio y se calienta a 120°.

Para la determinación de las propiedades mecánicas se procede como en el ejemplo 1.

Tras un endurecimiento durante 16 horas a 130° se miden las propiedades siguientes:

- | | | |
|-----|---|-----------------------|
| 25. | Temperatura de transformación (medida en calorímetro de analización diferencial Perkin-Elmer DSC-1) | 101,5° |
| | Resistencia a la flexión (según VSM 77103) | 15 kp/mm ² |



Tenacidad al impacto (según VSM
77105)

33 cmkp/cm²

Doblamiento (según VSM 77103)

11 mm

Ejemplo 12

5. 100 partes en peso de una resina epoxídica pre-
parada a partir de bisfenol A y epíclorhidrina con un
contenido epoxídico de 5,2 equivalentes por kg se mez-
clan con 35 partes en peso de ácido diestereodicarboxíli-
co F, 52 partes en peso de anhídrido de ácido metiltetra-
10. hidroftálico y 0,05 partes en peso de cloruro de tetra-
metilamonio y se calienta a 120°.

Para la determinación de las propiedades mecáni-
cas se procede como en el ejemplo 1.

Después de un endurecimiento durante 16 horas a
15. 130° se miden las propiedades siguientes:

Temperatura de transformación (medi-
da en calorímetro de analización
diferencial Perkin-Elmer DSC-1)

90°

Resistencia a la flexión (según VSM
20. 77103)

12 kp/mm²

Tenacidad al impacto (según VSM
77105)

25 cmkp/cm²

Doblamiento (según VSM 77103)

11 mm

= . =

25. REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se decla-
ran nuevas y de propia invención las reivindicaciones si-
guientes, con prioridad de la solicitud de patente suiza
nº 16323/71 del 10 de Noviembre de 1971.

408401

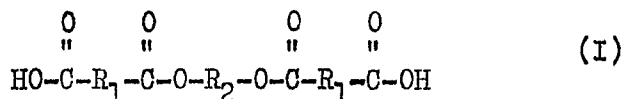
- 21 -

408401



1.- Procedimiento para la preparación de cuerpos moldeados, caracterizado por hacerse reaccionar entre sí, mediante calentamiento, a) un compuesto poliepoxídico, b) un ácido dicarboxílico de la fórmula I

5.



en la que

R₁ significa un radical aromático o cicloalifático y

10.

R₂ significa un radical alifático o cicloalifático, y c) un anhídrido policarboxílico, en cantidades tales que, por 1 equivalente del compuesto poliepoxídico a), entren de 0,05 a 0,8 equivalentes del ácido dicarboxílico b) y de 0,20 a 0,95 moles del anhídrido policarboxílico c).

15.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, por 1 equivalente del compuesto poliepoxídico a), de 0,15 a 0,5 equivalentes del ácido dicarboxílico b) y de 0,5 a 0,85 moles del anhídrido policarboxílico c).

20.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse como catalizador en la reacción el cloruro de tetrametilamonio.

25.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse un ácido dicarboxílico de la fórmula I en el que R₁ representa un grupo de fenileno, ciclohexileno o ciclohexenileno y R₂ representa un grupo de alquileno con 2 a 12 átomos de carbono o el radical, obtenido por desdoblamiento de los grupos OH,



dcl bisfenol A hidrogenado.

- 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse un ácido dicarboxílico de la fórmula I que se prepara a partir de 2 moles de anhídrido tetrahidroftálico a anhídrido hexahidroftálico y 1 mol de neopentiglicol o hexan-1,6-diol.

6.- Procedimiento para la preparación de cuerpos moldeados.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 22 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 Noviembre de 1972

p.a.

JAI ME ISERN

p. p.

~~Firmado por F. NIETO~~

N