

34271A

PATENTE DE INVENCION

Ref. O.Z. 30 147/30 150.

430883

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DISPERSIONES
ACUOSAS DE POLIESTERIMIDAS.

Int. Cl. C08J/108G

Solicitante: BASF AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana,
residente en Ludwigshafen, República Federal Alemana.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de dispersiones acuosas de poliésterimida que contienen poliésterimida en forma de partículas sólidas con un espesor inferior a 5 μ m, así como a su empleo para la obtención de in

5

BAD ORIGINAL

pregnaciones y adhesiones estables a la temperatura.

Ya se conoce al obtener las poliésterimidas en so-
luciones ó en fusión (véase, por ejemplo, publicaciones ale-
manas DAS 1.445.263, 1.495.152 y 1.645.435). Debido a la di-
fícil volatilidad de los disolventes empleados, tales como
fenoles, cresoles, xilenoles, amidas de ácido y similares,
existe el peligro de la sedimentación de estos disolventes
en las instalaciones de elaboración. Además, los restos de
disolvente que salen a la atmósfera representan una moles-
tia y peligro para el medio ambiente. Como las soluciones -
de polímero por regla general son de baja concentración, es
decir del 16 al 33 %, es especialmente alta la proporción -
de los gases de la salida perjudiciales que se presentan en
la elaboración de las soluciones. Además, el reducido conte-
nido en sólidos es el origen de la inseguridad para la ela-
boración de estos productos: mal recubrimiento de los bor-
des, difícil eliminación de los disolventes y, debido a -
ello, formación de burbujas ó de cráteros en el transcurso
de secado.

En las soluciones acuosas de poliésteramida (pu-
blicación alemana DOS 1.720.321) hasta ahora conocidas, al
cochurar se liberan aminas. En la elaboración de las poliés-
terimidas, a partir de fusión, la conducción de la tempera-
tura en el proceso de elaboración es extraordinariamente di-
fícil: para lograr las viscosidades necesarias para la ela-
boración y con ello los espesores de capa deseados, se ha -
de seleccionar la temperatura tan alta que no se puede evi-
tar una ulterior condensación.

En los últimos tiempos están, en efecto, ganando
importancia los sistemas pulverulentos, pero estos exigen -

un gasto industrial muy elevado para su aplicación. La aplicación en varias capas, tal y como se precisa, por ejemplo, en los lacados de aislamiento, para mantener revestimientos libres de defectos, aquí no es posible.

5 Estas dificultades se pueden evitar en su mayor parte trabajando con dispersiones acuosas.

Ya se conoce la obtención de dispersiones de polímero por el procedimiento de la polimerización en emulsión de compuestos monómeros polimerizables, que se dispersan en 10 agua con ayuda de agentes tensioactivos, en presencia de iniciadores de la polimerización. Las ventajas de la polimerización en emulsión no se pueden sin embargo transferir por lo general a la obtención de poliésterimidas especiales, estables a la temperatura, ya que aquí la presencia del 15 agua influencia desventajosamente el desarrollo de la policondensación ó bien de la poliadición.

En la publicación alemana DOS 2.210.484 se mencionan dispersiones acuosas de poliésterimida con tamaño de 20 partícula hasta 150 μ m a las que, para evitar la sedimentación y aglomeración, se le han de agregar agentes auxiliares de alto peso molecular. Aquí existe, sin embargo, el peligro de que mediante estos aditivos se inflencie desventajosamente la adhesión de la poliésterimida sobre el sustrato.

25 El cometido de la presente invención es señalar un procedimiento que permita la obtención de dispersiones acuosas estables de poliésterimida, de partícula muy fina, que tengan una aplicación muy amplia, sin que se presenten 30 las desventajas de las soluciones arriba mencionadas, de manera que éstas se puedan emplear ventajosamente como lacas

para alambre, para la impregnación y adhesión estable a la temperatura de láminas orgánicas e inorgánicas, estables a la temperatura, vellones, papeles y materiales fibrosos.

Objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de dispersiones acuosas de poliésterimida, que contienen un 20 a 60 % en peso de poliésterimida, en forma de partículas sólidas con un espesor inferior a 5 μ , así como en caso dado reducidas cantidades de diluyente, materiales de carga, agentes de dispersión y/o catalizadores de la esterificación, caracterizado porque una fusión de la poliésterimida, después de solidificar, se desmenuza primeramente en estado seco a temperaturas inferiores a 100° C. a tamaños de partícula de $\leq 100 \mu\text{m}$ y las partículas se molturan entonces junto con agua, bajo 80° C., a un espesor inferior a 5 μ , siendo mas de un 80 % de las partículas inferiores a 1 μm .

Una forma de realización ventajosa del procedimiento de la presente invención, consiste en que la molturación de la poliésterimida desmenuzada a tamaños de partícula de $\leq 100 \mu\text{m}$, se efectúa junto con agua en máquinas dispersoras con cuerpos de molturación de alta intensidad energética local, a temperaturas inferiores a 40° C.

Especialmente preferente es además la obtención de dispersiones acuosas de poliésterimida con un espesor de las partículas de poliésterimida entre 0,05 y 1,5 μm , siendo mas de un 90 % de las partículas inferior a 1 μm .

Objeto de la presente invención es, además, el empleo de las dispersiones de la presente invención para el aislamiento eléctrico de conductores metálicos, así como para la obtención de adhesiones e impregnaciones estables a -

la temperatura.

Con respecto al procedimiento de la presente invención sea mencionado en detalle lo siguiente:

5 Las poliésterimidas se obtienen, por lo general, en su fabricación a temperaturas entre 150 y 300° C. como fusión altamente viscosa.

10 La desmenuzación de la fusión de poliésterimida - en estado seco a un tamaño de partícula de $\leq 100 \mu\text{m}$, preferentemente a 10 a 80 μm , se puede realizar de distintas maneras, por ejemplo, la fusión se puede desmenuzar primeramente mediante un cilindro de escamado enfriado ó por pulverización en una torre pulverizadora y después desmenuzar en molinos mecánicos, por ejemplo, molinos de platillo de rebote, molinos de púas ó similares, a tamaños de partícula de
15 $\leq 100 \mu\text{m}$. Esto se realiza según la presente invención a temperaturas por debajo de 100° C, preferentemente por debajo de 60° C.

20 Las dispersiones de partícula fina según la presente invención se obtienen entonces del polvo de poliésterimida basto, obtenido por la previa molturación en seco descrita, mediante molturación en presencia de agua.

25 La molturación en húmedo se efectúa en dispositivos de dispersión mecánicos, por ejemplo, en molinos de bolas, preferentemente en máquinas de dispersión con cuerpos de molturación de alta densidad energética local, en los cuales las bolas se aceleran por grupos agitadores adicionalmente incorporados. Estos grupos agitadores tienen un alto número de revoluciones, la velocidad periférica es preferentemente superior a 10 m/seg. El rebote de las bolas sobre las partículas de poliésterimida se efectúa con una
30

energía tan elevada que se logra la fina desmonuzación deseada. La molturación en húmedo se efectúa a temperaturas inferiores a 80° C.; preferentemente por debajo de 40° C. Como cuerpo de molturación entran en consideración preferentemente cuerpos de molturación esféricos que, por ejemplo, pueden ser de vidrio, cerámica, material sintético duro resistente a la abrasión (por ejemplo, poliamida) y cuyo diámetro se encuentra entre 0,2 a 8, preferentemente 0,4 a 5 mm.

El tiempo necesario para la molturación al tamaño de partícula deseado se encuentra por lo general entre 2 y 20 horas y depende de la fragilidad de la poliésterimida empleada. La reducción de la temperatura acelera el proceso de molturación. La molturación se puede efectuar tanto en forma discontinua como también continua.

Al final del proceso de molturación en húmedo se pueden agregar entonces los agentes diluyentes, el catalizador de esterificación así como en caso dado también otros aditivos, tales como pigmentos, materiales de carga, colorantes, catalizadores de reticulación y aceleradores.

Después de agregar el catalizador es ventajoso un tiempo de molturación de otras 1 a 2 horas. Se obtienen así dispersiones que contienen partículas inferiores a 5 μ , preferentemente entre 0,05 a 1,5 μ m, siendo mas de un 90 % de las partículas inferiores a 1 μ m.

Las dispersiones obtenidas según la presente invención se pueden emplear directamente para el aislamiento eléctrico de conductores metálicos, especialmente alambres y barras, pudiéndose utilizar los métodos y aparatos de aplicación usuales. Además se pueden emplear para la obtención de impregnaciones, adhesiones, laminados y "prepregs".

Las dispersiones obtenidas según la presente invención no presentan las desventajas de las soluciones de laca orgánica descritas. Ahorran el gasto en aparatos adicional, por lo general necesario para los sistemas pulverulentos, y son adecuados para su aplicación según métodos convencionales, tales como pulverización, inmersión, riego, inundación, impregnación, aplicación a brocha ó rasqueta. Con las dispersiones obtenidas según la presente invención se obtienen aislamientos eléctricos, impregnaciones, adhesiones, laminados, materiales de varias capas y "prepregs" estables a la temperatura, de alta calidad.

Las dispersiones obtenidas según la presente invención se pueden elaborar como las soluciones de adhesivos tradicionales. Es sorprendente y no era previsible que las propiedades de los aislamientos eléctricos, laminados, "prepregs", impregnaciones, y adhesiones de las soluciones de aglutinante de poliésterimida usuales y de las dispersiones acuosas obtenidas según la presente invención concordaran entre sí.

En la obtención de revestimientos aislantes eléctricos sobre alambre de cobre no se aprecian ninguna diferencia esencial en las propiedades de la laca y eléctrica en comparación con los revestimientos de iguales adhesivos cuando se aplicaban a partir de solución; la dureza de los revestimientos era hasta superior. Especialmente ventajosa era la elaborabilidad: en el caso de las dispersiones de la presente invención no había ninguna contaminación del ambiente, pero mayor velocidad de elaboración, lo que se expresa en el caso del lacado de alambre en una velocidad de estirado en un factor de 1,5 a 1,7 veces superior. En la

técnica de elaboración es además ventajoso que las suspensiones de la presente invención se pueden elaborar en mayor concentración que las soluciones del mismo aglutinante. - Así, por ejemplo, una suspensión de laca para alambres según la presente invención se puede aplicar en un 33 % a partir de un baño con ayuda de toberas rascadoras ó fieltros rascadores, mientras el mismo aglutinante de laca a partir de solución, en la misma máquina y con igual velocidad de extracción, por regla general sólo se podía aplicar en un 23 a 25 %.

En las suspensiones no se aprecia ninguna molestia por olor en el recinto del lacado, tal y como son características para las lacas de alambre disueltas. Asimismo se suprimen la cesión de sustancias contaminantes a través de las tuberías de los gases de salida ó de desagüe.

Las ventajas de las dispersiones de la poliésterimida según la presente invención se presentan también en la fabricación de materiales compuestos, por ejemplo, en los materiales reforzados por fibras de vidrio, materiales de varias capas, por ejemplo, aquellos a base de vallones de papel de poliacrilamida, láminas de mica ó materiales similares. La impregnación de material reforzador tienen menos peligro, ya que no existe el peligro de inflamación. No se precisan de medidas de ventilación especiales para la recuperación del disolvente, ni de instalaciones para la combustión ulterior del disolvente, ya que como componente sólo se presenta el agua en cantidades dignas de mención. Los agentes de impregnación, laminación y adhesión obtenidos según la presente invención ofrecen, por lo tanto, considerables ventajas económicas en comparación con los proce

dimientos conocidos.

Con respecto a las poliésterimidas a emplear según la presente invención se ha de mencionar lo siguiente:

5 La obtención de las poliésterimidas se puede realizar según distintos procedimientos y no es objeto de la presente invención.

10 Lo característico para las poliésterimidas a emplear según la presente invención es que son productos de condensación que contienen tanto agrupaciones éster como también imida. Especialmente son aquellas poliésterimidas de especial ventaja que como miembros de unión contienen anillos imida de 5 miembros anillados con núcleos aromáticos. Un condensado típico está constituido, por ejemplo, de etilenglicol, trishidroxietilisocianaurato, ácido tereftálico, anhídrido trimelítico y 4,4'-diaminodifenilmetano. En lugar de los componentes individuales se pueden emplear también productos de reacción de distintos componentes ó condensados previos, por ejemplo, el producto de reacción de 4,4'-diaminodifenilmetano y anhídrido de ácido trimelítico.

20 Las poliésterimidas adecuadas para el procedimiento de la presente invención pueden estar constituidos también por los siguientes componentes, en las proporciones cuantitativas indicadas a continuación:

25 1. 10 a 50 partes en peso del producto de reacción de 2 moles de un anhídrido cíclico de un ácido tri- ó tetra-carboxílico aromático con grupos carboxilo en posición orto y 1 mol de una amina diprimaria ó de un compuesto con un grupo amino primario, así como un ulterior grupo funcional, ó de los componentes individuales con;

30 2. ácido tereftálico y/ó ácido isoftálico y/ó -

ácido, 4,4'-benzofenondicarboxílico ó derivados de estos ácidos, especialmente sus mono- y/ó diésteres de alquilo, haluros ó anhídridos;

5

3. uno ó varios alcoholes polivalentes en proporciones cuantitativas de 1 a 1,8 equivalentes por equivalente de ácido carboxílico.

10

Las formas de ejecución preferentes contienen - aquellas mezclas de alcoholes polivalentes, que contienen - tris-(2-hidroxi-etil)-isocianurato ó tris-(2-hidroxi-etil)imida del ácido melítico. Las poliésterimidas con una mayor - proporción de estos polioles tienen una estabilidad al calor y resistencia a los efectos de shock de calor especialmente buenas.

15

Como anhídridos cíclicos de ácidos tri- ó tetracarboxílicos aromáticos con grupos carboxilo en posición - orto son ante todo adecuados el anhídrido del ácido trimelítico y el anhídrido del ácido piromelítico, además otros anhídridos de ácido carboxílico aromáticos, tales como dianhídridos de ácido naftalintetracarboxílico ó dianhídridos de ácidos tetracarboxílicos con 2 núcleos bencénicos en la molécula, donde los grupos carboxilo se encuentran en la posición 3,3' y 4,4', así como los compuestos tales como dianhídrido de ácido 2,2',3,3'-benzofenontetracarboxílico.

20

25

Ejemplos de diaminas diprimarias son, por ejemplo, etilendiamina, tetrametilendiamina, hexametilendiamina y - otras diaminas diprimarias alifáticas. Son especialmente - adecuadas las diaminas diprimarias aromáticas tales como - benzidina, diaminodifenilmetano, diaminodifenilsulfona, -éter, -sulfóxido, -tioéter, fenilendiaminas, toluilendiaminas, xililendiaminas, así como también diaminas con 3 nú-

30

cleos bencénicos en la molécula, tales como bis-(4-aminofe
noxi)-1,4-benceno, y diaminas cicloalifáticas, tales como,
por ejemplo, 4,4'-díciclohexilmetandiamina.

5 Además son adecuados los compuestos que contienen
grupos amino con un ulterior grupo funcional, por ejemplo,
monoetanolamina ó monopropanolaminas, ácidos aminocarboxíli
cós, tales como glicina, ácidos aminopropiónicos, ácidos
aminocapróicos ó ácidos aminobenzóicos.

10 El pH de la dispersión de la presente invención
se ajusta, si es necesario, con un agente neutralizador --
(amina ó ácido) a un valor entre 5 y 9.

15 Como agentes auxiliares de dispersión, a emplear
en caso dado simultáneamente, son adecuados los agentes de
dispersión orgánicos, iónicos ó no iónicos, verdadera ó co-
loidalmente solubles en fase acuosa, preferentemente, sin -
embargo, aquellos emulsionantes no iónicos que a la tempera
tura de elaboración superior a 150° C. se descomponen ám-
pliamente. Tales emulsionantes son, por ejemplo, alcoholes
oxietilados ú oxipropilados, fenoles, ácidos carboxílicos,
20 aceites de ricino y similares. Se emplean en una concentra-
ción de 0,1 a 10 % en peso, preferentemente 2 a 5 % en peso,
referido al dispersado. Como coloides protectores se pueden
emplear también sustancias de alto peso molecular hidroso-
lubles, tales como por ejemplo, polivinilpirrolidona, alcoh
25 les polivinílicos que aún contienen hasta 30 moles % de gru-
pos acetato restantes, copolímeros de vinilpirrolidona y vi-
nilpropiolato, así como copolímeros de ácido acrílico y -
acrilnitrilo. Estas sustancias se emplean preferentemente -
en cantidades de 0,1 a 6 % en peso.

30 Como sistemas catalizadores de esterificación, -

que preferentemente ya se incorporan en la fusión de poliés-
terimida, entran en consideración aquellos que en general -
se emplean en la obtención de poliéstertereftalato como ca-
talizadores de condensación, tales como acetato antimónico,
5 titanato trietanolamínico, titanato butílico, titanato cro-
sílico, compuestos de oxototanio ó catalizadores de ácido,
tales como por ejemplo, ácido p-toluenosulfónico ó simila-
res. Estos se emplean en una concentración de 0,2 a 5,0 % -
en peso, referido al dispersado. La selección del cataliza-
10 dor y de su concentración depende de la elaboración de las
dispersiones así como de las propiedades deseadas para las
lacas de los alambres, impregnaciones ó adhesiones.

Las dispersiones obtenidas según el procedimiento
de la presente invención se pueden emplear sin ulteriores -
15 diluyentes. En algunos casos se recomienda, sin embargo, em-
plear reducidas cantidades de diluyentes hidrosolubles, ta-
les como por ejemplo polialcoholes, por ejemplo, glicerina,
glicol ó butilglicol, amidos de ácidos tales como por ejem-
plo, N-metilpirrolidona, dimetilformamida ó dimetilacetami-
20 da, así como difenilo, fenoles, cresoles, ácido láurico, -
etc., en una concentración de 0,1 a 10, preferentemente 1 a
5 % en peso, referido a los sólidos.

Como materiales de carga, a emplear en caso dado
simultáneamente en cantidades de 0,1 a 25, preferiblemente
2 a 10 % en peso, entran por ejemplo en consideración las -
3 dolomitas, silicatos, tamices moleculares. Además se pueden
emplear también pigmentos tales como por ejemplo óxidos -
inorgánicos, tales como TiO_2 , agentes de carga, tales como
por ejemplo, metal pesado.

30 Para la modificación de sus propiedades se pueden

combinar las poliésterimidas también en cierto volumen con otros materiales sintéticos estables a la temperatura, que tengan aún un punto de fusión inferior a 300° C., tales como por ejemplo, poliésteres lineales y reticulados, polihidantoínas, poliamidas y, en general, aquellos cuyos productos finales tengan una temperatura límite (DIN 53 440) superior a 100° C, preferentemente superior a 150° C.

Las poliésterimidas están dispersadas en las dispersiones de la presente invención en una cantidad de 20 a 60, preferentemente 25 a 45 % en peso. El espesor de las partículas de poliésterimida es inferior a 5 μ m y se encuentra preferentemente entre 0,05 a 1,5 μ m. La forma de las partículas, bien sean esféricas ó anisométricas, con superficie lisa ó basta, no es de gran influencia para la aplicación y las propiedades de las lacas de alambre, impregnaciones ó adhesiones de ellas obtenidas.

Las partes y porcentajes mencionados en los ejemplos se refieren al peso siempre que no se indique otra cosa.

EJEMPLO 1

Obtención de una dispersión de poliésterimida y empleo como laca para el alambre.

Poliésterimida, obtenida de glicerina, ácido diiminocarboxílico (= producto de reacción de anhídrido de ácido trimelítico y 4,4'-diaminodifenilmetano), dimetiltereftalato y glicol, con un punto de fusión de 120° C. y una viscosidad de 63 cst se calienta a 190° C. y a través de una tetera de camara se aplica sobre un cilindro refrigerador. La altura de capa aplicada sobre el cilindro asciende a 0,1

mm. Con ayuda de una rasqueta de poliamida se separa esta -
capa del cilindro. Las partículas que así se forman tienen
un tamaño máximo de $2,5 \text{ mm}^3$. Este producto escamoso se des-
menuza en un molino de platillo de rebote ($n = 9.000 \text{ rpm.}$,
5 $M = 5 \text{ Kg/h.}$) a una granulometría media de 20μ . El molino -
de platillo de rebote se enfriará de manera que durante la
deamenuzación no se supere la temperatura de 30° C. Con ayu-
da de un separador de aire se separa el producto obtenido -
en el molino de platillo de rebote y la proporción mayor a
10 20μ (50 %) se recicla de nuevo al molino de platillo de re-
bote. De esta manera se obtiene un polvo seco con una granu-
lometría inferior a 20μ .

Para la obtención de 1.000 partes de dispersión -
terminada se dispersaron 150 partes de polvo de condensado
15 previo de poliésterimida en un molino de bolas con 578 par-
tes de agua destilada durante 3 horas. Después de este tiem-
po se le agregaron al molino de bolas otras 150 partes de -
polvo de condensado previo de poliésterimida y 10 partes de
glicol como diluyente y se volvió a dispersar durante 4 ho-
20 ras. Después de un tiempo de dispersión total de 7 horas se
agregaron otras 100 partes de condensado previo de poliés-
terimida, 10 partes de glicol y 2 partes de acetato antimó-
nico y nuevamente se dispersó durante 4 horas. La pared in-
ferior del molino de bolas está engomada y como bolas se em-
25 plean esferas de vidrio. Después de 15 horas se extrajo la
dispersión del molino y se efectuó un análisis de sedimenta-
ción. Se demostró que un 95 % de las partículas contenidas
en la dispersión eran inferiores a 1μ , un 50 % de las par-
tículas son inferiores a $0,5 \mu$. La velocidad del molino de
30 bolas se seleccionó de manera que durante todo el tiempo de

dispersión en la dispersión no se sobrepasase una temperatura de 35° C.

5 La dispersión al 40 % se diluyó con agua desionizada a un 30 % y se aplicó en forma continua, en un horno de lacado de alambre horizontal de 3,70 m. de longitud, sobre cable de alambre de 1 mm. de diámetro. Temperatura del horno 470° C., método de aplicación: rodillo con rascador de fieltro; 6 aplicaciones; velocidad de extracción 4 m/minuto; aplicación total de laca: 50 µm.

10 La comprobación del lacado dió:

Dureza de lápiz 5 H

Dureza de lápiz después de almacenar durante 1 hora a 60° C. en benceno 3 H

15 Dureza de lápiz después de almacenar durante 1 hora a 60° C. en etanol 3 H

Ensayo de shock térmico (espiral alrededor del propio diámetro del alambre después de tratar térmicamente durante 1 hora a 155° C.) en orden

20 EJEMPLO 2

Obtención de una dispersión de condensado previo de poliésterimida para el laminado de tejidos y vellones.

25 Del condensado previo de poliésterimida se desmenuza conforme al ejemplo 1, en seco, a una granulometría de 20 µ. Para la dispersión se emplean molinos de bolas de dispositivo agitador con esferas de vidrio de 1 a 5 mm. de diámetro. En el molino de bolas de dispositivo agitador se introducen primeramente 300 partes de polvo de condensado previo de poliésterimida y 361 partes de agua destilada y se dispersan durante 3 horas. Después de este período de tiempo

30

430883



- 16 -

5 po se agregan al molino 300 partes de polvo de poliésterimida, que contienen 3 partes de acetato de antimonio, 12 partes de glicol y 24 partes de N-metil-pirrolidona y se dispersan nuevamente durante 7 horas. Las indicaciones numéricas se refieren a 1.000 partes de producto.

10 Con esta dispersión se recubrió unilateralmente una estera de vidrio y un vellón de vidrio. Después del recubrimiento se pasa la banda de tejido ó bien el vellón a una velocidad de 2 m/min. a través de un dispositivo secador y se seca a 200° C. La longitud del dispositivo secador es de 2 m. Las mediciones indican que de esta manera se pueden aplicar 0,2 a 1,5 g. de poliésterimida sobre 1 cm² de banda de tejido ó de vellón.

15 Colocando estos laminados superpuestos se pueden prensar a placas a 300° C. bajo una presión de 5 a 8 Kp/cm². En la Tabla 1 figura el tiempo de prensado y la temperatura como función del índice de capa.

T A B L A 1

20

Número de capas	2	4	8	16	32
Tiempo de prensado min.	1	4	9	10	15

25 Si, según la publicación alemana DOS 2.27 1.484, se trabaja empleando un coloide protector y partículas bastas se obtienen laminados con menor resistencia a la flexión.

EJEMPLO 3

30 Obtención y elaboración de una dispersión de poliésterimida para la adhesión de papeles aislantes con láminas.

En un molino de bolas de mecanismo agitador se dispersan 300 partes de polvo de condensado pr6vicio de poli6sterimida con 361 partes de agua destilada durante 3 horas. Despu6s de este per6odo de tiempo se introducen en el molino 300 partes de polvo de poli6sterimida, que se diferencia del descrito en el ejemplo 1 s6lo por el intercambio de la glicerina por tris-hidroxi6tilisocianurato y que contiene 3 partes de acetato de antimonio y 36 partes de N-metilpirrolidona y nuevamente se dispersa durante 8 horas con aceite de ricino oxietilado. La dispersi6n as6 obtenida se aplica, conforme al ejemplo 2, sobre un papel aislante (papel de poli6steramida) y se seca. El secado se efectua aqu6 en un trayecto de secado de 2 metros a una temperatura de 150° C. y una velocidad de 2 m/min. En una calandra con un di6metro de cilindros de 500 mm. y un rodeado de 270° con una presi6n de l6nea de 14 Kg/cm. y una temperatura de 290° C. se logra una adhesi6n del papel l6mina. Aqu6 se ha de trabajar con la l6mina asentada sobre la calandra.

EJEMPLO 4

400 partes de un polvo de condensado pr6vicio de poli6sterimida con un di6metro de part6cula de unos 60 μ m se dispersan con 550 partes de agua totalmente desalada, 14 partes de butilglicol y 6 partes de diglicol y se moltura en un molino de bolas de dispositivo agitador durante 6 horas. Despu6s contiene la dispersi6n un 95 % de part6culas de un espesor inferior a 1 μ m.

A la dispersi6n se agregan 8 partes de un cop6l6mero de vinilpirrolidona y vinilpropionato as6 como 6 partes de titanato de tri6tanolamina y 2 partes de glicerina.

La dispersión se elabora entonces en una máquina lacadora -
de alambres a 430° C. y 10 m/min. con una longitud de cochu-
ración de 6 m. En los gases de salida sólo se pudo de-
mostrar vapor de agua e hidrocarburos en cantidades inferio-
res a 0,1 ppm. Los alambres lacados se comprobaron según -
DIN 46 453 y correspondían a las exigencias a una laca H. La
estabilidad al shock térmico era de 220° C. (con diámetros
sencillos enrollados sobre un punzón). La adhesión estaba -
dada con mas de 150 empujes dobles.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del inven-
to, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe -
hacerse constar que las disposiciones anteriormente indica-
das, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuan-
to no alteren su principio fundamental. También se hace -
constar que el invento corresponde a unas Solicitudes de Pa-
tente presentadas en Alemania, con fechas 11 de Octubre de
1.973, bajo los números P 23 51 077.2 y P 23 51 078.3, aco-
giéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Con-
venios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye -
la esencia del referido invento y por lo que se solicita Pa-
tente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDI-
MIENTO PARA LA OBTENCION DE DISPERSIONES ACUOSAS DE POLIES-
TERIMIDAS; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la obtención de dispersio-
nes acuosas de poliésterimidas, que contienen un 20 a 60 %
en peso de poliésterimida en forma de partículas sólidas -
con un espesor inferior a 5 µm, así como en caso dado redu-
cidas cantidades de diluyente, materiales de carga, agentes

de dispersión y/ó catalizadores de esterificación, caracterizado porque una fusión de la poliésterimida, después de solidificar, se desmenuza primeramente en estado seco a temperaturas inferiores a 100° C. a tamaños de partícula de $\leq 100 \mu\text{m}$ y porque las partículas se molturan entonces, junto con agua, a temperaturas inferiores a 80° C. a un espesor inferior a 5 μm , siendo mas de un 80 % de las partículas inferiores a 1 μm .

2º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la molturación de la poliésterimida desmemuzada a tamaños de partícula de $\leq 100 \mu\text{m}$ se efectúa con agua en máquinas de dispersión con cuerpos molturadores de alta densidad energética local a temperatura inferior a 40° C.

3º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la molturación de la poliésterimida desmemuzada se efectúa junto con agua en máquinas de dispersión con cuerpos molturadores esféricos con un diámetro entre 0,2 y 8 mm., acelerándose los cuerpos de molturación con grupos agitadores adicionales con una velocidad periférica superior a 10 m/sec.

4º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las poliésterimidias son productos de condensación de ácidos dicarboxílicos aromáticos y alcoholes polivalentes que contienen 10a 50 % en peso de un producto de reacción de 2 moles de un anhídrido cíclico de un ácido aromático tri- ó tetracarboxílico con grupos carboxilo en posición orto y 1 mol de una amina diprimaria ó de un compuesto con un grupo amino primario y un grupo hidroxilo ó carboxilo.

5^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque las partículas se molturan junto con agua a un espesor de 0,05 a 1,5 μm siendo mas de un 90% de las partículas inferiores a 1 μm .

6^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la dispersión acuosa contiene un 25 a 45 % en peso de poliésterimida.

7^a.- Procedimiento para la obtención de dispersiones acuosas de poliésterimidadas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid 19 NOV

BASF AKTIENGESELLSCHAFT 1974

I. SERRAZ ACEBO Y CIBDET
p. p. Firmado: L. Gisela Fernández

