



19 ES	11 NUMERO	10 A1
	21 458.240	
	22 FECHA DE PRESENTACION	
	27-4-77	

14 7 1977

CONCEDIDA
PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
680.633	27-4-76	ESTADOS UNIDOS.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C08L	

54 TITULO DE LA INVENCION
UN METODO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION RESINOSA SIN DISOLVENTE, MUY FLUIDA, UTIL COMO AISLAMIENTO RESINOSO DE UN ELEMENTO O APARATO ELECTRICO AISLADO.

71 SOLICITANTE (S)
WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Westinghouse Building, Gateway Center, Pittsburgh, Pennsylvania 15222, Estados Unidos.

72 INVENTOR (ES)
JAMES DAVID BALCKHALL SMITH y ROBERT NEWELL KAUFFMAN, ambos de nacionalidad estadounidense.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

1 Esta invención se refiere a un aislamiento resinoso
así como a los elementos aislados con una masa curada de di-
cho aislamiento aplicada a los mismos.

5 Para aumentar la estabilidad a alta temperatura y co-
municar mejores propiedades físicas y eléctricas a los siste-
mas de resinas epoxi curadas con aminas, la práctica gene-
ral ha consistido en el campo tecnológico epoxi en utilizar
agentes de curado anhídridos con resinas epoxi, especialmente
10 para las aplicaciones de aislamiento de alto voltaje. La ma-
yoría de las formulaciones de epoxi-anhídrido requieren cura-
dos a temperaturas elevadas y para la mayor parte de las apli-
caciones comerciales es necesario agregar algún material pa-
ra acelerar la velocidad de curado. Por consiguiente, se ha
15 dedicado un gran esfuerzo en los últimos años al desarrollo
de un catalizador o acelerante perfecto para curar las resi-
nas epoxi, especialmente las utilizadas para el aislamiento
de bobinas de alto voltaje, es decir, superior a unos 7000
voltios. En las bobinas de alto voltaje, solamente puede to-
20 lerarse un mínimo absoluto de huecos en el aislamiento re-
sinoso. Por lo tanto, la composición impregnante resinosa apli-
cada debe ser extraordinariamente fluida, sin disolvente y
capaz de gelificar muy rápidamente, de manera que la resina
no escurra fácilmente de la bobina durante la etapa de curado.

25 Las propiedades deseadas para un catalizador o aceleran-
te de este tipo son: debe ser económico y fácilmente asequible;
debe gelificar al sistema de resina epoxi en tiempos inferior-
res a 50 minutos y preferiblemente inferiores a 35 minutos a
135-175°C; debe ser completamente soluble en el sistema de re-
30 sina epoxi-anhídrido a todas las temperaturas; la viscosidad

1 inicial del sistema resinoso catalizado debe ser inferior
a unos 350 cps a 25°C; la duración en almacenamiento del sis-
tema resinoso catalizado debe ser superior a 80 días como
mínimo y preferiblemente a unos 180 días a 25°C, es decir,
5 la viscosidad debe permanecer por debajo de unos 1000 cps
durante este periodo; no debe afectar adversamente a las
propiedades mecánicas del sistema resinoso curado y, después
de curado, el sistema resinoso debe presentar unos valores
del factor de potencia inferiores al 30 % aproximadamente
10 a 150°C.

En los últimos años han aparecido en el mercado diver-
sos catalizadores latentes. Entre ellos se encuentran los ha-
luros de amonio cuaternario como cloruro de benciltrimetilamo-
nio, octoato estannoso, sales de siliconato "extra-coordina-
15 das", borato de trietanolamina, titanato de trietanolamina y
otros diversos quelatos metálicos. Sin embargo, todos estos
materiales dejan de cumplir alguno de los requisitos antes
descritos y han sido rechazados.

20 La patente estadounidense 3.784.583 describe el uso
de una sal de fosfonio cuaternario orgánico como catalizador
latente, para una composición impregnante de epoxi-anhídrido
resinosa, muy fluída y sin disolvente. Aunque la sal de fos-
fonio une a unos excelentes tiempos de gelificación una mag-
nífica duración en almacenamiento, es decir, buena actividad
25 catalítica latente junto con buenas propiedades eléctricas,
el catalizador latente no es fácilmente asequible.

30 La patente estadounidense 2.801.228 describe el uso
de 5 a 40 % en peso de sales metálicas de tautómeros ceto-enó-
licos, como acetilacetato de níquel, como sustituto endure-
cedor de curado de las aminas y anhídridos para las resinas

1
epoxi. La patente estadounidense 2.876.208 describe el uso
de 0,1 a 20 % en peso de acetilacetato de cobre como es-
tabilizante en los sistemas resinosos epoxi-fenólicos.

5
La patente estadounidense 3.812.214 describe curados
catalíticos de sistemas resinosos epoxi relativamente vis-
cosos, con viscosidades iniciales de 375 a 1200 cps a 25°C,
utilizando hasta un 20 % en peso de una combinación de ace-
10 leratora fenólica de resina- endurecedor catalítico acetil-
acetato metálico. Los agentes de curado anhídridos son eli-
minados usando acelerantes fenólicos de la resina y,
empleando hasta 5 % en peso de acetilacetatos metálicos.
Los acetilacetatos útiles pueden contener esencialmente
15 cualquier anión metálico, son fácilmente asequibles y se ca-
racterizan por comunicar una duración en almacenamiento supe-
rior a la de los sistemas que contienen anhídridos o trifluo-
ruro de boro como agentes de curado amínicos.

20
Los sistemas epoxi-anhídridos son todavía muy útiles.
Lo que se necesita es un sistema de resina epoxi mejorado,
que todavía contenga agentes de curado anhídridos pero con
buena duración en almacenamiento y buenas propiedades eléc-
tricas. El sistema epoxi-anhídrido debe ser muy fluido, es
25 decir, debe tener inicialmente una viscosidad inferior a
350 cps a 25°C, para garantizar su utilidad como composición
impregnante para las aplicaciones de alto voltaje, donde es
crítica una impregnación completa de la bobina.

30
En consecuencia, esta invención se refiere a un método
de preparación de una composición resinosa sin disolvente,
muy fluida, caracterizado por mezclar (1) una resina epoxi,
(2) un anhídrido reactivo con la resina epoxi y (3) de 0,002
partes a 1,00 partes por 100 partes en peso de resina epoxi

1 de un acetilacetato metálico por lo menos seleccionado en-
tre acetilacetato de cromo (III), acetilacetato de tita-
nilo, acetilacetato de aluminio (III), acetilacetato de
5 manganeso (III), acetilacetato de cobalto (II), acetilace-
tonato de cobalto (III), acetilacetato de níquel (II),
acetilacetato de vanadio (III), acetilacetato de circo-
nio (IV), acetilacetato sódico (I) y acetilacetato po-
tásico (I), que actúa como catalizador latente, durante un
10 periodo predeterminado, a la temperatura ambiente, dando lu-
gar a una composición con una viscosidad inicial inferior
a 350 cps a 25°C.

La invención también comprende un elemento eléctrico
aislado con una masa curada de aislamiento resinoso aplica-
da al elemento, caracterizado porque el aislamiento está
15 constituido por la resina preparada por el método del último
párrafo anterior, en estado curado.

Se ha descubierto que solamente ciertos acetilacetona-
tos metálicos se comportan como acelerantes latentes de las
resinas epoxi, cuando se utilizan en ciertas proporciones
20 ponderales con un anhídrido reactivo con la resina epoxi.
Una relación ponderal especialmente eficaz de resina epoxi/-
anhídrido/acetilacetato metálico es la de 100:25 a 200:
0,002 a 1,00. Preferiblemente, la resina está constituida por
una mezcla epoxi de baja viscosidad/epoxi de alta viscosidad,
25 con una relación ponderal de 1,0:0,0 a 1,0: 4,0 aproximada-
mente.

Los acetilacetatos metálicos útiles están seleccio-
nados entre el grupo formado por acetilacetato de cromo
(III), que es el material preferido, acetilacetato de ti-
tanilo (TiO), acetilacetato de aluminio (III), acetilace-
30

1 tonato de manganeso (III - mangánico), acetilacetonato de
cobalto (II), acetilacetonato de cobalto (III), acetilace-
tonato de níquel (II), acetilacetonato de vanadio (III),
5 acetilacetonato de circonio (IV), acetilacetonato sódico
(I), acetilacetonato potásico (I) y mezclas de los mismos.
Esto proporciona una composición impregnante y de colada con
una viscosidad inicial de hasta unos 350 cps a 25°C.

10 Se han encontrado excelentes propiedades de almacena-
miento a la temperatura ambiente, es decir, duraciones en
almacenamiento de 80 días como mínimo hasta 1000 cps a 25°C;
por consiguiente, es posible obtener formulaciones de re-
sina de larga duración empleando estos acelerantes latentes.
Las medidas eléctricas sobre el sistema curado dan constantes
15 dieléctricas y valores del factor de potencia muy bajos in-
cluso a temperaturas de hasta 150°C. Las composiciones de epo-
xi-anhídrido que utilizan estos acetilacetonatos metálicos
seleccionados son especialmente útiles como composiciones
que pueden ser aplicadas y fácilmente impregnadas en los
arrollamientos eléctricos de bobinas utilizados en los moto-
20 res eléctricos y generadores aislados de alto voltaje, espe-
cialmente los de paredes esmeriladas envueltas en mica y múl-
tiples capas de aislamiento de mica. También constituye un
útil compuesto de encapsulación o colada para transformadores.

25 Se ha encontrado que ciertos acetilacetonatos metáli-
cos son acelerantes latentes especialmente eficaces para el
curado con anhídrido de las composiciones de revestimiento
epoxi utilizadas en la impregnación y encapsulación de las
bobinas de los dispositivos eléctricos de alto voltaje. A
concentraciones de 0,002 a 1,00 partes aproximadamente de
30 acelerante latente por 100 partes de resina epoxi, son posi-

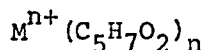
1

bles cortos tiempos de gelificación en una gama de temperaturas de 125 a 175°C. El término "acelerante latente" significa la capacidad de ciertos acetilacetatos metálicos seleccionados de acelerar el curado de los sistemas de epoxi-anhídrido a temperaturas elevadas (v.g. superiores a 100°C) al tiempo que producen poco o ningún curado a la temperatura ambiente, consiguiéndose así buenas propiedades de almacenamiento.

5

Los acetilacetatos metálicos útiles de esta invención pueden ser caracterizados por la siguiente fórmula estructural:

10



15

donde n es 1 a 4, correspondiente a la carga iónica del átomo metálico. M puede ser cromo (III), que es el preferido, óxido de titanio, aluminio (III), manganeso (III - mangánico), cobalto (II), cobalto (III), níquel (II), vanadio (III), circonio (IV), sodio (I) y potasio (I). Estos acetilacetatos particulares pueden ser utilizados solos o en mezclas.

20

Un gran número de acetilacetatos metálicos no son útiles en los sistemas epoxi-anhídrido, comunicando o bien valores del factor de potencia muy malos, largos tiempos de gelificación o solubilidad muy escasa en el sistema resinoso. Entre los acetilacetatos metálicos no útiles se encuentran el acetilacetato ceroso, acetilacetato de manganeso (II - manganeso), acetilacetato de hierro (III), acetilacetato de cobre, acetilacetato de cinc, acetilacetato de uranilo, acetilacetato de torio, acetilacetato de estroncio, acetilacetato de plomo y acetilacetato de berilio.

25

30

En este momento no se sabe con certeza por qué solamen-

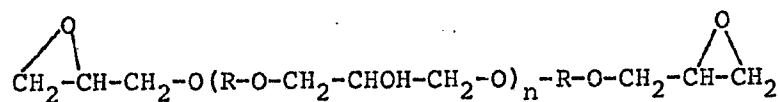
1 te algunos de los acetilacetatos metálicos son acelerantes
latentes tan eficaces para los sistemas impregnantes epoxi-
anhídrido. En algunos casos, especialmente con el acetilace-
5 tonato de plomo, y de forma totalmente inesperada, los tiem-
pos de gelificación de un sistema epoxi-anhídrido disminuyen
varias semanas después de haber agregado el acelerante la-
tente al sistema.

10 Se cree que al cabo de algunos días se forma un comple-
jo o aducto entre el anhídrido y el compuesto de cromo que
abre el anillo del anhídrido, produciendo una especie iónica
activada por el calor, especialmente libre para reaccionar
con el epoxi. La razón por la cual solamente ciertos acetil-
15 acetatos metálicos son útiles con los sistemas del tipo
anhídrido también puede ser debida en parte a la formación
de cierto tipo de complejo o aducto de anhídrido y acetilace-
tonato metálico. Se cree que el mecanismo de curado no es
un curado catalítico, como indica Markovitz anteriormente
mencionado, donde pueden utilizarse grandes cantidades de
20 acetilacetato metálico con un acelerante fenólico de la
resina o solo como único catalizador sino más bien un tipo
de formación de aducto de acetilacetato metálico-epoxi o
anhídrido, seguido de transferencia de protones desde el
aducto a otras moléculas de epoxi o de anhídrido.

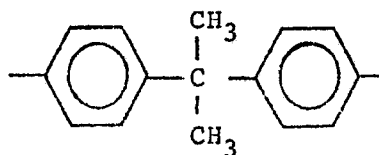
25 Los acetilacetatos metálicos seleccionados útiles
deben mezclarse en proporciones críticas con el sistema
epoxi-anhídrido. Los porcentajes en peso útiles de ingredien-
tes, para obtener un buen compromiso de fluidez, tiempo de
curado, duración en almacenamiento y propiedades eléctricas
y mecánicas es una relación ponderal de epoxi/anhídrido/ace-
30 tilacetato metálico seleccionado comprendida entre 100:25

1 a 200:0,002 a 1,00, con una relación ponderal preferida de
100:75 a 150: 0,01 a 0,50. Empleando más de 1,00 partes del
5 acetilacetato metálico seleccionado por cada 100 partes de
epoxi se produce una pérdida de fluidez y una reducción de
la duración en almacenamiento; por debajo de 0,002 partes
de acetilacetato metálico seleccionado se producen unos
tiempos de gelificación excesivamente prolongados para las
aplicaciones en bobinas de alto voltaje.

10 Un tipo de resina epoxi que puede utilizarse en esta
invención es el que se obtiene por reacción de epíclorhidri-
na con un fenol dihidrico en un medio alcalino, a uncs 50°C,
empleando 1-2 o más moles de epíclorhidrina por mol de fenol
dihídrico. Se continúa calentando durante varias horas para
15 efectuar la reacción y después el producto se lava para li-
berarlo de la sal y de la base. En lugar de ser un solo com-
puesto sencillo, el producto es generalmente una mezcla com-
pleja de poliéteres glicidílicos pero el producto principal
puede ser representado por la fórmula química estructural
siguiente:

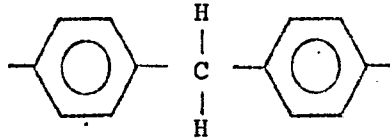


donde n es un número entero de la serie 0, 1, 2, 3,... y R
representa el radical hidrocarbonado divalente del fenol
dihídrico. Típicamente R es:



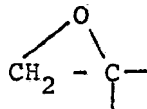
para dar un epóxido tipo éter diglicidílico de bisfenol A

o



1
5 para dar una resina epoxi tipo éter diglicídilico de bisfenol F.

Los epoxi-bisfenoles utilizados en esta invención contienen más de un equivalente 1,2-epoxi. Generalmente son diepóxidos. Por equivalente epoxi entendemos el número promedio de grupos 1,2-epoxi



10 contenido en la molécula media del éter glicídilico. Típicamente, las resinas epoxi-bisfenol se encuentran fácilmente en cantidades comerciales y remitimos a la obra The Handbook of Epoxy Resins, de Lee y Neville, para una descripción completa de su síntesis.

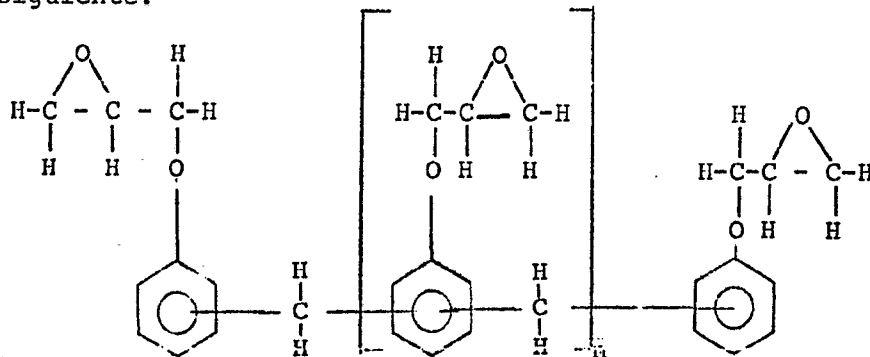
15 OTRAS resinas de éter glicídilico que son útiles en esta invención son los éteres poliglicídilicos de un novolac. Los éteres poliglicídilicos de un novolac adecuados para uso
20 en esta invención se preparan por reacción de una epihalohidrina con condensados de fenol y formaldehído. Aunque las resinas a base de bisfenol contienen como máximo dos grupos epoxi por molécula, los epoxi novolac pueden contener hasta 7 o más grupos epoxi por molécula. Además de fenol,
25 pueden utilizarse como punto de partida para la producción de las resinas de epoxi novolac los alquilfenoles como el o-cresol.

30 El producto de la reacción es generalmente un compuesto aromático resistente a la oxidación masiva, del que un

1

ejemplo está representado por la fórmula estructural química siguiente:

5



donde n es un número entero de la serie 0, 1, 2, 3, etc.

10

Aunque para uso en esta invención se prefieren generalmente las resinas de epoxi - novolac obtenidas a partir de formaldehído, también pueden utilizarse resinas de epoxi - novolac obtenidas a partir de cualquier otro aldehído como, por ejemplo, acetaldehído, cloraldehído, butiraldehído, furfuraldehído, etc. Aunque la fórmula anterior describe un novolac completamente epoxidado, también pueden ser útiles en esta invención otros epoxi - novolac que solamente están parcialmente epoxidados. Un ejemplo de un epoxi - novolac adecuado es el 2,2-bis{p-(2,3-epoxipropoxi)henil}metano. Estas resinas son muy conocidas y remitimos a la obra The Handbook of Epoxy Resins para una descripción completa de su síntesis. Otras resinas epoxi útiles son los ésteres glicídlicos, las resinas de hidantoína - epoxi, las resinas epoxi cicloalifáticas y los ésteres diglicídlicos de dioles alifáticos.

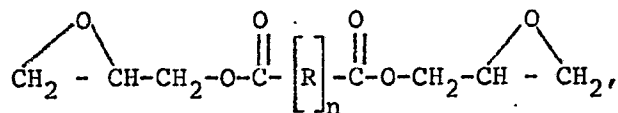
20

25

Las resinas epoxi de éster glicídlico que pueden emplearse en esta invención son epóxidos no éteres glicídlicos que contienen más de un grupo 1,2-epoxi por molécula. Se caracterizan por el empleo del enlace éster, -C(=O)-O-C- , en lugar del éter -O- , y tienen la siguiente fórmula química

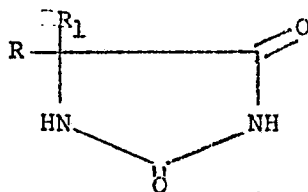
30

ca estructural:

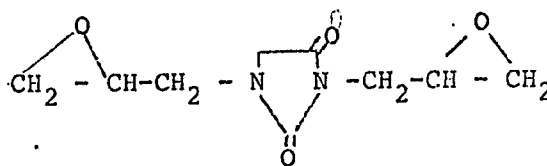


donde R es un radical orgánico seleccionado entre el grupo formado por R', R'-O-R', R'-COO-R' y mezclas de los mismos, donde R' está seleccionado entre el grupo formado por grupos alquilenos, de 1 a 8 átomos de carbono aproximadamente, grupos cicloalquilenos saturados donde el anillo contiene de 4 a 7 átomos de carbono y mezclas de los mismos y n es de 1 a 8 aproximadamente.

Las resinas epoxi de hidantoína que pueden utilizarse en esta invención son a base de hidantoína, un heterociclo nitrogenado de la siguiente estructura:



Puede obtenerse una amplia variedad de compuestos por reacción de las posiciones nitrogenadas del anillo de hidantoína de 5 miembros. El anillo de hidantoína es fácilmente sintetizado a partir de cetonas, cianuro de hidrógeno, amoníaco, dióxido de carbono y agua. Las resinas epoxi se forman mediante reacción de la hidantoína con epíclorhidrina. Los anillos de hidantoína pueden unirse entre sí para formar resinas prolongadas de estructura análoga a la del bisfenol A. También pueden formarse resinas polifuncionales a partir de estos materiales de cadena prolongada por glicidilización de los hidroxilos y de los nitrógenos restantes. Estas resinas de epoxi-glicidilamina heterocíclica pueden ser representadas por la fórmula estructural:



1
5
10
15

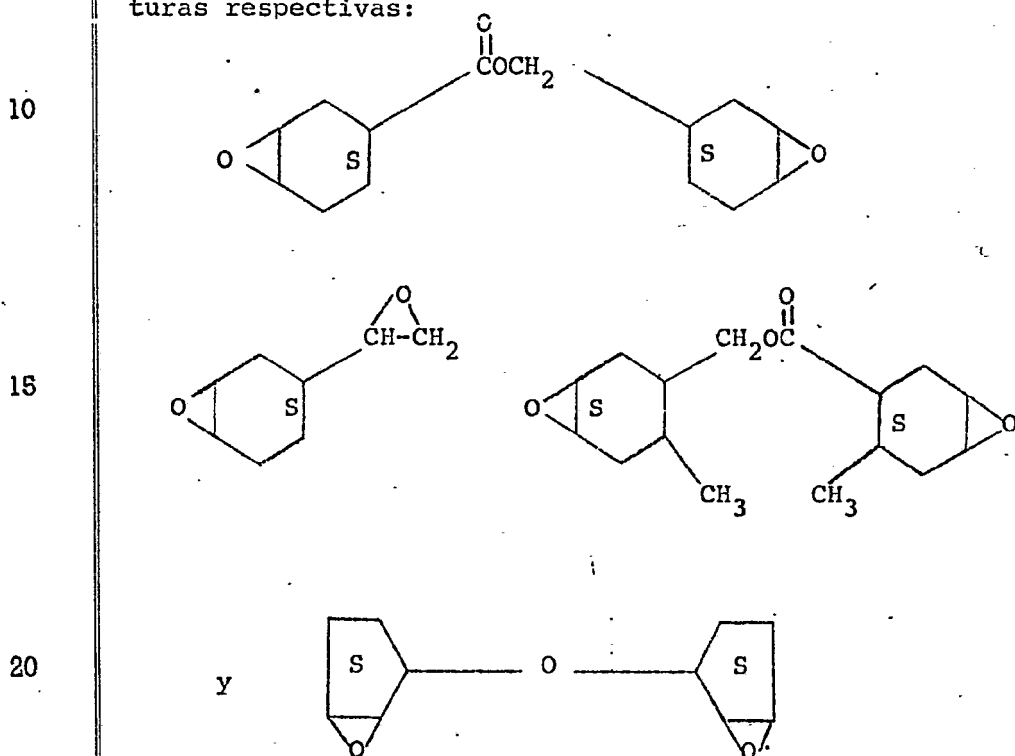
Los epóxidos de tipo cicloalifático empleados como ingrediente resinoso en la invención están seleccionados entre epóxidos de éteres no glicídlicos que contienen más de un grupo 1,2-epoxi por molécula. Estos se preparan generalmente por epoxidación de compuestos hidrocarbonados aromáticos insaturados, como cicloolefinas, empleando peróxido de hidrógeno o perácidos como el ácido peracético y el ácido perbenzoico. Los perácidos orgánicos se preparan generalmente por reacción de peróxido de hidrógeno con ácidos carboxílicos, cloruros de ácido o cetonas, para formar el compuesto R-COOOH. Estas resinas son muy conocidas y remitimos a la obra de Brydson, J., Plastic Materials, 1966, 471, para su síntesis y descripción.

20
25
30

Estos epóxidos cicloalifáticos de éteres no glicídlicos se caracterizan aquí por la ausencia del enlace oxígeno etéreo, es decir -O-, cerca del grupo epóxido y están seleccionados entre los que contienen una estructura cíclica así como más de un grupo epóxido por molécula. El grupo epóxido puede ser parte de la estructura cíclica o puede estar unido a dicha estructura. Estos epóxidos también pueden contener enlaces éster. Estos enlaces éster generalmente no están junto al grupo epóxido y son relativamente no reactivos, por lo tanto, los materiales de este tipo son adecuadamente caracterizados como epóxidos cicloalifáticos. El término "epóxido" en el sentido utilizado aquí es equivalente al término "resina epoxi".

Son ejemplos de epóxidos cicloalifáticos de éteres

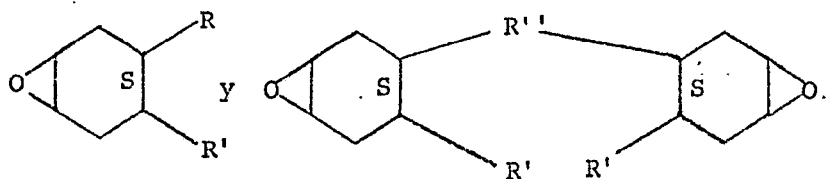
1 no glicidílicos el 3,4-epoxiciclohexanocarboxilato de 3,4-
epoxiciclohexilmetilo (conteniendo dos grupos epóxidos que
forman parte de estructuras cíclicas y un enlace éster); di-
óxido de vinilciclohexeno (conteniendo dos grupos epóxidos,
5 uno de los cuales forma parte de una estructura cíclica);
3,4-epoxi-6-metilciclohexanocarboxilato de 3,4-epoxi-6-metil-
ciclohexilo y dicitclopentadieno, con las siguientes estruc-
turas respectivas:



25 Una característica diferenciadora de muchos de los
epóxidos cicloalifáticos de éteres no glicidílicos es la si-
tuación del grupo o grupos epoxi en una estructura cíclica
en lugar de en una cadena lateral alifática. En general, el
epóxido cicloalifático especialmente útil en esta invención
tendrá la fórmula seleccionada entre el grupo formado por:

30

1



5

donde S es una estructura cíclica saturada, R está seleccionado entre el grupo formado por radicales CHOCH_2 , $\text{O}(\text{CH}_2)_n\text{CHOCH}_2$ y $\text{OC}(\text{CH}_3)_2\text{CHOCH}_2$, donde n es de 1 a 5, R' está seleccionado entre el grupo formado por hidrógeno y radicales metilo, etilo, propilo, butilo y bencilo y R'' está seleccionado entre el grupo formado por radicales CH_2OOC y $\text{CH}_2\text{OOC}(\text{CH}_2)_4\text{COO}$.

10

15

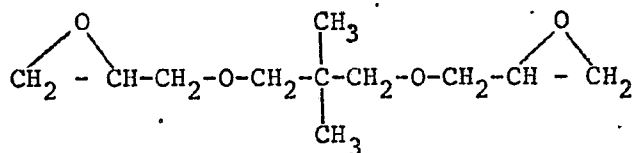
Otras resinas epoxi útiles son los éteres diglicídlicos de un diol alifático de 2 a 12 átomos de carbono. Estas son resinas epoxi de baja viscosidad, habitualmente monómeros. Están incluidos los éteres diglicídlicos de un glicol de 2 a 12 átomos de carbono entre las unidades éter glicídlico, es decir, 2 a 12 átomos de carbono en la unidad glicol, por ejemplo éter diglicídlico de neopentilglicol (DGENPG), éteres diglicídlicos de 1,4-butanodiol, éteres diglicídlicos de etilenglicol y éteres diglicídlicos de poliéterglicoles, tales como, por ejemplo, éteres diglicídlicos de trietilenglicol y éteres diglicídlicos de tetraetilenglicol y sus mezclas.

20

25

El DGENPG es la resina epoxi preferida de este tipo. El DGENPG se prepara mediante un procedimiento en dos etapas. En la etapa inicial reacciona el neopentilglicol con la epíclorhidrina en presencia de BF_3 para producir un intermediario hidroclorado que después se deshidrohalogena con hidróxido sódico o aluminato sódico para dar:

30



(DGENPG)

El uso de éteres diglicidílicos de un diol alifático como único componente resinoso epoxi proporciona composiciones resinosas con viscosidades iniciales a 25°C de solamente 15 a 30 cps aproximadamente. Son extraordinariamente útiles para las aplicaciones a voltajes muy altos, es decir, alrededor de 20.000 a 30.000 voltios, donde deben impregnarse múltiples capas espesas de aislamiento de mica.

Se prefiere utilizar algunos de estos éteres diglicidílicos de dioles alifáticos en combinación con las otras resinas epoxi, porque los epóxidos de dioles alifáticos son todos materiales de baja viscosidad, generalmente entre unos 5 y 60 cps a 25°C y contribuyen a reducir la viscosidad de la composición impregnante de resina. El sistema de resina epoxi puede estar constituido por: (A) una primera resina epoxi de baja viscosidad (entre 5 y 60 cps aproximadamente, a 25°C), es decir, éteres diglicidílicos de dioles alifáticos y (B) una segunda resina epoxi de gran viscosidad (superior a unos 250 cps y generalmente entre unos 250 y unos 20.000 cps a 25°C), es decir, bisfenol A, bisfenol F, novolacs, ésteres glicidílicos, hidantoínas, cicloalifáticos y sus mezclas; en una relación ponderal de resina epoxi de baja viscosidad (éter diglicidílico de un diol alifático)/segunda resina epoxi de gran viscosidad comprendida entre 1,0:0,0 y 1,0:4,0 aproximadamente. El intervalo preferido para la mayoría de las aplicaciones oscilará entre resina epoxi de baja viscosidad/resina epoxi de alta viscosidad

1 comprendido entre 1,0:0,75 y 1,0:1,25 aproximadamente.

5 Todas estas resinas epoxi pueden caracterizarse haciendo referencia a su peso equivalente epoxi, que se define como el peso molecular medio de la resina particular dividido por el número medio de radicales epoxi por molécula. En esta invención, todas las resinas epoxi adecuadas tienen un peso equivalente epoxi preferido comprendido entre 100 y 500 aproximadamente, siendo los límites más preferidos alrededor de 150 a 250.

10 Los anhídridos de ácidos carboxílicos orgánicos que reaccionan con el epoxi, que han de ser utilizados en la puesta en práctica de esta invención, son los anhídridos orgánicos convencionales monofuncionales y polifuncionales. Son típicos de los anhídridos monofuncionales el anhídrido hexahidroftálico, anhídrido 1-metilhexahidroftálico, anhídrido tetrahidroftálico, anhídrido 1-metiltetrahidroftálico, anhídrido ftálico, anhídrido NADIC, metilanhídrido NADIC, anhídrido dodecenilsuccínico y similares. Los anhídridos polifuncionales que pueden utilizarse son el dianhídrido piro-
20 melítico, polianhídrido poliazelaico, el producto de reacción del anhídrido trimelítico con un glicol y un dianhídrido del ácido benzofenontetracarboxílico. Estos anhídridos orgánicos pueden utilizarse solos o en mezcla. El contenido total de anhídrido de la mezcla de epoxi - anhídrido debe estar comprendido entre 0,5 y 1,5 equivalentes de anhídrido
25 aproximadamente por cada equivalente epoxi.

30 Para diferentes aplicaciones especiales, cabe considerar que las resinas epoxi no modificadas presentan ciertos inconvenientes. Estos inconvenientes pueden ser su elevado precio de coste y una rigidez excesiva para aplicacio-

1 nes específicas. Las resinas epoxi pueden ser modificadas
por incorporación de diluyentes de epóxidos, flexibilizantes
y cargas. Pueden emplearse cantidades efectivas de un dilu-
yente reactivo de epóxidos, generalmente alrededor de 10 a
5 25 partes por 100 partes de las resinas epoxi antes enumera-
das, para contribuir todavía más a reducir la viscosidad del
sistema mezclado. Pueden utilizarse diluyentes como, por ejem-
plo, éter fenilglicídílico, éter butilglicídílico, éter al-
quilglicídílico, dióxido de vinilciclohexanona, dióxido de
10 endo-diciclo-pentadiona, óxido de octileno y sus mezclas.

También pueden utilizarse en pequeñas cantidades,
hasta unas 40 partes por 100 partes de resina epoxi, exten-
dedores constituidos por aceites naturales epoxidados, tales
como aceites de linaza o de soja epoxidados, epoxitalato de
15 octilo y plastificantes reactivos tales como los ftalatos y
fosfatos convencionales, para comunicar mayor flexibilidad.
Pueden utilizarse agentes tixotrópicos, como SiO_2 y asbесто
en la composición gelificada y pigmentos como TiO_2 como
auxiliares para fluidificar la composición o intensificar
20 los tonos de color de las resinas curadas. Análogamente,
pueden emplearse en proporciones de hasta unas 100 partes
por 100 partes de resina epoxi, diversas cargas inorgánicas
en partículas como sílice, cuarzo, alúmino-silicato de beri-
lio, alúmino-silicato de litio y sus mezclas, con tamaños
25 de partícula medios comprendidos aproximadamente entre 10 y
300 micras, para mejorar las propiedades eléctricas de la
formulación de resina.

En la Figura 1 se observa una vista plana de una bo-
bina completa cerrada 10, preparada de acuerdo con esta in-
vención, para inserción en una máquina eléctrica aislada,
30

1 de alto voltaje, tal como un motor eléctrico o generador
aislado de alto voltaje. La bobina completa se dispone den-
tro de las ranuras del estator que rodea a la armadura metá-
lica del motor o en el rotor del generador. La bobina com-
5 pleta está constituida por una porción terminal que compren-
de una tangente 12, un circuito de conexión 14 y otra tangen-
te 16 que son conductores 18 desnudos que se extienden a par-
tir de la bobina. Las porciones de ranura 20 y 22 de la bo-
bina, que algunas veces son prensadas en caliente para precu-
10 rar la resina y darles una forma y un tamaño predeterminado,
están conectadas a las tangentes 12 y 16, respectivamente.
Estas porciones de ranura están conectadas a otras tangentes
24 y 26 conectadas a través de otro circuito 28. En general,
las bobinas del generador son impregnadas y después prensa-
15 das en caliente antes de su arrollamiento; generalmente las
bobinas de motores son post-impregnadas "in situ".

Las bobinas se colocan en las ranuras del estator de
una máquina eléctrica y después se arrollan los cables ter-
minales y se unen. Después los conductores no aislados se
20 sueldan o se conectan de alguna otra forma entre sí o con el
conmutador. En el caso de un motor, generalmente todo el mo-
tor conteniendo las bobinas se introduce en un baño de impreg-
nación que contiene la resina impregnante de esta invención
y se impregna a vacío. A continuación se saca el motor impreg-
nado del tanque de impregnación, se escurre, se introduce en
25 una estufa y se calienta a una temperatura suficiente para
curar la composición completamente reactiva depositada sobre
las bobinas.

En un motor o generador de corriente alterna de alto
30 voltaje, la bobina puede estar constituida por una multiplici-

1 dad de espiras de conductores eléctricos metálicos, redondos
o rectangulares, estando constituida cada espira del conduc-
tor esencialmente por una tira 30 de cobre o aluminio envuel-
ta en un aislamiento de espiras 31, como se observa en la
5 perspectiva fragmentada de la Figura 2. El aislamiento de
espira 31 estará dispuesto entre las tiras conductoras 30 y
la cinta de mica 32 y generalmente se prepara a partir de
una lámina o tira fibrosa impregnada con un aislamiento re-
sinoso.

10 Aunque el aislamiento de espira puede estar consti-
tuido solamente por un recubrimiento de barniz o resina no
curado, también puede estar constituido por un arrollamiento
de material fibroso tratado con una resina curada. Pueden
utilizarse con resultados igualmente satisfactorios el te-
15 jido de fibra de vidrio, el papel de asbesto o el papel de
mica tratados con una resina curada. La resina aplicada a
los aislamientos de espiras puede ser una resina fenólica,
una resina alquídica, una resina de melamina o similares.

20 El aislamiento de espira generalmente no es adecuado
para resistir los severos gradientes de voltaje que aparecen
entre el conductor y tierra cuando la espira se instala en un
motor o generador de corriente alterna de alto voltaje. Por
lo tanto, el aislamiento de tierra de la bobina se consigue
mediante la cinta de mica 32, que mantiene unida toda la bo-
25 bina de conductores eléctricos. Preferiblemente se arrolla
una multiplicidad de capas de cinta de mica combinada 32,
que puede estar constituida por escamillas de mica 36 unidas
a un material flexible 34, alrededor de la bobina para unir
entre sí los conductores eléctricos, empleándose 16 o más ca-
30 pas para las bobinas de los generadores de alto voltaje. Alre-

1 cladora de pintura durante unos 5 minutos. La viscosidad
inicial de la muestra es alrededor de 80 cps a 25°C. Al ca-
bo de unas 4 horas, se vierten muestras de 10 g en placas
5 de aluminio planas de 2" (51 mm) de diámetro, cubiertas con
un vidrio de reloj. Algunas de estas muestras se introducen
en una estufa de corriente forzada a 150°C y otras en una
estufa de corriente forzada a 175°C. Todas las muestras se
examinan cada 10 a 20 minutos para registrar el tiempo de
10 gelificación. El tiempo de gelificación aproximado se con-
sidera que es el tiempo transcurrido hasta que la formula-
ción comienza a solidificar.

Se determinan las propiedades de almacenamiento de
la formulación midiendo las viscosidades a 25°C en viscosí-
metros tubulares de burbuja Gardner-Holdt (ASTM designación
15 D154-56). Las medidas se toman habitualmente a intervalos
de una semana. Se considera que la duración en almacenamien-
to (duración en el bote) de estas formulaciones ha termina-
do cuando la viscosidad llega a un valor de 1000 cps a 25°C.
Por encima de unos 1000 cps sería difícil impregnar comple-
tamente las bobinas de alto voltaje.
20

Para evaluar el efecto de los acelerantes sobre las
propiedades eléctricas de la resina curada, se curaron pie-
zas coladas de 2" (51 mm) de diámetro x 1/8" (3,2 mm) a
1/4" (6,4 mm) de espesor en una estufa utilizando un ciclo
25 de calefacción de 16 horas a 150°C y se obtuvieron los facto-
res de potencia a 60 Hz ($100 \times \tan \delta$) y los valores de la
constante dieléctrica ϵ' a 150°C (ASTM designación D150-65T).
Los resultados de estos ensayos se encuentran en la Tabla I.
30

TABLA I

Acetilacetato metálico	Tiempo de gelificación (min.)		Duración en el bote, (días)	Propiedades eléctricas a 150°C		
	150°C	175°C		Espesor, pulgadas (mm)	100 tangos	
	ε'					
1	35 a 45	15	200	0,24(0,61)	4,3	7,4
5	20 a 25	15	200	0,24(0,61)	4,3	7,4
	35 a 40	30 a 35	110	0,23(0,58)	2,4	6,7
	35 a 40	* 30 a 35	95	0,22(0,56)	2,5	6,9
	60 a 90	40 a 45	160	0,20(0,51)	5,3	7,4
	50 a 55	35 a 4	130	0,21(0,53)	2,8	6,6
10	80 a 90	25 a 35	200	0,20(0,51)	2,2	6,9
	60 a 90	45 a 50	90 ⁺	0,19(0,48)	2,2	6,7
	70 a 80	40 a 45	90 ⁺	0,10(0,25)	1,8	6,5
	50 a 55	30 a 35	90 ⁺	0,11(0,28)	4,7	7,6
	35 a 40	20 a 25	90 ⁺	0,12(0,30)	12,0	7,9
15	25 a 30	15 a 20	90 ⁺	0,12(0,30)	27,0	8,4
	35 a 40	15 a 25	90 ⁺	0,27(0,69)	7,0	6,9
	75 ⁺	50 a 55	C	0,16(0,41)	8,0	6,9
	75 ⁺	50 a 55	C	0,23(0,58)	1,8	7,1
20	75 ⁺	90 a 100	C	0,21(0,53)	310,0	19,0
	35 a 45	20 a 25	50	0,23(0,58)	112,0	9,8
	60 a 65	50 a 55	C	C	C	C
	100 a 110	60 a 65	C	C	C	C
	100 a 110	70 a 80	C	C	C	C
25	75 ⁺	55 a 65	C	0,16(0,41)	43,0	6,8
	15 ⁻	15 ⁻	10	0,10(0,25)	1,6	6,4
	10	10	4	0,13(0,33)	15,0	7,9
	100 a 110	60 a 65	90 ⁺	-	-	-

1

5

10

15

20

25

30

1

TABLA I

	Acetilacetonato metálico	Tiempo de gelificación (min.)		Duración en el bote, (días) 25°C	Es ga
		150°C	175°C		
	cromo (III)	35 a 45	15	200	
5	cromo (III) ^a	20 a 25	15	200	
	titanilo (TiO)	35 a 40	30 a 35	110	
	aluminio (III)	35 a 40	30 a 35	95	
	manganeso (III)	60 a 90	40 a 45	160	
	cobalto (II)	50 a 55	35 a 4	130	
10	cobalto (III)	80 a 90	25 a 35	200	
	níquel (II)	60 a 90	45 a 50	90 ⁺	
	vanadio (III)	70 a 80	40 a 45	90 ⁺	
	circonio (IV)	50 a 55	30 a 35	90 ⁺	
	sodio (I)	35 a 40	20 a 25	90 ⁺	
15	potasio (I)	25 a 30	15 a 20	90 ⁺	
	cromo (III) ^b	35 a 40	15 a 25	90 ⁺	
	*ceroso ^c	75 ⁺	50 a 55	C	
	*magnesio ^c	75 ⁺	50 a 55	C	
20	*cobre ^c	75 ⁺	90 a 100	C	
	*cinc ^c	35 a 45	20 a 25	50	
	*torio ^c	60 a 65	50 a 55	C	
	*estroncio ^c	100 a 110	60 a 65	C	
	*plomo ^c	100 a 110	70 a 80	C	
25	*manganeso (II) ^c	75 ⁺	55 a 65	C	
	*hierro	15 ⁻	15 ⁻	10	
	*uranilo (VO ₂)	10	10	4	
	*berilio	100 a 110	60 a 65	90 ⁺	
30					

TABLA I

Cura- ción (min.) 175°C	Duración en el bote, (días) 25°C	Propiedades eléctricas a 150°C		
		Espesor, pul- gadas (mm)	100 tangδ	ε'
15	200	0,24 (0,61)	4,3	7,4
15	200	0,24 (0,61)	4,3	7,4
30 a 35	110	0,23 (0,58)	2,4	6,7
30 a 35	95	0,22 (0,56)	2,5	6,9
40 a 45	160	0,20 (0,51)	5,3	7,4
35 a 4	130	0,21 (0,53)	2,8	6,6
25 a 35	200	0,20 (0,51)	2,2	6,9
45 a 50	90 ⁺	0,19 (0,48)	2,2	6,7
40 a 45	90 ⁺	0,10 (0,25)	1,8	6,5
30 a 35	90 ⁺	0,11 (0,28)	4,7	7,6
20 a 25	90 ⁺	0,12 (0,30)	12,0	7,9
15 a 20	90 ⁺	0,12 (0,30)	27,0	8,4
15 a 25	90 ⁺	0,27 (0,69)	7,0	6,9
50 a 55	C	0,16 (0,41)	8,0	6,9
50 a 55	C	0,23 (0,58)	1,8	7,1
90 a 100	C	0,21 (0,53)	310,0	19,0
20 a 25	50	0,23 (0,58)	112,0	9,8
50 a 55	C	C	C	C
60 a 65	C	C	C	C
70 a 80	C	C	C	C
55 a 65	C	0,16 (0,41)	43,0	6,8
15	10	0,10 (0,25)	1,6	6,4
10	4	0,13 (0,33)	15,0	7,9
60 a 65	90 ⁺	-	-	-

TABLA I (continuación)

Acetilacetato metálico	Tiempo de gelificación (min.)		Duración en el bote (días)	Propiedades eléctricas a 150°C	
	150°C	175°C		Espesor, pulgadas (mm)	100 tangδ
circonio (IV) ^d	20 a 30	15	80	0,27 (0,68)	4,8 5,7
* circonio (IV) ^e	20	15	6	0,29 (0,74)	7,1 6,9
aluminio (III) ^d	20 a 30	15	90 ⁺	0,28 (0,71)	4,7 6,4
cromo (III) ^f	35 a 40	15 a 25	90 ⁺	0,27 (0,69)	14,5 6,9
cromo (III) ^g	55 a 60	25 a 35	90 ⁺	0,27 (0,69)	5,4 7,2
cromo (III) ^h	60	25 a 35	90 ⁺	0,26 (0,66)	5,8 6,7

a envejecido 2 semanas

b resina epoxi de hidantoína en lugar del bisfenol A en la mezcla resinosa

c solubilidad escasa o parcial

d solubilidad escasa o parcial

e resina epoxi cicloalifática empleada en lugar de bisfenol A en la mezcla resinosa

f resina epoxi cicloalifática empleada en lugar del bisfenol A con adición de un acelerante fenólico de la resina a la mezcla resinosa

g resina epoxi de bisfenol F empleada en lugar de bisfenol A en la mezcla resinosa

h mezcla de resina epoxi de bisfenol A e hidantoína en la mezcla resinosa

* se utiliza un éter diglicídico de un diol alifático como resina

ejemplos comparativos

1

TABLA I (continuación)

	Acetilacetato metálico	Tiempo de gelificación (min.)		Duración en el bote, (días) 25°C	E
		150°C	175°C		
5	circonio (IV) ^d	20 a 30	15 ⁻	80	0
	*circonio (IV) ^e	20 ⁻	15 ⁻	6	0
	aluminio (III) ^d	20 a 30	15 ⁻	90 ⁺	0
	romo (III) ^f	35 a 40	15 a 25	90 ⁺	0
10	romo (III) ^g	55 a 60	25 a 35	90 ⁺	0
	romo (III) ^h	60	25 a 35	90 ⁺	0

- a envejecido 2 semanas
- b resina epoxi de hidantoína en lugar del bisfenol A en la mezcla resina
- c solubilidad escasa o parcial
- 15 C solubilidad escasa o parcial
- d resina epoxi cicloalifática empleada en lugar de bisfenol A en la mezcla
- e resina epoxi cicloalifática empleada en lugar del bisfenol A con adición a la mezcla resinosa
- f resina epoxi de bisfenol F empleada en lugar de bisfenol A en la mezcla resinosa
- 20 g mezcla de resina epoxi de bisfenol A e hidantoína en la mezcla resinosa
- h se utiliza un éter diglicídico de un diol alifático como resina
- * ejemplos comparativos

25

30

TABLA I (continuación)

Cura (min.) 75°C	Duración en el bote, (días) 25°C	Propiedades eléctricas a 150°C		
		Espesor, pul- gadas. (mm)	100 tan δ	ϵ'
15 ⁻	80	0,27 (0,68)	4,8	5,7
15 ⁻	6	0,29 (0,74)	7,1	6,9
15 ⁻	90 ⁺	0,28 (0,71)	4,7	6,4
15 a 25	90 ⁺	0,27 (0,69)	14,5	6,9
25 a 35	90 ⁺	0,27 (0,69)	5,4	7,2
25 a 35	90 ⁺	0,26 (0,66)	5,8	6,7

sfenol A en la mezcla resinosa

gar de bisfenol A en la mezcla resinosa

gar del bisfenol A con adición de un acelerante fenólico de la resina

de bisfenol A en la mezcla resinosa

lanolina en la mezcla resinosa

l alifático como resina

EJEMPLO 2

1 Se prepara una formulación de resina utilizando los
mismos ingredientes y cantidades que en el Ejemplo 1 pero
5 las muestras se dejan envejecer durante 2 semanas. Los ensa-
yos se realizan como en el Ejemplo 1. La viscosidad inicial
de la muestra es alrededor de 80 cps a 25°C. Los resultados
de estos ensayos están registrados en la Tabla I.

EJEMPLO 3

10 Se preparan formulaciones de resina utilizando los
mismos ingredientes y cantidades que en el Ejemplo 1, a excep-
ción de que se utilizaron los siguientes acetilacetatos
metálicos diferentes (para obtener, en todos los casos, una
relación ponderal de resina epoxi/anhídrido/acetilacetato
15 metálico seleccionado de 100:105:0,20): acetilacetato de
titanilo (TiO) (oxiacetilacetato de titanio), acetilacetato
de aluminio (III), acetilacetato de manganeso (III - man-
gánico), acetilacetato de cobalto (II), acetilacetato de
cobalto (III), acetilacetato de níquel (II), acetilacetato
20 de vanadio (III), acetilacetato de circonio (IV), acetil-
acetato sódico (I) y acetilacetato potásico (I). Al cabo
de unas 4 horas, las muestras se ensayaron como en el Ejem-
plo 1. La viscosidad inicial de todas las muestras fué infe-
rior a 100 cps a 25°C. Los resultados de estos ensayos se en-
cuentran en la Tabla I.

EJEMPLO 4

25 Se prepara una formulación de resina utilizando los
mismos ingredientes que en el Ejemplo 1 a excepción de que en
lugar de la resina epoxi de bisfenol A se utiliza una resina lí-
quida epoxi de hidantoina con un peso equivalente epoxi de
30 130 a 145 y una viscosidad a 25°C de unos 1500 a 2500 cps (ver-

1 dida comercialmente por Ciba Geygy Co. bajo el nombre comercial de Aracast 2793). Las relaciones ponderales de los componentes son de 100:105:0,10. Al cabo de unas 4 horas, la muestra se ensaya como en el Ejemplo 1. La viscosidad inicial
5 de la muestra es inferior a 100 cps a 25°C. Los resultados de estos ensayos se encuentran en la Tabla I.

EJEMPLO 5

Como ejemplo comparativo, se preparan formulaciones de resina utilizando los mismos ingredientes epoxi y anhídrido
10 y las mismas cantidades que en el Ejemplo 1, a excepción de que se emplean los siguientes acetilacetatos metálicos (para obtener, en todos los casos, una relación ponderal de resina epoxi/anhídrido/acetilacetato metálico de 100:105:0,10):
15 acetilacetato ceroso, acetilacetato de manganeso, acetilacetato magnésico, acetilacetato de cobre, acetilacetato de cinc, acetilacetato de torio, acetilacetato de estroncio, acetilacetato de plomo, acetilacetato de manganeso (II - manganeso) (todos los cuales son poco solubles, es decir, cuando se agregan en una relación ponderal de 0,10 partes por 100 partes de resina epoxi, se disuelve menos del
20 50 % en peso de cada acetilacetato en la formulación de resina), acetilacetato de hierro, acetilacetato de uranilo (UO₂) y acetilacetato de berilio. Al cabo de unas 4 horas, las muestras se ensayan como en el Ejemplo 1.

25 Los resultados de estos ensayos se encuentran en la Tabla I, donde puede observarse que todas estas muestras presentan tiempos de gelificación prolongados, es decir, superiores a 50 minutos a 175°C, excepto los acetilacetatos de cinc, hierro y uranilo, que tienen duraciones en el bote cortas de
30 50 días, 10 días y 4 días, respectivamente. La mayoría de las

1 muestras con tiempos de gelificación prolongados eran solo
parcialmente solubles en la formulación de resina. Ninguno
de estos acetilacetatos metálicos se consideró útil en una
combinación de composición impregnante de epoxi-anhídrido
5 que hubiera de ser utilizada para el aislamiento de elementos
eléctricos que habrían de estar sometidos a altos voltajes,
tales como bobinas de alto voltaje para transformadores.

EJEMPLO 6

10 Para demostrar la utilidad de otras resinas epoxi,
se preparó una formulación de resina epoxi cicloalifática con-
teniendo 100 g de resina epoxi cicloalifática de 3,4-epoxiciclo-
hexanocarboxilato de 3,4-epoxiciclohexilmetilo, con un peso
equivalente epoxi de 133 y una viscosidad a 25°C de 350 a
15 450 cps (vendida comercialmente por Union Carbide Co. como
ERL-4221), 100 g de resina epoxi de eter diglicidílico de neopen-
tilglicol, 220 g de anhídrido 1-metiltetrahidroftálico y 0,2 g
de acetilacetato de circonio (para obtener una relación pon-
deral de epoxi cicloalifático/anhídrido/diluyente reactivo/ace-
20 tilacetato metálico seleccionado de 100:105:0,12. Al cabo
de unas 4 horas, la muestra se ensayó como en el Ejemplo 1. La
viscosidad inicial de la muestra es alrededor de 100 cps a
25°C. Los resultados de estos ensayos se encuentran en la Ta-
bla I.

EJEMPLO 7

25 Como ejemplo comparativo, se preparó una formulación
de resina utilizando los mismos ingredientes y cantidades que
en el Ejemplo 6, a excepción de que se utilizaron 5 partes del
acelerante fenólico de resina catecol por cada 200 partes de
30 la mezcla de resina epoxi. Al cabo de unas 4 horas, la muestra

1 se ensayó como en el Ejemplo 1. La viscosidad inicial de la
muestra era alrededor de 60 cps. a 25°C. Los resultados de
estos ensayos se encuentran en la Tabla I, donde puede verse
5 que la adición del acelerante fenólico de la resina reduce
drásticamente la duración en el bote.

EJEMPLO 8

Se prepara una formulación de resina utilizando los
mismos ingredientes y cantidades que en el Ejemplo 6, a excep-
10 ción de que el acetilacetato de circonio se sustituye por
acetilacetato de aluminio. Los resultados de estos ensayos
se encuentran en la Tabla I.

EJEMPLO 9

15 Para poner de manifiesto la utilidad de otras resinas
epoxi, se preparó una serie de formulaciones. Se prepara una
formulación de resina utilizando los mismos ingredientes y can-
tidades que en el Ejemplo 1 a excepción de que se utilizan
0,10 g de acetilacetato de cromo (III) y una resina epoxi
líquida de éter diglicídilico de bisfenol F, con un peso
20 equivalente epoxi de 160 a 170 y una viscosidad a 25°C de 3200
a 3600 cps (vendida comercialmente por Dow Chemical Co. bajo
el nombre de XD-7818) en lugar del epoxi de bisfenol A. De esta
forma se obtuvo una relación ponderal de resina epoxi/anhídri-
do/acetilacetato de cromo de 100:105:0,10. Al cabo de unas
4 horas, la muestra se ensaya como en el Ejemplo 1. La viscosi-
25 dad inicial de la muestra es alrededor de 70 cps a 25°C. Los
resultados de estos ensayos se encuentran en la Tabla I.

EJEMPLO 10

30 Se prepara una formulación de resina utilizando los
mismos ingredientes y cantidades que en el Ejemplo 9, a excep-
ción de que en lugar del bisfenol A se emplea una mezcla de re-

1 sina epoxi de bisfenol A e hidantoína. La mezcla epoxi de
bisfenol A-hidantoína tiene un peso equivalente epoxi de
5 155 a 165 y una viscosidad a 25°C de 4500-5500 cps (vendi-
da comercialmente por Ciba Geigy Co. bajo el nombre comercial
de Aracast XB-2826). También se utilizó una cantidad ligera-
mente mayor de anhídrido. Así se obtuvo una relación ponderal
de resina epoxi/anhídrido/acetilacetato de cromo de 100:120:
10 0,10. Al cabo de unas 4 horas, la muestra se ensayó como en
el Ejemplo 1. La viscosidad inicial de la muestra es alrede-
dor de 50 cps a 25°C. Los resultados de estos ensayos se en-
cuentran en la Tabla 1.

EJEMPLO 11

15 Se prepara una formulación de resina utilizando los
mismos ingredientes y cantidades que en el Ejemplo 9 a excep-
ción de que la resina epoxi está constituida solamente por
100 g de éter neopentildiglicídilico sin epoxi-bisfenol A. De
esta forma se obtiene una relación ponderal de resina epoxi
de éter diglicídilico de un diol alifático de baja viscosidad/
20 anhídrido/acetilacetato de cromo de 100:120:0,10. Al cabo
de unas 4 horas, la muestra se ensaya como en el Ejemplo 1.
La viscosidad inicial de la muestra es alrededor de 20 cps a
25°C. Los resultados se encuentran en la Tabla I. Como puede
25 verse, esta formulación proporciona no solamente buenas propie-
dades eléctricas, de duración en el bote y de tiempo de geli-
ficación sino también unas viscosidades iniciales extraordina-
riamente bajas. Esta resina sería especialmente útil para apli-
caciones de impregnación a voltajes muy altos, donde deben ser
atravesadas hasta 10 a 16 capas de papel de mica o de cinta de
30 mica.

Como puede deducirse de los resultados de la Tabla I,

1 algunos acetilacetatos (cobre, cinc y manganeso (II)) pre-
sentan valores muy bajos del factor de potencia, comunican-
do malas propiedades aislantes para las aplicaciones a altos
5 voltajes. Un gran número de acetilacetatos (ceroso, mag-
nesio, cobre, cinc, torio, estroncio, plomo y manganeso)
son sólo parcialmente solubles en el sistema epoxi-anhídri-
do cuando se agregan a razón de 0,10 partes por 100 partes
de epoxi y la mayoría de ellos, y también el de berilio, pre-
sentan unos tiempos de gelificación extraordinariamente pro-
10 longados a 150°C, de forma que es probable la formación de
huecos en el aislamiento de las bobinas durante la operación
de curado, con el consiguiente comportamiento deficiente en
las aplicaciones a alto voltaje.

15 Algunos acetilacetatos (hierro y uranilo) presen-
tan excelentes valores del factor de potencia a 150°C y tiem-
pos de gelificación excelentes a 150°C pero solamente son es-
tables durante una semana o así y por lo tanto no son espe-
cialmente útiles a escala industrial. De los acetilacetona-
20 tos metálicos ensayados y restantes, todos son útiles con el
sistema epóxido-anhídrido como aislamiento para elementos y
dispositivos de alto voltaje, especialmente los de cromo
(III), manganeso (III) y cobalto (III). La Tabla I también
demuestra que son útiles las resinas de hidantoína, cicloali-
fáticas y de bisfenol F, las mezclas de resinas epoxi de bis-
25 fenol A e hidantoína y las resinas epoxi que contienen todos
los éteres diglicídicos de un diol alifático y que los ace-
lerantes fenólicos de las resinas no lo son.

30 La Figura 3 es un gráfico del tiempo de almacena-
miento en función de la viscosidad de los acelerantes laten-
tes preferidos, a saber acetilacetatos de hierro y cinc.

1 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Un método de preparación de una composición resi-
nosa sin disolvente, muy fluida, útil como aislamiento resi-
noso de un elemento o aparato eléctrico aislado, caracteriza-
do por hacer reaccionar (1) 100 partes en peso de una resi-
na constituida por una primera resina epoxi formada por un
10 éter diglicidílico de un diol alifático que tiene una vis-
cosidad de entre 5cps. y 60 cps. a 25°C y una segunda resi-
na epoxi en forma de por lo menos por una resina epoxi de
bisfenol A, una resina epoxi de bisfenol F, una resina epo-
xi de novolac, una resina epoxi de éster glicidílico, una
15 resina epoxi de hidantoina y una resina epoxi cicloalifáti-
ca, donde la relación ponderal de éter diglicidílico de un
diol alifático a segunda resina epoxi está comprendida entre
1,0:0,0 a 1,0:4,0 con (2) 25 a 200 partes en peso de un anhí-
drido de un ácido carboxílico orgánico y (3) 0,002 partes a
20 1,00 partes de un catalizador latente en forma de por lo me-
nos un acetilacetato de cromo (III), acetilacetato de
titanilo, acetilacetato de aluminio (III), acetilacetato
de manganeso (III), acetilacetato de cobalto (II), aceti-
lacetonato de cobalto (III), acetilacetato de níquel (II),
25 acetilacetato de vanadio (III), acetilacetato de circo-
nio (IV), acetilacetato sódico (I) y acetilacetato po-
tásico (I), teniendo la composición resinosa una viscosidad
inicial inferior a 350 cps. a 25°C, un período útil de alma-
cenamiento de por lo menos 80 días a 1000 cps. a 25°C y op-
cionalmente puede contener hasta 100 partes de partículas
de carga.

1 2. Un método según la reivindicación 1, caracteriza-
do porque las resinas epoxi tienen un peso equivalente epoxi de 100 a 500 siendo la relación de éter diglicídílico de un dio alifático a segunda resina epoxi de 1,0:0,75 a
5 1,0:1,25 y se agregan 0,002 a 0,50 partes de acétilacetato de cromo (III) por cada 100 partes de resina epoxi.

 3. Un método según las reivindicaciones 1 ó 2 caracterizado porque la segunda resina epoxi tiene una viscosidad de 250 a 20.000 cps. a 25°C.

10 4. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 2 y 3, caracterizado porque el éter diglicídílico de un diol alifático es por lo menos un éter seleccionado entre el grupo formado por éter diglicídílico de neopentilglicol, éter diglicídílico de 1,4-butanodiol, éter diglicídílico de etilenglicol y éter diglicídílico de polietilenglicol.

15 5. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque las partículas de carga tienen un tamaño medio de partícula de 10 a 300 micras.

20 6. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por:
UN METODO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION RESINOSA SIN DI
SOLVENTE, MUY FLUIDA, UTIL COMO AISLAMIENTO RESINOSO DE UN
ELEMENTO O APARATO ELECTRICO AISLADO.

25

30

1

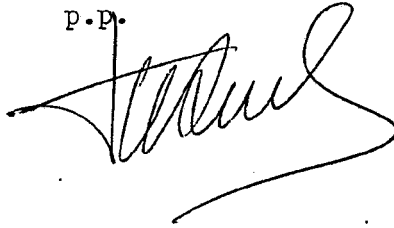
Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva, que consta de treinta y tres páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

5

Madrid, 27 de abril 1.977

BERNARDO UNGRIA

P.P.



10

15

20

25

30

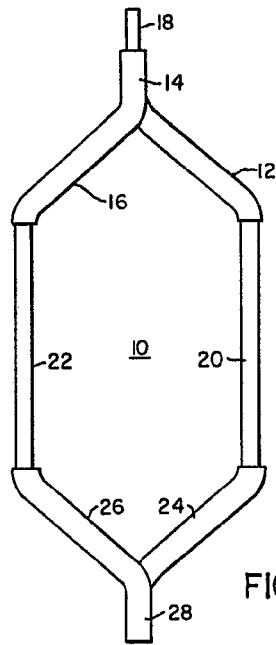


FIG. 1

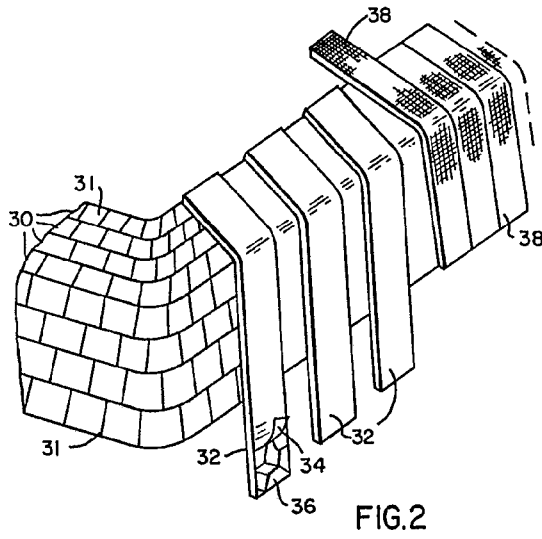


FIG. 2

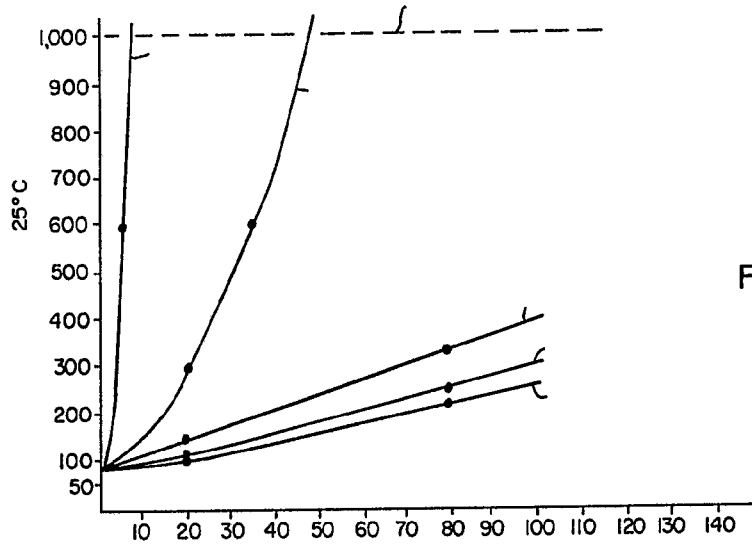


FIG. 3

ESCALA VARIABLE
Madrid, 27 de abril de 1.977
BERNARDO UNGRIA
P.P.