

ES

11
21

NUMERO

470.588

A1

FECHA DE PRESENTACION

7-6-78

ah



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		

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

54 TITULO DE LA INVENCION
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION RESINOSA.

71 SOLICITANTE (ES)
MITSUBISHI DENKI KABUSHIKI KAISHA

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
2-3, Marunochi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo - JAPON

72 INVENTOR (ES)
Akira Fukami y Hiroyuki Nakajima, de nacionalidad japonesa.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

1 eléctricas, estabilidad dimensional y resistencia química
adecuadas en diversos campos; sin embargo, la resistencia al
calor de la resina epoxi no es satisfactoria.

5 Por otra parte, se sabe que los compuestos de maleimida
se polimerizan para producir resinas con gran resistencia
al calor. Por ejemplo, se sabe como producir poliimiditas tri-
dimensionales por polimerización de maleimida solamente
N,N'-disustituída mediante calefacción, de acuerdo con la
patente francesa 1.455.514.

10 Sin embargo, las poliimiditas tridimensionales presentan
gran proporción de enlaces entrecruzados por lo que se for-
man fácilmente fisuras al calentar y enfriar. Por consiguien-
te, estas poliimiditas desgraciadamente no son adecuadas como
resinas para colada.

15 Además, se ha propuesto obtener resinas con gran re-
sistencia al calor combinando la resina epoxi con un com-
puesto de maleimida en la patente japonesa publicada número
12.600/1974. La resina obtenida por combinación de la resi-
na epoxi y el compuesto de maleimida presenta gran resisten-
20 cia al calor; sin embargo, los barnices que contienen esta
resina tienen el inconveniente de que la resina precipita
cuando se mantiene en reposo durante largo tiempo debido a
la escasa solubilidad del compuesto de maleimida. Además, la
contracción térmica de la resina durante la etapa de endure-
25 cimiento es grande, con lo que la adhesión sobre la superfi-
cie de una bobina no es adecuada en una operación de inmer-
sión o de colada de una gran bobina y las resinas se pelan
o se cuartean produciendo dificultades en la práctica.

COMPENDIO DE LA INVENCION

30 Un objeto de esta invención es proporcionar una compo-

1 sición resinosa con excelente resistencia al calor y excelentes
características mecánicas, que no presenta ninguno de los
inconvenientes antes mencionados.

5 El objeto citado de esta invención se ha conseguido mediante una composición resinosa resistente al calor que está constituida por 100 partes en peso de una mezcla (I) y 0 a 10 partes en peso de una resina fenoxi (II), donde la mezcla (I) está constituida por 80 a 5 partes en peso de (a) una mezcla de 0 a 95 partes en peso del primer compuesto de maleimida obtenido por reacción de una amina aromática con anhídrido maleico y/o un derivado de anhídrido maleico y 100 a 5 partes en peso de la segunda maleimida obtenida por reacción de una amina aromática con un anhídrido cíclico que no contiene ningún doble enlace insaturado y anhídrido maleico y/o un derivado de anhídrido maleico y 20 a 95 partes en peso de (b) un compuesto epoxi.

DESCRIPCION DETALLADA DE LAS REALIZACIONES

PREFERIDAS

20 El segundo compuesto de maleimida utilizado en esta invención debe estar constituido por una mezcla de imidas que presentan un bajo punto de fusión como resultado de un efecto eutéctico y son fácilmente solubles y presentan gran estabilidad térmica. El grado de insaturación de una molécula puede ser controlado seleccionando la relación molar del anhídrido cíclico con un doble enlace insaturado al anhídrido cíclico sin ningún doble enlace insaturado.

25 Por consiguiente, las composiciones resinosa de esta invención son estables sin que se forme ningún precipitado.

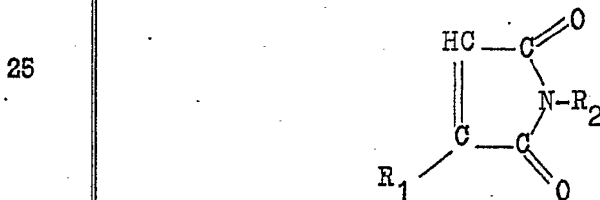
30 Aunque el contenido de imida se aumenta para conseguir una mayor resistencia al calor, pueden obtenerse resi-

1 nas cocidas con pequeña contracción y excelentes propiedades
mecánicas reduciendo la proporción de la imida con un enlace
insaturado.

5 Cuando se incorpora una resina fenoxi de alto peso mo-
lecular a la composición resinosa de esta invención, el com-
ponente resina fenoxi de alto peso molecular y gran flexibi-
lidad se dispersa en las redes de la red cocida del compues-
to de maleimida y la red cocida del compuesto epoxi, con lo
que la contracción durante la cocción disminuye y la resina
10 cocida adquiere flexibilidad y aumenta su adhesividad debido
al grupo hidroxilo libre de la resina fenoxi.

15 Las composiciones resinosas de esta invención presen-
tan excelente adhesividad, capacidad de impregnación y capa-
cidad de colada y además pequeña contracción y dan lugar a
la obtención de productos cocidos con excelentes flexibilidad
y resistencia al calor. Por consiguiente, las composiciones
resinosas pueden utilizarse en diversos campos tales como
barnices sin disolvente para la impregnación de bobinas, re-
sinas para colada y resinas para estratificación, especialmen-
20 te barnices del tipo de impregnación para el aislamiento de
máquinas rotatorias eléctricas.

La primera maleimida utilizada en esta invención inclu-
ye los compuestos N-sustituídos de fórmula:



30 donde R₁ representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo,
R₂ representa un grupo orgánico monovalente como alquilo, ari-
lo o aralquilo y sus derivados halogenados.

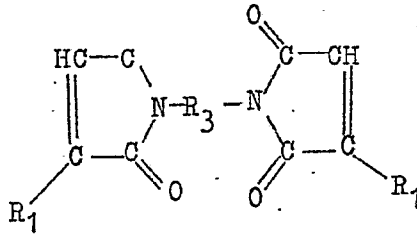
1

Las maleimidias adecuadas son N-metilmaleimida, N-etil-
maleimida, N-propilmaleimida, N-butilmaleimida, N-hexilmalei-
mida, N-octilmaleimida, N-dodecilmaleimida, N-fenilmaleimida,
N-p-tolilmaleimida, N-m-tolilmaleimida, N- α -naftilmaleimida,
N-bencilmaleimida y mezclas de las mismas.

5

Las primeras maleimidias tambi3n incluyen las maleimi-
das N,N'-disustitu3das de f3rmula:

10



donde R₁ representa un 3tomo de hidr3geno o un grupo alquilo
y R₃ representa un grupo org3nico divalente como alquileno,
alileno o aralquileno.

15

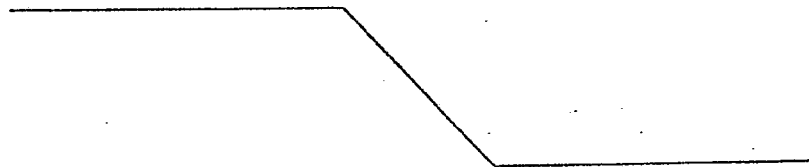
Las maleimidias adecuadas son la N,N'-(metilen-di-p-
fenilen)dimaleimida, N,N'-(oxi-di-p-fenilen)dimaleimida,
N,N'-m-fenilen-dimaleimida, N,N'-p-fenilendimaleimida, N,N'-
2,4-tolilendimaleimida, N,N'-2,6-tolilendimaleimida, N,N'-m-
xilendimaleimida, N,N'-p-xilendimaleimida, N,N'-oxi-dipropi-
lendimaleimida, etilendioxi-bis-N-propilmaleimida, oxi-bis-N-
etilmaleimida, N,N'-etilendimaleimida, N,N'-trimetilendimalei-
mida, N,N'-tetrametilendimaleimida, N,N'-hexametilendimalei-
mida, N,N'-dodecametilendimaleimida y mezclas de las mismas.

20

25

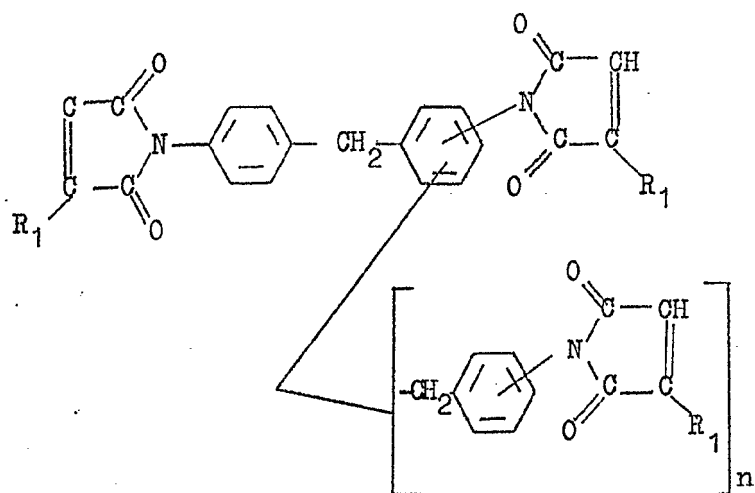
La primera maleimida tambi3n incluye las polimaleimi-
das de f3rmula:

30



1

5

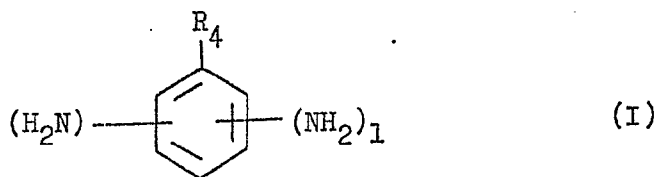


10

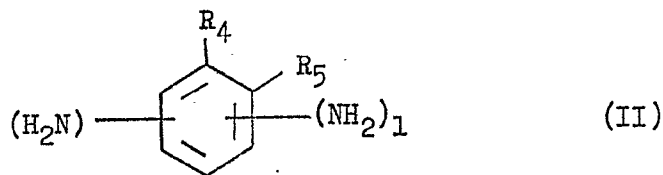
donde R_1 representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo y n representa 0,5 a 5 por término medio.

Las aminas aromáticas empleadas para formar la segunda maleimida utilizada en esta invención son:

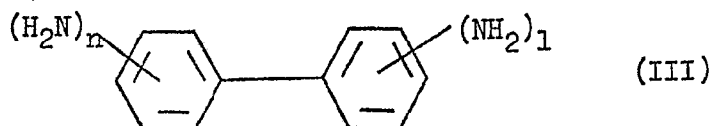
15



20



25

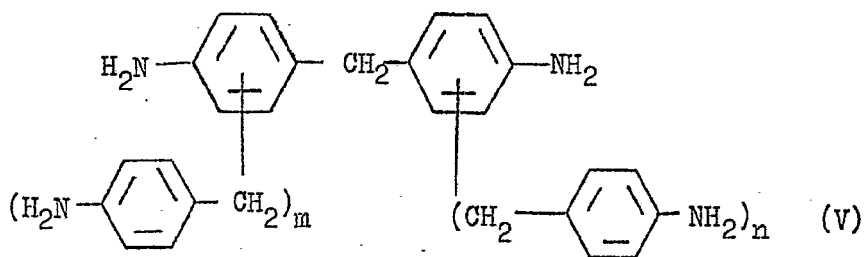


30

1



5



10

15

donde R_4 y R_5 representan respectivamente un grupo alquilo, un átomo de cloro o un átomo de bromo y Z representa un grupo alquileno, -O-, -NH-, -S-, -SO₂-, -COO-, -CONH-, -OCOO-, ó -COOCO- y $k + 1$ es un número entero de 1 a 4 y m y n representan respectivamente 0 ó un número entero de 1 a 5.

20

En la fórmula (V), cuando m o n son un número entero igual a 2 ó más, las aminas aromáticas incluyen los compuestos con un grupo sustituyente p-anilinometilo cuyo hidrógeno del anillo está sustituido además con un grupo p-anilinometilo como los sustituyentes complejos y mezclas de los mismos.

25

Las aminas aromáticas adecuadas son anilina, o-toluidina, p-toluidina, cloroanilina, bromoanilina, aminoclorotolueno, aminoxileno, aminoetilbenceno, éter amino-difenílico, aminodifenilsulfona, éster aminodifenílico, aminobencilanilida, sulfuro de aminodifenilo, éter diaminodifenílico, diaminodifenilmetano, éster diaminodifenílico, diaminobenzanilida, diaminodifenilsulfona y sulfuro de diaminodifenilo.

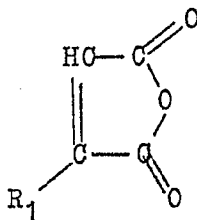
30

La poli(fenilmetilen)poliamina de fórmula (V) es preferiblemente una mezcla de las poliaminas donde la suma total

1 de $m + n$ es igual a 0,5 a 5.

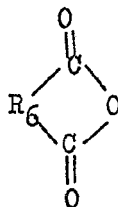
Estas aminas aromáticas se utilizan individualmente o como mezcla de dos o más de ellas.

5 El anhídrido maleico o los derivados de anhídrido maleico responden a la fórmula

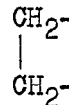


10 donde R_1 representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo y son, por ejemplo, anhídrido maleico y anhídrido citracónico.

15 Los anhídridos cíclicos sin ningún doble enlace insaturado que se utilizan para la producción del segundo compuesto de maleimida responden a la fórmula:



20 donde R_6 representa



25 y son, por ejemplo, anhídrido succínico, anhídrido ftálico, anhídrido hexahidroftálico y anhídrido glutárico.

El segundo compuesto de maleimida puede obtenerse introduciendo un grupo maleinido u otro grupo imido en el grupo amino de la amina aromática.

30 La cantidad de anhídrido maleico o de derivado de anhídrido maleico y de anhídrido cíclico sin ningún doble en-

1 lace insaturado es habitualmente la correspondiente al grupo amino de la amina aromática, porque el anhídrido reacciona estequiométricamente con el grupo amino de la amina aromática.

5 La relación de anhídrido maleico o de un derivado del mismo a anhídrido cíclico sin ningún doble enlace insaturado depende de los fines a que se destine el segundo compuesto de maleimida y habitualmente está comprendida entre 2:8 y 8:2 en peso.

10 Es preferible incluir de 0,5 a 3,0 y preferiblemente de 0,8 a 2,0 grupos maleimido por término medio en una molécula de la segunda maleimida. La relación se selecciona de acuerdo con el número de grupos amino de la amina aromática.

15 Cuando el número de grupos maleimido del segundo compuesto de maleimida es inferior a 0,5, el punto de fusión del compuesto de imida es mayor. Cuando se utiliza un compuesto de maleimida tal como un monómero vinílico que es polimerizable, los componentes de la dispersión que no reaccionan son demasiados con los que las propiedades eléctricas y mecánicas pueden resultar inferiores.

20 Cuando el número de grupos maleimido del segundo compuesto de maleimida es superior a 3,0, la densidad de entrecruzamiento de la resina cocida es demasiado alta y la resina cocida puede resultar frágil.

25 La relación del primer compuesto de maleimida al segundo compuesto de maleimida no es crítica y la composición comprende habitualmente de 0 a 95 partes en peso del primer compuesto de maleimida y de 100 a 5 partes en peso del segundo compuesto de maleimida.

30

1 La resistencia al calor y las características mecáni-
cas de la resina cocida de esta invención pueden ser mejora-
das aumentando la proporción del segundo compuesto de ma-
leimida. Por consiguiente, el contenido de la segunda malei-
5 mida puede seleccionarse a voluntad.

La primera maleimida puede ser un producto comercial
de bajo precio. Cuando el problema económico es importante,
se aumenta el contenido de la primera maleimida.

10 Aunque la cantidad del segundo compuesto de maleimida
sea inferior a 5 partes en peso, cabe esperar que se produz-
ca el efecto de dicho segundo compuesto de maleimida. Aunque
se utilicen 100 partes en peso del primer compuesto de ma-
leimida, puede obtenerse una resina cocida con característi-
cas superiores a las de las resinas convencionales.

15 Las resinas epoxi utilizadas en esta invención inclu-
yen los siguientes compuestos.

Es posible agregar una cantidad adecuada de un compues-
to epoxi con un grupo epoxi cíclico o ramificado en la molé-
cula.

20 Los compuestos epoxi con un grupo epoxi cíclico son
compuestos con un grupo 1,2-epoxi tales como las diolefinas,
dienes, dienos cíclicos y ésteres de ácidos carboxílicos in-
saturados diolefínicos, epoxidados.

25 Entre los compuestos epoxi comerciales podemos citar
los siguientes: Chissonox 221, 201, 206, 269 y 289 (manufac-
turados por Chisso K.K.) y Araldite CY-179, 178, 181, 185 y
175 (manufacturados por Ciba-Geigy).

Los compuestos con un grupo epoxi ramificado incluyen
los éteres poliglicidílicos y los ésteres poliglicidílicos.

30 Los éteres poliglicidílicos pueden producirse por con-

1 densación de epiclорhidina o β -metil-epiclорhidrina con un diol alifático, un alcohol polihídrico, un bisfenol, una resina de fenol-novolak o una resina de cresol-novolak, mediante una condensación alcalina.

5 Los compuestos epoxi comerciales incluyen Epikote 826, 828, 834, 1001 y 1004 (manufacturados por Shell Co.) y DEN 431 y 438 (manufacturado por Dow Chemical Co.) así como Araldite CY-250 y 255 (Giba-Geigy).

10 Los ésteres poliglicídílicos pueden ser producidos por reacción de un ácido dicarboxílico con epiclорhidrina o β -metil-epiclорhidrina en un medio alcalino.

15 Entre los compuestos epoxi comerciales podemos citar Araldite CY-183 (Giba-Geigy), Epikote 190 y 191 (Shell Co.), Lekutherm X-100 (Bayer) y Epikone 200 y 499 (Dainippon Ink Color).

20 Los monoepóxidos adecuados que se utilizan para incorporarlos al compuesto epoxi incluyen el éter fenilglicídílico, éter alilglicídílico, éter cresilglicídílico, éter butilglicídílico, óxido de estireno, éter glicídílico de p-butilfenol, monóxido de ciclohexenovinilo, metacrilato de glicídilo, monóxido de dipenteno, óxido de octileno, etc.

También puede incorporarse un diepóxido.

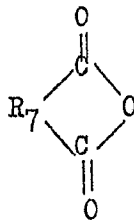
25 Los diluyentes diepóxidos adecuados son el óxido de butadieno, dióxido de dimetilmetano, éter diglicídílico, éter diglicídílico de butanodiol, éter diglicídílico de dietilenglicol, dióxido de vinilciclohexeno, dióxido de divinilbenceno, éter de bis(2,3-epoxiciclopental), metil-3,4-epoximetilciclohexencarboxilato de 3,4-epoxi-6-metilciclohexeno, éter glicídílico de resorcina, éter 2-glicidilfenilglicídílico y éter 2,6-diglicidilfenilglicídílico.

30

1

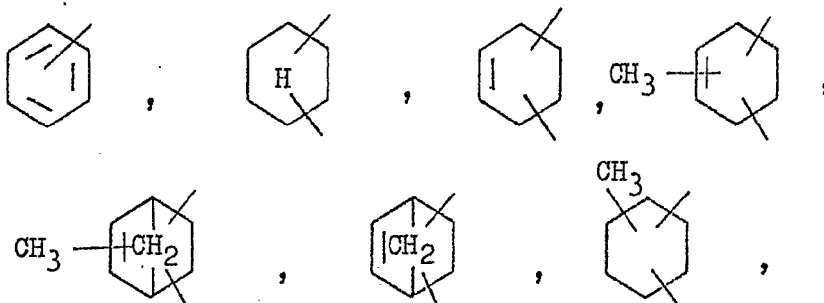
Los endurecedores para el compuesto epoxi utilizados en esta invención son los anhídridos de fórmula

5

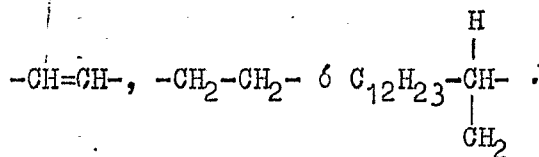


donde R₇ representa

10



15



20

Es posible incorporar opcionalmente sales y quelatos tales como borato de tricresilo, titanato de trietanolamina, acetilacetato de cobalto, octilato de cinc, acetilacetato de cinc y octilato estánnico y complejos de una amina y un ácido de Lewis tales como BF₃, BCl₃, AsF₅ y SbF₅ ó metallocolefinas como ferroceno.

25

La relación del endurecedor a la resina epoxi no es crítica y puede seleccionarse a voluntad.

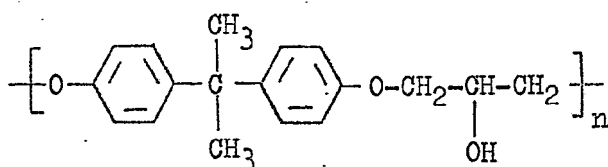
Es preferible combinar 20 a 95 partes en peso de la resina epoxi, incluido el endurecedor, con 80 a 5 partes en peso de la mezcla del primer compuesto de maleimida y el segundo compuesto de maleimida.

30

Cuando el contenido de mezcla del primero y segundo compuesto de maleimida es inferior a 5 partes en peso, la

1 resistencia al calor de la resina cocida no es suficiente
mientras que, cuando es superior a 80 partes en peso, la re-
sistencia al calor es suficientemente alta pero las caracte-
rísticas mecánicas son malas.

5 En esta invención se utilizan preferiblemente resinas
fenoxi cuya fórmula unitaria es la siguiente:



10

con un peso molecular de 10.000 a 60.000 aproximadamente.

15

La resina fenoxi se incorpora en una proporción de 0
a 10 partes en peso, preferiblemente 0,5 a 10 partes en pe-
so, por 100 partes en peso de la composición resinosa del
primero y segundo compuestos de maleimida y resina epoxi.

20

Cuando se incorpora la resina fenoxi, la resina coci-
da resultante presenta mayor flexibilidad y resistencia al
cuarteamiento. Cuando se utiliza como barniz del tipo de im-
pregnación, mejoran las propiedades de impregnación.

Aunque puede obtenerse una composición resinosa con
excelentes características incorporando menos de 0,5 partes
en peso de la resina fenoxi, no se advierte entonces clara-
mente el efecto de dicha resina fenoxi.

25

La cantidad mínima de resina fenoxi se calcula de
acuerdo con la aplicación a que se destine.

30

Por otra parte, cuando el contenido de resina fenoxi
es superior a 10 partes en peso, la viscosidad de la compo-
sición es demasiado alta y la manejabilidad en las operacio-
nes de colada e impregnación es menor.

Las composiciones resinosas resistentes al calor de

1 esta invención son del tipo sin disolvente y forman unas re-
 5 sinas cocidas con una resistencia al calor considerable y
 una adhesividad considerable al otro material así como baja
 5 contracción, gran flexibilidad y elevado aislamiento eléc-
 trico.

Las composiciones resinosas pueden utilizarse como
 barnices de impregnación para elementos eléctricos, resinas
 para colada, resinas para estratificación y otras diversas
 aplicaciones.

10 Opcionalmente pueden incorporarse otros aditivos como
 cargas, pigmentos, etc.

A continuación damos algunos ejemplos con fines ilus-
 15 trativos solamente sin que se pretenda que la invención que-
 de limitada en modo alguno a los mismos.

En los ejemplos, el segundo compuesto de maleimida
 M-2A, B, C y D, es producido por el método convencional uti-
 lizando los componentes indicados en la siguiente Tabla I.

TABLA I

	Moles			
	<u>M-2A</u>	<u>M-2B</u>	<u>M-2C</u>	<u>M-2D</u>
20 4,4'-diaminodifenilmetano	1,0	1,0	1,0	-
4,4'-diaminodifeniléter	-	1,0	-	0,5
Anilina	0,2	-	-	0,5
25 Poli(fenilmetilen)poliamina Fórmula V n = 1,0 m = 0	-	-	1,0	1,0
Anhídrido maleico	1,1	2,5	3,0	3,2
Anhídrido ftálico	-	-	1,0	-
30 Anhídrido hexahidroftálico	1,1	1,5	-	0,8

1

EJEMPLO 1

5

10

15

20

25

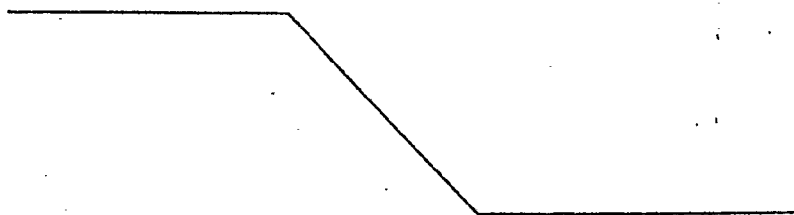
30

A 48 partes en peso del compuesto epoxi (Epikote 828) se añaden 17 partes en peso de la segunda maleimida M-2A indicado en la Tabla I, se disuelve por completo a 140°C y después la mezcla se enfría a 60°C. Después se añaden 38 partes en peso de anhídrido metil-tetrahidroftálico y 1 parte en peso de DMP-30 y la mezcla se enfría a la temperatura ambiente para obtener una composición resinosa. La composición resinosa es un barniz estable a la temperatura ambiente, que no forma ningún precipitado cuando se deja en reposo durante 50 horas. La viscosidad de la composición medida con un viscosímetro del tipo Brookfield es 2,0 poises a 60°C. La resistencia a la flexión y el módulo de flexión del producto cocido, medidos con un aparato Instron universal, son respectivamente 13,5 kg/mm² a 25°C y 290 kg/mm² a 25°C. La resina cocida experimenta una pérdida de peso del 4,8 % a 240°C durante 250 horas, una temperatura de deformación térmica de 135°C y una fuerza de adhesión de 14,0 kg a 25°C.

EJEMPLOS 2 a 4

De acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1 se preparan barnices con las composiciones indicadas en la Tabla II, realizándose en los productos cocidos los ensayos descritos en el Ejemplo 1.

Los resultados se encuentran también en la Tabla II.



1 tetrahidroftálico y 1 parte en peso de octanato de cinc y la mezcla se enfría a la temperatura ambiente para obtener una composición resinosa.

5 La composición resinosa es estable sin formar ningún precipitado cuando se deja en reposo a la temperatura ambiente durante 50 horas.

EJEMPLOS 6 a 10

10 Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 5, se preparan barnices con las composiciones indicadas en la Tabla III, realizándose los ensayos sobre los productos cocidos.

Los resultados se encuentran en la Tabla III.

Referencias 1 y 2

15 Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se preparan barnices con las composiciones indicadas en la Tabla III, realizándose los ensayos sobre los productos cocidos. Los resultados se encuentran también en la Tabla III.

20

25

30

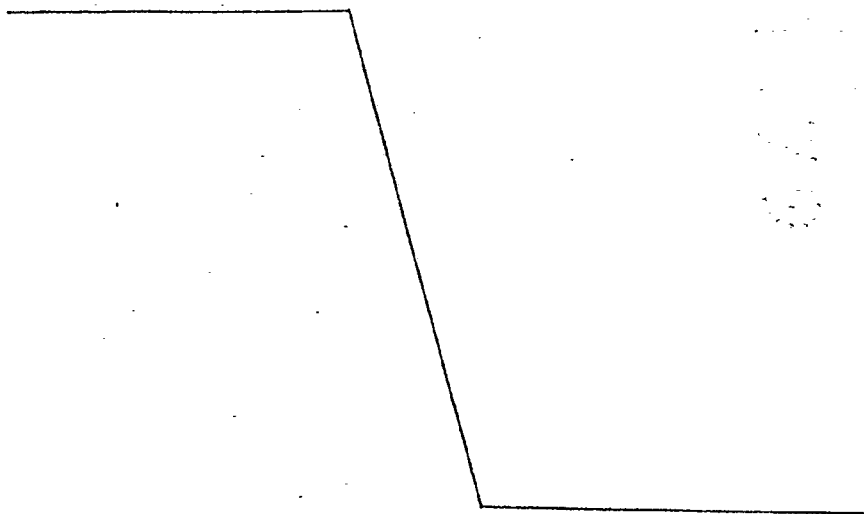


TABLA III

	Ejemplos						Referencia	
	6	7	8	9	10	1	2	
Compuesto epoxi: Epikote 815	27	20	20		47			
Epikote 828				40		47	100	
Epikote 834				10				
Epukote 1001				10				
CY-175	20							
DEN-431			10					
Chissonox 221		20						
Eter butilglicídico					2			
Anhídrido metilnádic		20	20		38			
Anhídrido metiltetrahidroftálico	38					38	85	
Octilato de cinc		5	1		3			
Bencilmetilamina	2			1		1	1	
N-fenilmaleimida						2		
N,N'-(metilendiamino-p-fenilen)di- maleimida						15		
Segunda maleimida: M-2A	15				10			
M-2B		20						
M-2C			100					
M-2D				5				
Resina fenoxi, peso molecular 25.000		3		1				
Resina fenoxi, peso molecular 30.000	1		1					
Viscosidad a 70°C, poises	1,0	3,0	8,0	3,5	10,0	0,6	-	
Resistencia a la flexión a 25°C, kg/mm ²	14,8	13,6	15,0	14,5	14,0	13,5	14,3	
Módulo de elasticidad con flexión a 25°C, kg/mm ²	280	270	285	270	250	365	300	
Temperatura de deformación térmica, °C	140	125	145	130	120	155	125	
Fuerza de adhesión a 25°C, kg	16,5	15,8	16,0	16,2	16,5	10,0	15,0	
Pérdida de peso (Δ) (250 horas a 240°C)	8,0	6,5	2,4	8,5	8,2	8,0	20,0	

1

5

10

15

20

25

30

TABLA III

		Ejemplos			
		6	7	8	9
1	Compuesto epoxi: Epikote 815		20	20	
5	Epikote 828	27			40
	Epikote 834				10
	Epukote 1001				10
	CY-175	20			
	DEN-431			10	
10	Chissonox 221		20		
	Eter butilglicidílico				
	Anhídrido metilnádico		20	20	
	Anhídrido metiltetrahidroftálico	38			
	Octilato de cinc		5	1	
15	Bencilmetilamina	2			1
	N-fenilmaleimida				
	N,N'-(metilendiamino-p-fenilen)di- maleimida				
	Segunda maleimida: M-2A	15			
	M-2B		20		
20	M-2C			100	
	M-2D				5
	Resina fenoxi, peso molecular 25.000		3		1
	Resina fenoxi, peso molecular 30.000	1		1	
	Viscosidad a 70°C, poises	1,0	3,0	8,0	3
	Resistencia a la flexión a 25°C, kg/mm ²	14,8	13,6	15,0	14
25	Módulo de elasticidad con flexión a 25°C, kg/mm ²	280	270	285	270
	Temperatura de deformación térmica, °C	140	125	145	130
	Fuerza de adhesión a 25°C, kg	16,5	15,8	16,0	16
	Pérdida de peso (%) (250 horas a 240°C)	8,0	6,5	2,4	8

TABLA III

Ejemplos				Referencia	
<u>7</u>	<u>8</u>	<u>9</u>	<u>10</u>	<u>1</u>	<u>2</u>
20	20		47		
		40		47	100
		10			
		10			
	10				
20			2		
20	20		38		
				38	85
5	1		3		
		1		1	1
				2	
				15	
			10		
20					
	100				
		5			
3		1			
	1				
3,0	8,0	3,5	10,0	0,6	-
13,6	15,0	14,5	14,0	13,5	14,3
270	285	270	250	365	300
125	145	130	120	155	125
15,8	16,0	16,2	16,5	10,0	15,0
6,5	2,4	8,5	8,2	8,0	20,0

EJEMPLO 11

1 A 47 partes en peso de un compuesto epoxi (Epikote 828)
se añaden 2 partes en peso de resina fenoxi (peso molecular
30.000) y se disuelve completamente a 150-160°C. Después se
5 disuelven en la mezcla, a 120-130°C, 2 partes en peso del
segundo compuesto de maleimida (M-2A) y 13 partes en peso
del primer compuesto de maleimida, N,N'-(metilen-di-p-feni-
len)-dimaleimida y después se enfría a 60°C, se añaden 37 par-
tes en peso de anhídrido metilhexahidroftálico y 2 partes en
10 peso de octilato de cinc y la mezcla se enfría a la tempera-
tura ambiente para obtener una composición resinosa.

La composición resinosa es estable sin formar ningún
precipitado cuando se deja a la temperatura ambiente durante
50 horas.

15 La viscosidad de la composición resinosa es 1,0 poises
a 70°C.

El producto cocido presenta una resistencia a la fle-
xión de 13,5 kg/mm² a 25°C, un módulo de flexión de 330 kg/
mm² a 25°C y una pérdida de peso del 6,5 % durante 250 horas
20 a 240°C.

EJEMPLO 12

A 47 partes en peso de un compuesto epoxi (Epikote
828) se añade 1 parte en peso de resina fenoxi (peso mole-
cular 30.000) y se disuelve completamente a 150-160°C. Des-
25 pués se disuelven en la mezcla 10 partes en peso del segundo
compuesto de maleimida (M-2B) y 5 partes en peso del primer
compuesto de maleimida (N,N'-(metilen-di-p-fenilen)dimalei-
mida)), se enfría a 60°C, se añaden 38 partes en peso de
anhídrido metiltetrahidroftálico y 1 parte en peso de octi-
30 lato de cinc y la mezcla se enfría a la temperatura ambiente

1 para obtener una composición resinosa. Esta última es estable sin formar ningún precipitado cuando se deja a la temperatura ambiente durante 50 horas.

5 La composición resinosa tiene una viscosidad de 0,8 poises a 70° C.

El producto cocido tiene una resistencia a la flexión de 13,0 kg/mm² a 25° C y experimenta una pérdida de peso del 7,0 % a 240° C durante 250 horas.

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

REIVINDICACIONES

1ª.- Un procedimiento para la preparación de una composición resinosa resistente al calor que comprende:

15 a) hacer reaccionar una amina aromática con anhídrido maleico y/o un derivado de anhídrido maleico para obtener un primer compuesto de maleimida;

20 b) hacer reaccionar una amina aromática con un anhídrido ácido cíclico sin ningún doble enlace insaturado y anhídrido maleico y/o un derivado de anhídrido maleico para obtener un segundo compuesto de maleimida;

25 c) combinar de 0 a 95 partes en peso del primer compuesto de maleimida obtenido en la etapa a) con 100 a 5 partes en peso del segundo compuesto de maleimida obtenido en la etapa b);

d) combinar de 80 a 5 partes en peso de la composición precedente de la etapa anterior con 20 a 95 partes en peso de un compuesto epoxi.

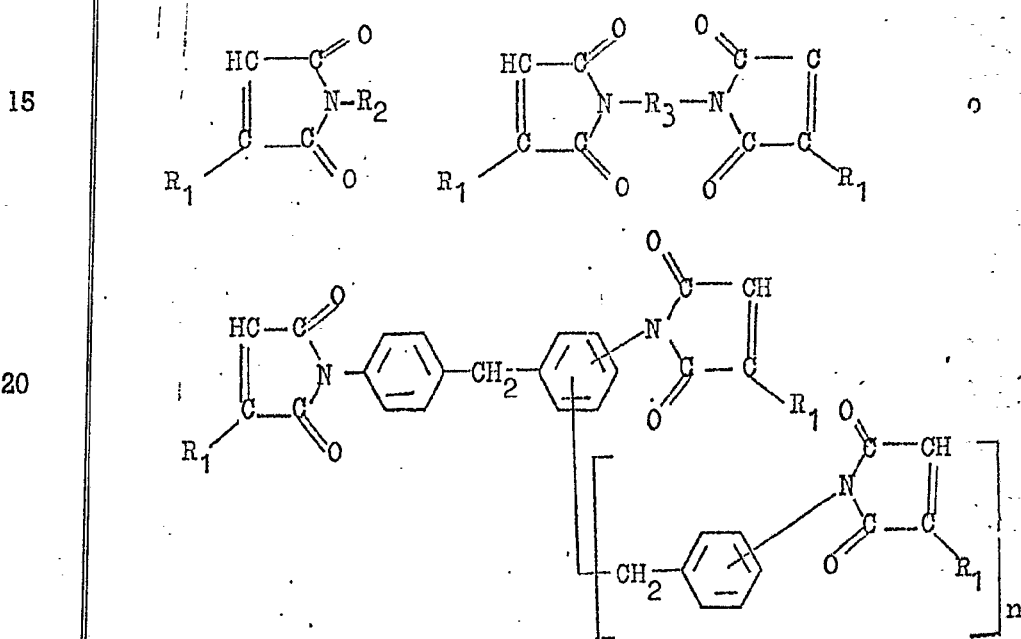
30 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde se incorporan de 0 a 10 partes en peso de una resina fenoxi a 100 partes de la combinación de 80 a 5 partes en

1 peso de la combinación (a) y 20 a 95 partes en peso del com-
puesto epoxi (b).

3^a.- Un procedimiento según las reivindicaciones
1 ó 2, donde se incorporan al nahídrido mixto de 20 a 80 -
5 partes en peso del anhídrido cíclico sin ningún doble enla-
ce insaturado.

4^a.- Un procedimiento según las reivindicaciones
1, 2 ó 3, donde la amina aromática es una combinación de una
monoamina aromática y una poliamina aromática.

10 5^a.- Un procedimiento según las reivindicaciones
1, 2 ó 3, donde la primera maleimida es un compuesto de fór-
mula:



donde R_1 representa un grupo alquilo; R_2 representa un grupo
orgánico monovalente; R_3 representa un grupo orgánico diva-
lente y n es por término medio un número de 0,5 a 5.

30 6^a.- Un procedimiento según la reivindicación 5,
donde R_2 representa un grupo alquilo, arilo, aralquilo, ha-

1 loalquilo, haloarilo o haloaralquilo.

7^a.- Un procedimiento según la reivindicación 5, donde R_3 representa un grupo alquileo, arileno o aralquileo.

5 8^a.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4, ó 5, donde el segundo compuesto de maleimida - contiene por término medio de 0,5 a 3,0 grupos maleimido por molécula.

10 9^a.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 ó 5, donde el anhídrido cíclico sin ningún doble enlace insaturado es anhídrido succínico, anhídrido ftálico, anhídrido hexahidroftálico o anhídrido glutárico.

15 10^a.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION RESINOSA.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de ventitres páginas mecanografiadas.

Madrid, 7 de junio de 1.978
BERNARDO UNGRIA
P.P.

25

30