

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 144 554

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(11) 144 554 (44) 22.10.80 Int. Cl.³ 3(51) C 08 G 73/14
C 08 G 73/16
C 09 D 5/25
(21) WP C 08 G / 213 846 (22) 22.06.79

(71) siehe (72)

(72) Sidorenko, Konstantin S.; Khofbauer, Ernst I.; Zinin, Evgeny F.; Dulitskaya, Galina M.; Grigoriev, Pavel I.; Levin, Khaim-Borukh Itska-Mordukhov, SU

(73) siehe (72)

(74) Internationales Patentbüro Berlin, 1020 Berlin, Wallstraße 23/24

(54) Thermoreaktive Polyesterimidlacke ohne Lösungsmittel und Verfahren zu deren Herstellung

(57) Die Erfindung betrifft einen thermoreaktiven Lack ohne Lösungsmittel, welcher ein ungesättigtes Oligoesterimid, ein ungesättigtes Monomer, einen Initiator der freiradikalischen Polymerisation, einen Inhibitor und einen Beschleuniger enthält, der verwendet wird zum Durchtränken von Wicklungen von elektrischen Maschinen und Apparaten, Transformatoren, Drosseln und anderes sowie als Bindemittel für die Herstellung verschiedener glasfaserverstärkter Plaste. Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung von thermoreaktiven Lacken und erhöhter Hitzebeständigkeit, verbesserten elektrischen Kennwerten und guten anwendungstechnischen Eigenschaften. Der erfindungsgemäße Lack ist dadurch gekennzeichnet, daß er als Oligoesterimid ein Oligomer der allgemeinen Formel I, worin R für ein unsubstituiertes oder substituiertes aromatisches oder hydriertes aromatisches zweiwertiges Radikal, R¹ für Alkylen, R² für den Rest eines nichthalogenierten Epoxydharzes steht, n ≥ 2 ist, bei folgendem Verhältnis der Komponenten enthält: ungesättigtes Oligoesterimid 40 bis 65 Gew.T., ungesättigtes Monomer 35 bis 55 Gew.T., Inhibitor 0,5 bis 3,5 Gew.T., Beschleuniger 0,05 bis 0,5 Gew.T., Initiator 0,001 bis 1,0 Gew.T. - Formel I -

Berlin, den 14.1.1980

WP G 08 G/213 846

(55 702/11)

Thermoreaktive Polyesterimidlacken ohne Lösungsmittel

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf einen thermoreaktiven Polyesterimidlack und auf die Herstellung von thermoreaktiven Polyesterimidlacken ohne Lösungsmittel, die zum Durchtränken von Wicklungen der elektrischen Maschinen und Apparate, Transformatoren, Drosseln u. ä. m. sowie als Bindemittel für die Herstellung verschiedener glasfaserverstärkter Plaste verwendet werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es finden gegenwärtig Polyesterimidlacke ohne Lösungsmittel breite Verwendung. Sie werden im wesentlichen für Tropf- und Tauchtränken von Wicklungen der elektrischen Maschinen und der Apparate der Klasse der Hitzebeständigkeit F (155 °C) sowie als Verguß- und Gießmassen verwendet. Diese Lacke werden in breitem Sortiment von einigen führenden Firmen produziert. Als Beispiel seien genannt die Lacke vom Typ "Dobeckan FN-1000, -1000/13, -1001, -1002, -1009/2.../6, -1006, -1010, -1013, 1135, -1275 und andere/ und "Dobeckan FT-1040 -1040E, -1041, -1042, -1060 der Firma Dr. Beck und Co. (Bundesrepublik Deutschland), die als erste die Produktion solcher Lacke aufgenommen und eine Spitzenstellung auf diesem Gebiet inne hat, die Lacke "E-8955 TB" und "E-8926 TB" der Firma Dr. Kurt Herberts (Bundesrepublik Deutschland), der Lack "Nitoron V-800" der Firma Nitto Electric Co. (Japan), der Lack "NEIS-20" (CSSR). Einige Kompositionen solchen Typs werden auch von der Firma Isola Werke (Schweiz) und von der Firma Stollack (Österreich) u. a. hergestellt.

14.1.1980

WF C 08 G/213 846

(55 702/11)

Jeder der genannten Lacke besitzt ein bestimmtes, begrenztes Anwendungsgebiet. Zu gleicher Zeit besitzen sie alle gute anwendungstechnische Eigenschaften und weisen hohe physikalisch-mechanische und elektrische Kennwerte auf.

Jedoch können sie bei Temperaturen oberhalb 155 °C auf die Dauer nicht betrieben werden, was für einige Anwendungsgebiete unzureichend ist. Außerdem besitzen die oben genannten Lacke in einigen Fällen ungenügende Verträglichkeit mit Lackdrähten, aus denen die Wicklungen ausgeführt sind, was die Lebensdauer der elektrischen Maschinen und Apparate begrenzt.

Es ist auch ein Tränklack ohne Lösungsmittel bekannt, der Oligoesterimid, erhalten durch Kondensation von 2 Mol Tetrabromphthalsäureanhydrid, 2 Mol 1,4-Aminobutanol, 2 Mol Maleinsäureanhydrid und 1 Mol 4,4'-Dioxy-3,5,3',5'-tetrabromdiphenylolpropan-bis-glyzidylester, Styrol, Hydrochinon, Kobaltnaphthenat, Benzoylperoxid enthält (siehe SU-PS Nr. 318 227).

Jedoch macht es die Verwendung von (4,4'-Dioxy-3,5,3',5'-tetrabromdiphenylolpropan-bis-glyzidylester nicht möglich, Oligoesterimide mit hoher Thermostabilität zu synthetisieren. Der auf seiner Basis erhaltene Lack ist mit den gleichen Nachteilen behaftet wie auch die oben beschriebenen Lacke. Er weist sehr große Masseverluste bei der thermischen Alterung auf und wird bei Temperaturen über 200 °C rasch zerstört.

Ziel der Erfindung

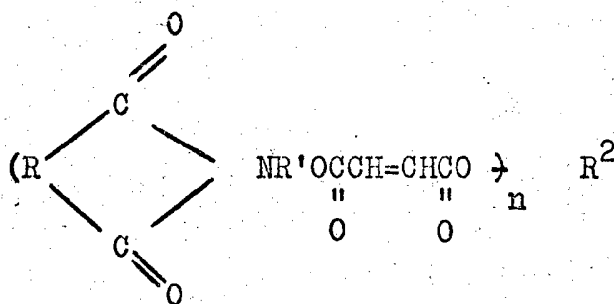
Ziel der Erfindung ist es, universellere thermoreaktive Lacke ohne Lösungsmittel zu entwickeln, die längere Zeit bei Temperaturen bis 180 °C betrieben werden können und sowohl zur Durchtränkung von Wicklungen der elektrischen Maschinen

und Apparate als auch für die Verwendung als Bindemittel für glasfaserverstärkte Plaste geeignet sind.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, geeignete Komponenten und ein geeignetes Mengenverhältnis für eine Lackzusammensetzung mit den gewünschten Eigenschaften ausfindig zu machen.

Die erfindungsgemäße Aufgabe wird dadurch gelöst, daß man als Lack ohne Lösungsmittel einen Lack verwendet, welcher ein ungesättigtes Oligoesterimid, ein ungesättigtes Monomer, einen Initiator der freiradikalischen Polymerisation, einen Inhibitor und einen Beschleuniger enthält, wobei er erfindungsgemäß als ungesättigtes Oligoesterimid Oligomere der allgemeinen Formel I:

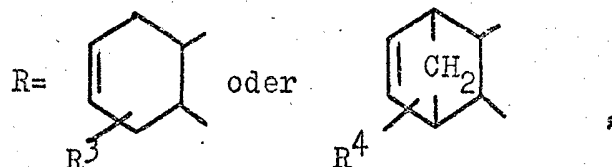


worin R für ein unsubstituiertes oder substituiertes aromatisches oder hydriertes aromatisches zweiwertiges Radikal, R¹ für Alkylen, R² für den Rest von nichthalogeniertem Epoxydharz steht, n ≥ 2 ist, bei folgendem Verhältnis der Komponenten enthält: ungesättigtes Oligoesterimid oder Gemisch von

Oligoesterimiden 40 bis 65 Gewichtsteile, ungesättigtes Monomer 35 bis 55 Gewichtsteile, Inhibitor 0,05 bis 0,5 Gewichtsteile, Beschleuniger 0,001 bis 1,0 Gewichtsteile, Initiator der freiradikalischen Polymerisation 0,5 bis 3,5 Gewichtsteile.

Der Lack der genannten Zusammensetzung hält eine Temperatur bis 180 °C bei längerem (bis 30000 Stunden) Betrieb ohne merkliche Verschlechterungen der physikalisch-mechanischen und dielektrischen Kennwerte aus. Der Lack weist eine hohe Lagerbeständigkeit auf.

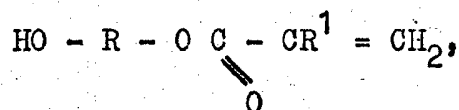
Die besten Eigenschaften der Lacke werden erreicht, wenn in der allgemeinen Formel des Oligoesterimids



worin R^3 und $R^4 = H$ oder CH_3 ist, R^1 für $-(CH_2)_2-$ steht.

Zur Steigerung der Stabilität des Lacks gegen die thermoxidative Destruktion und der Lagerbeständigkeit kann der Lack zusätzlich eine schwefelhaltige Verbindung, gewählt aus der Gruppe, die Di- oder Polysulfide, heterozyklische Merkapto-derivate oder Derivate organischer Sulfosäuren in einer Menge von 0,04 bis 1,3 Gewichtsteilen in 100 Gewichtsteilen des Lacks enthält, aufweisen.

Der Lack zur Durchtränkung der Wicklungen der elektrischen Maschinen und Apparate kann zur Verbesserung der Verträglichkeit mit Lackdrähten, aus denen die Wicklungen ausgeführt sind, zusätzlich einen ungesättigten Hydroxyester der Akryl- oder Methakrylsäure der allgemeinen Formel II



worin R für $\text{C}_2 - \text{C}_4$ - Alkylen oder $-\text{CR}^2$ $-\text{CH}_2$, R^1 für H
 CH_2Cl

oder CH_3 , R^2 für H oder CH_3 steht, enthalten.

(Die Verträglichkeit ist die Fähigkeit zweier oder mehrerer Elektroisoliermaterialien, ihre Funktionen in Kombination miteinander unter Bildung eines Isolationssystems im Umfange der Forderungen zu erfüllen, die nicht an jedes einzelne Material, sondern an das Isolationssystem als Ganzes gestellt werden).

Lacke, die für die Durchtränkung der Wicklungen der elektrischen Maschinen und Apparate großer Abmessungen und für die Herstellung von biegsamen glasfaserverstärkten Rollenplasten bestimmt sind, können zur Erhöhung der Elastizität einen ungesättigten Polyester elastischen Typs in einer Menge von 5 bis 20 Gewichtsteilen in 100 Gewichtsteilen des Lacks enthalten.

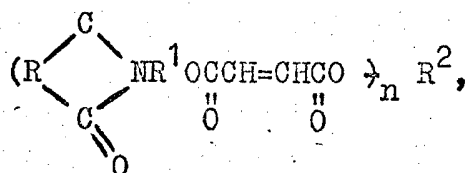
Lacke, die zum Durchtränken von Wicklungen der elektrischen Maschinen und Apparate und zur Herstellung von glasfaserverstärkten Profil- und Tafelplasten vorgesehen sind, enthalten

14.1.1980

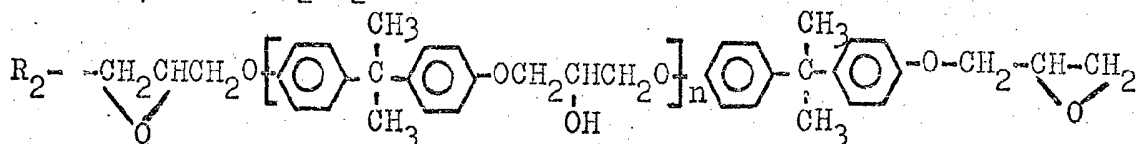
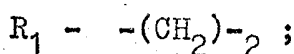
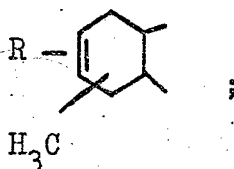
WP C 08 G/213 846

(55 702/11)

vorzugsweise ungesättigte Oligoesterimide der Formel



worin



$$n = 0,1 - 0,5$$

bei folgendem Verhältnis der Komponenten:

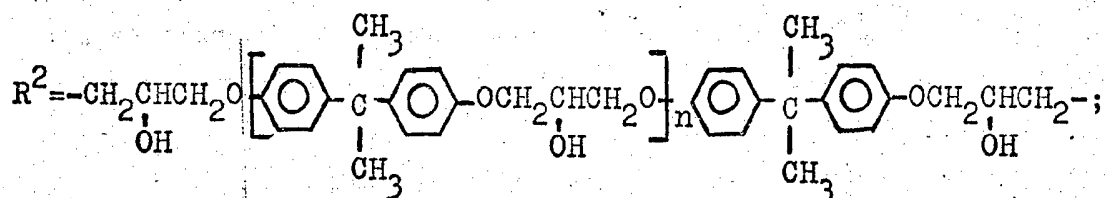
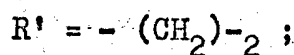
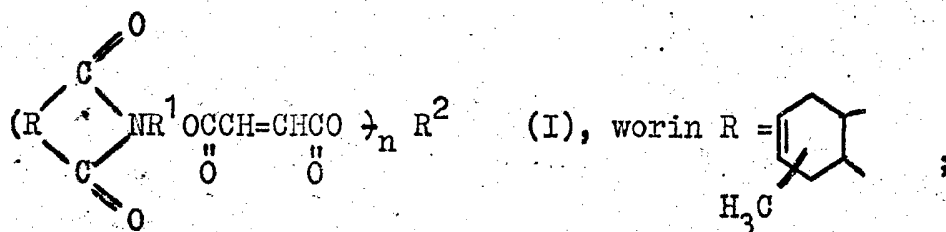
Oligoesterimid 50 Gewichtsteile, Monomethakrylester des Äthylenglykols 5,0 Gewichtsteile, p-Benzochinon 0,1 Gewichtsteile, Beschleuniger (10%ige Lösung von Kobaltnaphthenat in Styrol) 1,0 Gewichtsteile, Tetramethylthiuramdisulfid 0,05 Gewichtsteile, tert. Butylperbenzoat 1,0 Gewichtsteile.

Besonders vorteilhaft ist der erfindungsgemäße Lack, wenn er zum Durchtränken von Wicklungen der elektrischen Maschinen und Apparate und für die Herstellung von biegsamen glasfaser-verstärkten Rollenplasten ein ungesättigtes Oligoesterimid der Formel I

14.1.1980

WP C 08 G/213 646

(55 702/11)



$$n = 0,1 - 0,5$$

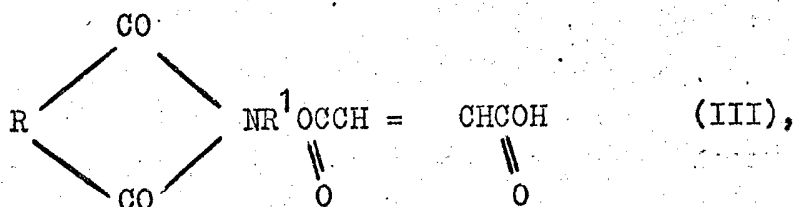
bei folgendem Verhältnis der Komponenten enthält: Oligoesterimid 50 Gewichtsteile, Diäthylenglykolmaleinatadipinat 15 Gewichtsteile, Styrol 43,9 Gewichtsteile, Hydrochinon 0,1 Gewichtsteile, Beschleuniger (10%ige Lösung von Kobaltnaphthenat) 1,0 Gewichtsteile, Dithiobisbenzthiazol 0,5 Gewichtsteile, tert. Butylperbenzoat 2,0 Gewichtsteile.

Das Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Lacke ohne Lösungsmittel sieht erfindungsgemäß die Synthese eines ungesättigten Oligoesterimids, dessen anschließende Auflösung in einem ungesättigten Monomer, das einen Inhibitor, einen Beschleuniger und einen Initiator der freiradikalischen Polymerisation enthält, vor, wobei man die Synthese des ungesättigten Oligoesterimids durch Kondensation eines sauren Esterimids der allgemeinen Formel III:

14.1.1980

WP C 08 G/213 646

(55 702/11)



worin R für ein unsubstituiertes oder substituiertes aromatisches oder hydriertes aromatisches zweiwertiges Radikal, R¹ für Alkylen steht, oder des entsprechenden Hydroxyalkylimids und des Maleinsäureanhydrids, aus denen es erhalten werden kann, und nichthalogenierter Epoxydharze, die mindestens zwei Epoxydgruppen je Molekül enthalten, durchführt.

Als Epoxydharze verwendet man ein Harz, gewählt aus der Gruppe der Harze auf der Basis von Bis- oder Polyphenolen (beispielsweise Dianharze vom Molekulargewicht 340 bis 440), Glycidylestern der Di- oder Polykarbonsäuren, zykloliphatischen Harzen (beispielsweise Dioxid von Dizyklopentadien oder Vinylzyklohexen), stickstoffhaltigen Harzen (beispielsweise Triglycidylisozyanurat), siliziumhaltigen Harzen (beispielsweise Phenyltriglycidoxysilan).

Bei der Herstellung des Lacks werden die oben genannten schwefelhaltigen Verbindungen nicht dem fertigen Lack, sondern unbedingt in der Stufe der Synthese des ungesättigten Oligoesterimids in einer Menge von 0,1 bis 2 Gewichtsteilen je 100 Gewichtsteile des letzteren zugegeben.

Die Synthese der Oligoesterimide wird in der Schmelze in Gegenwart von 0,1 bis 2 % Katalysator oder unter Zugabe einer sehr kleinen Menge an Lösungsmittel (Toluol, Xylol oder Chlorbenzol) 2 bis 5 %, bezogen auf das Gewicht der Reaktionsmasse, durch Kondensation der genannten Epoxydharze und der sauren

Esterimide durchgeführt. Die sauren Esterimide erhält man durch vorherige Reaktion des Maleinsäureanhydrids und der N-Hydroxyalkylimide, vorzugsweise der N-B-Hydroxyäthylimide der cis- oder Isomethyltetrahydrophthalsäure.

Als Katalysator kommen Alkylimidazole, tertiäre Amine oder quartäre Ammoniumverbindungen, beispielsweise Piperidin, Benzyltriäthyl(methyl)ammoniumchlorid, Tetraäthylammoniumbromid oder die oben genannten schwefelhaltigen Verbindungen, beispielsweise Tetramethylthiuramdisulfid, 2-Merkaptobenzthiazol, 2,2-Dithiobisbenzthiazol u. a. in Frage.

Bei der Synthese des sauren Esterimids beträgt das Molverhältnis von N-Hydroxyalkylimid zu Maleinsäureanhydrid 0,9:1 bis 1,1:1, vorzugsweise 1:1.

Das saure Esterimid setzt man mit den entsprechenden Epoxydharzen in einem Verhältnis um, daß auf 1 Äquivalent Epoxydgruppen 0,5 bis 2, vorzugsweise 0,9 bis 1,1 Mol saures Esterimid kommen. Die Reaktion wird bei einer Temperatur von 100 bis 180 °C durchgeführt. Am Anfang darf die Temperatur nicht 100 bis 130 °C übersteigen, und dann kann sie nach Maßgabe der Senkung der Säurezahl erforderlichenfalls auf 180 °C erhöht werden. Das Verfahren wird nach der Säurezahl überwacht.

Die erfindungsgemäßen Lacke ohne Lösungsmittel besitzen gegenüber den bekannten Lacken eine höhere Hitzebeständigkeit (bis 180 °C), was sich unter anderem in geringeren Masseverlusten bei der thermischen Alterung bei hohen Temperaturen manifestiert, eine höhere Lagerbeständigkeit nach der Zugabe des Initiators und des Beschleunigers der Reaktion, eine

bessere Verträglichkeit mit den Lackdrähten sind geeignet für die Herstellung von glasfaserverstärkten Plasten, weisen hohe physikalisch-mechanische und Elektroisoliereigenschaften auf.

Das erfindungsgemäße Verfahren gewährleistet die Herstellung von gesättigten Polyesterimidlacken ohne Lösungsmittel mit erhöhter Hitzebeständigkeit, verbesserten elektrischen Kennwerten und guten anwendungstechnischen Eigenschaften.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einigen Ausführungsbeispielen näher erläutert:

Beispiel 1

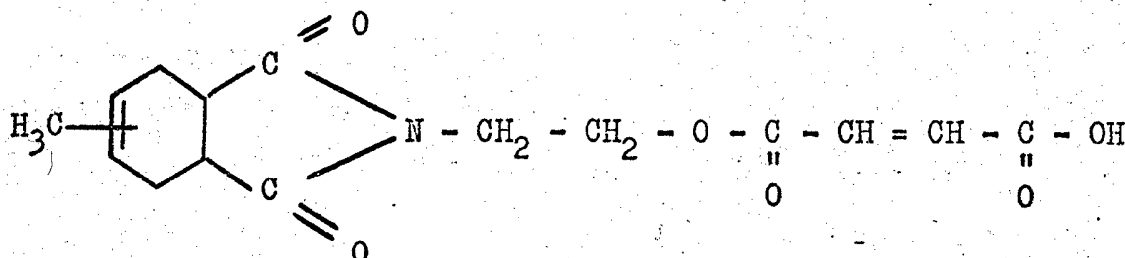
a) In einen Dreihalskolben, versehen mit Rührwerk, Kühler und Thermometer, bringt man 61 g (1,0 Mol) Monoäthanolamin und 166 g (1,0) Mol Isomethyltetrahydrophthalsäurehydrid ein. Nach Beendigung der exothermischen Reaktion erhöht man die Temperatur auf 180 °C und erhitzt die Reaktionsmasse bis zur Erzielung einer Säurezahl von 5 mg KOH/g. Bei der Erhitzung scheiden sich gegen 18 g (1,0 Mol) Wasser aus. Das erhaltene Hydroxyäthylimid kühlt man ab, gibt diesem 0,5 g (0,002 Mol) Tetramethylthiuramdisulfid (Thiuram D) und 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid zu und erhitzt das Gemisch bei einer Temperatur von 120 °C. Nach der Erzielung einer Säurezahl von 180 bis 190 mg KOH/g kühlt man das erhaltene saure Esterimid der Formel:

-11-

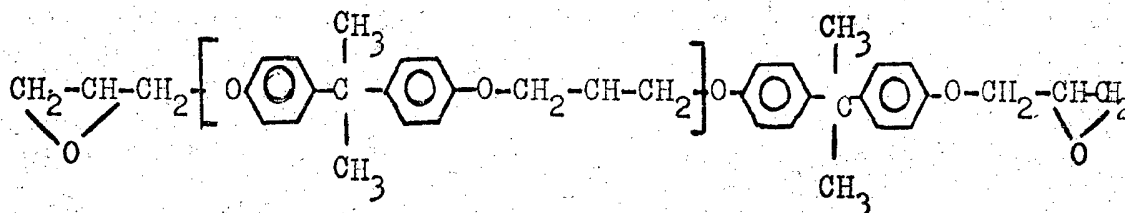
14.1.1980

WP C 08 G/213 846

(55 702/11)



ab, gibt 195 g (0,5 Mol) Dianepoxydharz ED-22 der Formel:



worin $n = 0,1 - 0,2$ ist, zu und durchwärmt zunächst während 1 Stunde bei einer Temperatur von 130°C und dann während 3 Stunden bei einer Temperatur von 180°C . Das erhaltene Oligo-esterimid, das eine Säurezahl von 12 bis 15 mg KOH/g aufweist, kühlt man auf die Temperatur von 100 bis 120°C ab und gibt diesem 505 g (4,75 Mol) mit 1,1 g p-Benzochinon inhibiertes Styrol zu. Der abgekühlten Lösung gibt man 10 g 10 %ige Styrollösung von Kobaltnaphthenat (Beschleuniger NK-3), 10 g tert. Butylperbenzoat und 15 g 50%ige Paste von Benzoylperoxid in Dibutylphthalat zu.

Der Gehalt an Thiuram D in dem erhaltenen Lack beträgt 0,05 % (in dem Oligoesterimid 0,1 %). Der erhaltene Lack ohne Lösungsmittel ist lagerbeständig bei Zimmertemperatur während mehrerer Wochen und erhärtet rasch bei einer Temperatur von 120 bis 140°C (15 bis 20 Minuten).

b) Die Synthese wird völlig analog zu Punkt a) durchgeführt, jedoch in Abwesenheit der schwefelhaltigen Verbindung in der Stufe der Herstellung des sauren Esterimids.

Beispiel 2

Zu dem in Beispiel 1 erhaltenen Hydroxyäthylimid gibt man 5 g (0,015 Mol) 2,2'-Dithiobisbenzthiazol (Altax) und 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid hinzu, erhitzt das Gemisch bei einer Temperatur von 180 °C während 2,5 bis 3 Stunden und gibt dann dem erhaltenen sauren Esterimid nach der Abkühlung 220 g (0,5 Mol) Epoxydharz ED-20 der Formel nach Beispiel 1, worin $n = 0,3$ ist, zu und erhitzt während 2 Stunden unter allmählicher Erhöhung der Temperatur auf 160 °C. Das erhaltene oligoesterimid, das gegen 1 % Altax enthält, löst man in Styrol analog zu Beispiel 1 auf und gibt 0,2 g 10%ige Lösung von Kobaltoktoat in Styrol zu.

Der Gehalt des Lacks an Altax beträgt etwa 0,5 %.

Der Lack ohne Lösungsmittel erhärtet in Gegenwart von 1 % tert. Butylperbenzoat bei einer Temperatur von 120 °C während 10 bis 15 Minuten.

Beispiel 3

a) In einen Dreihalskolben, versehen mit Rührwerk, Kühler und Thermometer, bringt man 61 g (1,0 Mol) Monoäthanolamin und 178 g (1,0 Mol) Methylendik-Anhydrid ein, erhöht die Temperatur auf 180 °C und erhitzt das Gemisch bis zur Erzielung einer Säurezahl von 3 bis 7 mg KOH/g, wonach die Reaktionsmasse abgekühlt wird. Dem erhaltenen Imid gibt man 10 g (0,065 Mol) 2-Merkaptobenzthiazol (Kaptax), 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid zu und erhitzt den Inhalt bei einer

Temperatur von 170 °C während 3 Stunden. Dann kühlt man das Reaktionsprodukt ab, gibt 180 g (0,5 Mol) Epoxydharz ED-24 der in Beispiel 1 angeführten Formel, in der $n = 0-0,1$ ist, zu und erhitzt während 2 Stunden unter Erhöhung der Temperatur auf 160 °C.

Dann löst man das erhaltene Oligoesterimid, das gegen 2 % Kaptax enthält, in 40 % Styrol auf und erhält einen Lack analog zu Beispiel 1. Der Gehalt des erhaltenen Lacks an Kaptax beträgt 1,2 %.

Beispiel 4

Analog zu Beispiel 3 erhält man hydroxylhaltiges Imid aus 61 g (0,1 Mol) Monoäthanolamin und 168 g (1,0 Mol) Endikanhydrid. Das erhaltene Produkt erhitzt man während 3 Stunden bei einer Temperatur von 175 °C mit 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid in Gegenwart von 3 g (0,015 Mol) p-Toluolsulfochlorid. Dann gibt man nach der Abkühlung 170 g (0,5 Mol) Epoxydharz ED-24 (Diphenylolpropandiglyzidylester) zu und führt die Reaktion der Herstellung des Oligoesterimids durch. Auf seiner Basis bereitet man einen Lack ohne Lösungsmittel analog zu Beispiel 1.

Das Oligoesterimid enthält 0,6 % Sulfochlorid, sein Gehalt im Lack beträgt 0,3 %.

Die Eigenschaften der Polyesterimidlacke ohne Lösungsmittel, erhalten in den Beispielen 1 bis 4, und des bekannten Lacks nach dem SU-PS Nr. 318 227 und des Lacks ohne Lösungsmittel Dobeckan ET-1040 der Firma Dr. Beck & CO (Bundesrepublik Deutschland) sind in Tabelle 1 angeführt.

Tabelle 1

Kennwerte	Lack nach Beispiel 1a)	Lack nach Beispiel 2)	Lack nach Beispiel 3)	Lack nach Beispiel 4)	Lack nach Beispiel 1b)	Lack nach SU-PS Nr. 318227 (BRD)	Lack Dobeckan FT-1040-der Fa. Dr. Beck & Co.
1	2	3	4	5	6	7	8
Viskosität nach dem Viskosimeter B3-4 bei 20°C, s	60	105	55	40	78	57	40
Lagerbeständigkeit bei 20°C mit dem zugesetzten Polyme- risationsinitiator, Tage	60	45	57	48	19	20	15
Masseverlust ^{x)} im Prozeß der ther- mischen Alterung während 30 Tagen, %, bei 200°C	5,7 9,8	4,9 7,9	6,3 9,4	5,6 8,0	9,2 14,4	- Proben wurden zerstört nach 72 Std.	10,6 20,8 28,0
bei 250°C	15,5	13,6	16,1	16,0	23,6	Proben wurden zerstört nach 24 Std.	32,9
Dielektrische Festig- keit einer 1 mm dicken Probe bei 20°C, kV/mm	32,5	29,8	31,7	33,4	32,8	34,0	32,9

Tabelle 1 (Fortsetzung)

1	2	3	4	5	6	7	8
Spezifischer Volumen- widerstand bei 20 °C, Ohm.cm	5,8.10 ¹⁵	4,1.10 ¹⁵	3,2.10 ¹⁵	6,8.10 ¹⁵	3,4.10 ¹⁵	7,3.10 ¹⁵	6,3.10 ¹⁵
Zementierfähigkeit nach Bündelmethode xx) 45	45	45	42	47	40	47	45

x) Proben des gehärteten Lacks in Form von Scheiben von 1 mm Dicke und 100 mm Durchmesser

xx) Draht mit Polyesterimidisolation von 1,62 mm Durchmesser

14.1.1980

WP C 08 G/213 846

(55 702/11)

Aus der Tabelle 1 ist zu ersehen, daß die erfindungsgemäßen Polyesterimidlacke ohne Lösungsmittel, erhalten in Gegenwart der oben genannten schwefelhaltigen Verbindungen, gegenüber den bekannten Lacken, in denen solche Verbindungen nicht enthalten sind, eine höhere Hitzebeständigkeit aufweisen, was sich in bedeutend geringeren Masseverlusten bei der thermischen Alterung manifestiert, und eine höhere Lagerbeständigkeit mit dem zugesetzten Polymerisationsinitiator besitzen.

Nach den elektrischen Eigenschaften liegen sie auf dem gleichen Niveau.

Die erhöhte Hitzebeständigkeit des Tränklacks macht es möglich, die Zuverlässigkeit und die Lebensdauer der elektrischen Maschinen und Apparate zu erhöhen, in denen dieser Lack zur Durchtränkung der Wicklungen verwendet wird.

Außerdem macht die hohe Stabilität des Lacks denselben universell. Er kann nämlich nicht nur zur Strahltränkung, sondern auch zum Tauchtränken verwendet werden, wobei sich die durch die Erhöhung der Viskosität bei der Lagerung hervorgerufenen Lackabfälle stark vermindern.

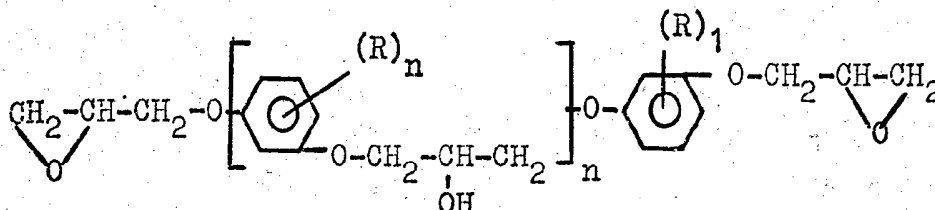
Beispiel 5

Dem nach Beispiel 1 erhaltenen Hydroxyäthylimid gibt man 5 g 2,2'-Dithiobisbenzthiazol (Altax) und 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid zu, erhitzt das Gemisch bei einer Temperatur von 180 °C während 2,5 bis 3 Stunden. Es bildet sich dabei ungesättigtes saures Esterimid. Dann gibt man nach der Abkühlung auf eine Temperatur von 120 °C 170 g (0,5 Mol) Alkylresorzinepoxydharz (Schieferharz) EIS-1 der Formel:

14.1.1980

WP C 08 G/213 846

(55 702/11)



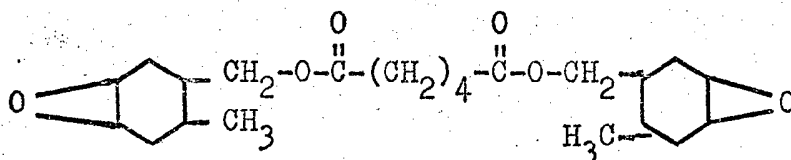
worin $R = CH_3$; $n = 1, 2$ ist, zu und erhitzt während 2 Stunden unter allmählicher Erhöhung der Temperatur auf $160^\circ C$. Das erhaltene Oligoesterimid, das eine Säurezahl von 20 bis 25 mg KOH/g aufweist, löst man in einem Gemisch aus 450 g Styrol und 50 g Äthylenglykolmonomethakrylester, welches 1 g p-Benzochinon enthält. Der erhaltenen Lösung des Oligoesterimids gibt man nach der Abkühlung den Beschleuniger und Initiator in den in Beispiel 1 genannten Mengen hinzu.

Die Eigenschaften des gehärteten Lacks sind in Tabelle 2 angeführt.

Beispiel 6

In einen Dreihalskolben, versehen mit Rührwerk, Kühler und Thermometer, bringt man 61 g (1,0 Mol) Monoäthanolamin und 178 g (1,0 Mol) Methylendik-Anhydrid ein, erhöht die Temperatur auf $180^\circ C$ und erhitzt das Reaktionsgemisch bis zur Erzielung einer Säurezahl von 3 bis 7 mg KOH/g. Dem auf eine Temperatur von $140^\circ C$ abgekühlten Imid gibt man 5 g Benzyltriäthylammoniumchlorid und 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid zu und erhitzt den Inhalt bei einer Temperatur von $180^\circ C$ während 3 Stunden. Dann kühlt man das Reaktionsprodukt, das saure Esterimid, auf eine Temperatur von $150^\circ C$ ab, gibt 215 g (0,5 Mol) zykloliphatisches Epoxydharz UP-639 der

Formel

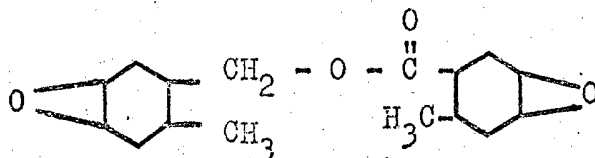


zu und erhitzt während 2,5 bis 3 Stunden bei einer Temperatur von 180 °C. Das erhaltene Oligoesterimid, das eine Säurezahl von 35 bis 40 mg KOH/g aufweist, löst in Styrol in einem Verhältnis von 1,5 : 1 auf und gibt die Zusätze analog zu Beispiel 1 zu.

Die Eigenschaften des gehärteten Lacks sind in Tabelle 2 angeführt.

Beispiel 7

Man erhält analog zu Beispiel 3 Imid aus 61 g (1,0 Mol) Monoäthanolamin und 168 g (1,0 Mol) Endikanhydrid. Das Imid erhitzt man während 3 Stunden bei einer Temperatur von 125 °C mit 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid in Gegenwart von 5,5 g p-Toluolsulfochlorid. Dem erhaltenen sauren Esterimid gibt man 133 g (0,5 Mol) zykoaliphatisches Epoxydharz UP-632 der Formel:



zu und setzt die Synthese fort unter allmählicher Erhöhung der Temperatur auf 170 °C bis zur Erzielung einer Säurezahl von 30 bis 35 mg KOH/g. Das erhaltene Oligoesterimid löst man in Styrol auf und erhält einen Lack analog zu Beispiel 1.

14.1.1980

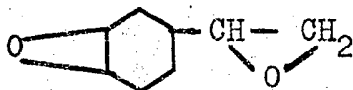
WP C 08 G/213 846

(55 702/11)

Die Eigenschaften des gehärteten Lacks sind in Tabelle 2 angeführt.

Beispiel 8

Dem aus 61 g (1,0 Mol) Monoäthanolamin und 166 g cis-Methyltetrahydrophthalsäureanhydrid erhaltenen Imid gibt man 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid und 0,5 g Tetramethylthiuramdisulfid zu und erhitzt bei einer Temperatur von 180 °C während 0,5 Stunden. Dann kühlt man das erhaltene saure Esterimid auf eine Temperatur von 140 °C ab, gibt 114 g (0,75 Mol) zykloaliphatisches Epoxydharz der Formel:

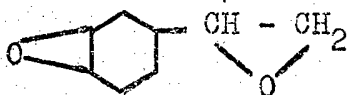


zu und setzt die Synthese bei einer Temperatur von 180 °C während 2 Stunden fort. Das erhaltene Oligoesterimid, das eine Säurezahl von 18 mg KOH/g aufweist, löst man in Styrol auf und gibt die Zusätze analog zu Beispiel 1 zu.

Die Eigenschaften des gehärteten Lacks sind in Tabelle 2 angeführt.

Beispiel 9

Dem analog zu Beispiel 5 erhaltenen sauren Esterimid gibt man 152 g (1,0 Mol) zykloaliphatisches Epoxydharz der Formel:



-20-

14.1.1980

WP C 08 G/213 846

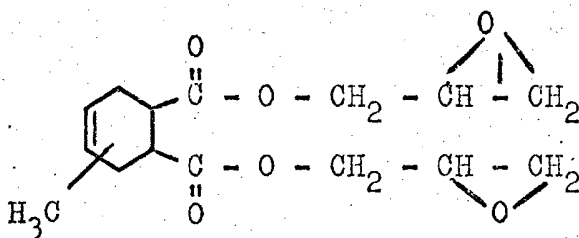
(55 702/11)

zu und setzt die Synthese bei einer Temperatur von 180 °C während 2 Stunden fort. Das erhaltene Oligoesterimid, das eine Säurezahl von 5 mg KOH/g aufweist, löst man in Styrol auf und gibt die Zusätze analog zu Beispiel 1 zu.

Die Eigenschaften des gehärteten Lacks sind in Tabelle 2 angeführt.

Beispiel 10

Dem analog zu Beispiel 3 erhaltenen sauren Esterimid (1,0 Mol) gibt man 354 g (0,5 Mol) Epoxydharz UP-640 (Diglyzidylester der Isomethyltetrahydrophthalsäure) der Formel:



zu und setzt die Synthese analog zu Beispiel 3 fort. Das erhaltene Oligoesterimid, das eine Säurezahl von 22 mg KOH/g aufweist, löst man in Styrol auf und gibt die modifizierenden Zusätze analog zu Beispiel 1 zu.

Die Eigenschaften des gehärteten Lacks sind in Tabelle 2 angeführt.

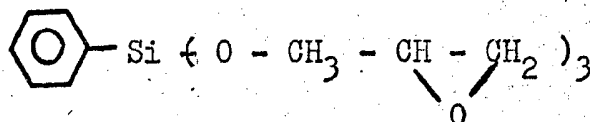
Beispiel 11

Dem analog zu Beispiel 1 erhaltenen sauren Esterimid (1,0 Mol) gibt man 120 g (0,333 Mol) Epoxydharz der Formel

14.1.1980

WP G 08 G/213 846

(55 702/11)

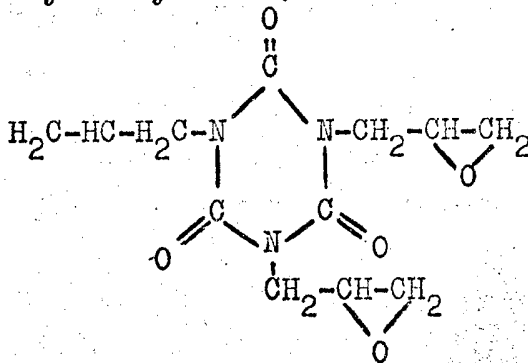


zu und erhitzt das Gemisch bei einer Temperatur von 160 °C während 5 Stunden bis zur Erzielung einer Säurezahl von 40 bis 45 mg KOH/g. Das erhaltene siliziumhaltige Oligoesterimid, das eine Säurezahl von 37 mg KOH/g aufweist, löst man auf und gibt die Zusätze zu.

Die Eigenschaften des gehärteten Lacks sind in Tabelle 2 angeführt.

Beispiel 12

Dem analog zu Beispiel 1 erhaltenen sauren Esterimid gibt man 100 g (0,333 Mol) Epoxydharz EZK (N, N'', N''' - Triglycidylisocyanurat) der Formel:



zu und erhitzt das Gemisch bei einer Temperatur von 180 °C während 3 Stunden. Das erhaltene Oligoesterimid, das eine Säurezahl von 30 ml KOH/g aufweist, löst man auf und gibt die Zusätze analog zu Beispiel 1 zu.

Die Eigenschaften des gehärteten Lacks sind in Tabelle 2

angeführt.

Beispiel 13

Ein Glasgewebe wird mit einem Lack ohne Lösungsmittel der folgenden Zusammensetzung durchtränkt:
ungesättigtes Oligoesterimid 55 Gewichtsteile, Styrol 40,95 Gewichtsteile, tert. Butylperbenzoat 1 Gewichtsteil, Paste von Benzoylperoxid (50 % in Dibutylphthalat) 1 Gewichtsteil, p-Benzochinon 0,05 Gewichtsteile, Beschleuniger NK-2 (10%ige Lösung in Styrol) 2 Gewichtsteile.

Das in dem Lack verwendete ungesättigte Oligoesterimid erhält man durch Kondensation von 2 Mol N-2-Hydroxyäthylimid der cis-Methyltetrahydrophthalsäure, 2 Mol Maleinsäureanhydrid und 1 Mol niedermolekularem Epoxydharz ED-20 (der Formel, angeführt in Beispiel 1, in der $n = 0,3$ ist). Es enthält 40 Molprozent Imid und 20 Molprozent Epoxydharzbruchstücke.

Das durchtränkte Glasgewebe wird gepreßt und nach kontinuierlichem Verfahren bei einer Temperatur von 80 bis 160 °C während 10 bis 15 Minuten gehärtet.

Der erhaltene glasfaserverstärkte Plast weist folgende Kennwerte auf: elektrischer Volumenwiderstand $1,7 \cdot 10^{14}$ Ohm.cm bei 20 °C und $2,4 \cdot 10^{12}$ Ohm.cm bei 180 °C; dielektrischer Verlustfaktor $\tan \delta$ 0,006 bei 20 °C und 0,05 bei 180 °C; Biegebruchspannung 3012 kg/cm².

Der glasfaserverstärkte Plast kann längere Zeit bis 30000 Stunden bei Temperaturen bis 180 °C betrieben werden.

Beispiel 14

Ein Glasseidenstrang wird mit einem Lack ohne Lösungsmittel der folgenden Zusammensetzung durchtränkt:

ungesättigtes Oligoesterimid 50 Gewichtsteile, tert. Butylperbenzoat 1 Gewichtsteil, Paste von Benzoylperoxid (50 % in Dibutylphthalat) 1,5 Gewichtsteile, n-Benzochinon 0,1 Gewichtsteile, Beschleuniger NK-3. (10 %ige Lösung in Styrol) 1 Gewichtsteil durchtränkt.

Das ungesättigte Oligoesterimid erhält man durch Kondensation von 2 Mol N-2-Hydroxyäthylimid der Isomethyltetrahydrophthalsäure, 2 Mol Maleinsäureanhydrid und 1 Mol Epoxydharz ED-22 (nach Beispiel 1). Es enthält 40 Molprozent Imidbruchstück und 20 Molprozent Bruchstücke von Epoxydharz.

Der durchtränkte Glasseidenstrang wird geformt und nach kontinuierlichem Verfahren in Düsen bei einer Temperatur von 80 bis 160 °C während weniger Minuten gehärtet. Die Ziehgeschwindigkeit des Stranges durch die Düse beträgt 0,8 bis 1,5 m/min. Die erhaltenen Profilerzeugnisse sind für die Verwendung als Nutkeile, Stäbe u. a. m. bei Temperaturen bis 180 °C dauernd und bis 200 °C kurzzeitig (bis 5000 Stunden) geeignet.

Die Eigenschaften der Glasprofile sind in Tabelle 3 angeführt. Zum Vergleich sind in der Tabelle die Eigenschaften der Profile auf der Basis der gegenwärtig verwendeten Bindemittel, des ungesättigten Polyesterharzes PN-1 (Glasprofile der Marke SPP-P) und des Epoxydharzes ED-20, gehärtet mit dem Isomethyltetrahydrophthalsäureanhydrid in Gegenwart des Beschleunigers VII-606/2 ^{x)} (Glasprofile der Marke SPP-E), so-

x) Tris(dimethylaminomethyl)phenol

14.1.1980

WP C 08 G/213 846

(55 702/11)

wie die Eigenschaften der Glasprofile "Vacosit" der Firma Krempel (Bundesrepublik Deutschland) auf modifiziertem Epoxyd-bindemittel angeführt.

B e i s p i e l 15

Glasplatten werden mit einem Lack ohne Lösungsmittel der folgenden Zusammensetzung durchtränkt:

ungesättigtes Oligoesterimid 59 Gewichtsprozent, Styrol 34,9 Gewichtsprozent, tert. Butylperbenzoat 2 Gewichtsprozent, Paste von Benzoylperoxyd (50 % in Dibutylphthalat) 3 Gewichtsprozent, p-Benzochinon 0,1 Gewichtsprozent, Beschleuniger NK-3 1 Gewichtsprozent.

Das ungesättigte Oligoesterimid erhält man durch Kondensation von 2 Mol N-2-Hydroxyäthylimin der Isomethyltetrahydrophthalsäure, 2 Mol Maleinsäureanhydrid und 1 Mol Diglyzidylester des Dioxydiphenylpropans. Es enthält 40 Molprozent Imidbruchstücke und 20 Molprozent Epoxydbruchstücke.

Die durchtränkten Glasplatten werden zu 2 mm dicken Paketen zusammengelegt und bei einer Temperatur von 80 bis 160 °C während 10 bis 15 Minuten im Kontaktformverfahren geformt.

Die Eigenschaften des erhaltenen glasfaserverstärkten Plastes sind wie folgt: Biegebruchspannung 2800 kp/cm², elektrischer Volumenwiderstand bei 20 °C $5,3 \cdot 10^{14}$ Ohm.cm, bei 180 °C $4,3 \cdot 10^{12}$ Ohm.cm, Gewichtsverluste nach 30 Tagen Alterung bei 220 °C 2,1 %.

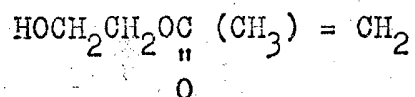
Der erhaltene glasfaserverstärkte Plast kann bei Temperaturen bis 180 °C betrieben werden.

Die mit dem Lack auf der Basis der erfindungsgemäßen Polyesterimidbindemittel durchtränkten glasfaserverstärkten Plaste können für die Herstellung einer großen Nomenklatur von Erzeugnissen (Tafeln, Zylinder, Profile usw.), die für die Verwendung als Isolations- und Konstruktionsmaterialien geeignet sind, breite Verwendung finden.

Das Bindemittel für glasfaserverstärkte Plaste vereinigt gute anwendungstechnische Eigenschaften, niedrige Härtungsgeschwindigkeit, die dem oben genannten Prototyp eigen sind, mit höherer thermischen und Temperaturwechselbeständigkeit, höheren physikalisch-mechanischen und dielektrischen Eigenschaften der auf seiner Basis erhaltenen fertigen glasfaserverstärkten Plaste.

Beispiel 16

Oligoesterimid, erhalten durch Kondensation von 2 Mol N-ß-Hydroxyäthylimid der Isomethyltetrahydrophthalsäure, 2 Mol Maleinsäureanhydrid oder Fumarsäure und 1 Mol Dianepoxydharz ED-22 oder ED-20, löst man in Styrol, inhibiert mit 2 % p-Benzochinon, auf. Der erhaltenen Lösung gibt man Monomethakrylester des Äthylenglykols der Formel:



zu.

Das Verhältnis des Oligoesterimids, des Styrols und des Esters in dem erhaltenen Lack beträgt 58 : 38 : 2. Den Lack

aktiviert man durch Zugabe von 1 % Initiator, tert. Butylperbenzoat, und 1 % 10%iger Lösung von Kobaltnaphthenat in Styrol als Beschleuniger.

Mit dem erhaltenen Lack durchtränkt man Modelle, Bündel, die aus 25 Verseilungen (Leiterpaare), hergestellt aus Lackdraht (emailliert mit dem Polyesterimidharz), bestehen, und härtet diese während 0,5 Stunden bei einer Temperatur von 130 bis 140 °C.

Für die auf diese Weise erhaltenen Modelle bestimmt man die mittlere Durchschlagsspannung zwischen den Leitern und den Variationskoeffizienten der Durchschlagsspannung im Ausgangszustand und im Prozeß der Alterung bei einer Temperatur von 175 °C. Die Prüfergebnisse sind in Tabelle 4 angeführt.

Beispiel 17

Man bereitet einen Lack analog zu Beispiel 16 mit einem Verhältnis der Komponenten Oligoesterimid/Styrol/ ungesättigter Ester von 50:43:5. Dem Lack gibt man 1% tert. Butylperbenzoat und 1 % Beschleuniger NK-3 zu.

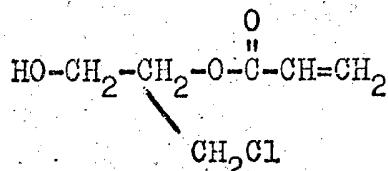
Man durchtränkt die Modelle und härtet sie analog zu Beispiel 16.

Die Prüfergebnisse sind in Tabelle 4 angeführt.

Beispiel 18

Man breitet einen Lack analog zu Beispiel 16 mit dem folgenden Verhältnis der Komponenten: ungesättigtes Oligoesterimid 50 Gewichtsteile, Styrol, inhibiert mit 0,2 % p-Benzochinon, 36,5 Gewichtsteile, monoakrylester des Chlormethyläthylengly-

kols der Formel:



10 Gewichtsteile, tert. Butylperbenzoat 1 Gewichtsteil, Paste von Benzoylperoxid (50 % in Dibutylphthalat) 1,5 Gewichtsteile, Beschleuniger NK-1 1 Gewichtsteil.

Beispiel 19

Ungesättigtes Oligoesterimid, erhalten durch Kondensation von 2 Mol N-ß-Hydroxyäthylimid der Methylendomethylenetetrahydrophthalsäure, 2,0 Mol Maleinsäureanhydrid und 1,3 Mol Epoxyddianharz ED-24, löst man in Styrol auf. Der erhaltenen Lösung gibt man Monomethakrylester des Äthylenglykols, Chloranyl als Inhibitor, tert. Butylperoktoat als Initiator und den Beschleuniger NK-3 (Kobaltnaphthenat in Form einer 10%igen Lösung in Styrol) zu. Die Komponenten des Lacks verwendet man in folgenden Mengen: Oligoesterimid 60 Gewichtsteile, Styrol 35 Gewichtsteile, Monomethakrylester des Äthylenglykols 3 Gewichtsteile, tert. Butylperoktoat 0,5 Gewichtsteile, Chloranyl 0,5 Gewichtsteile, Beschleuniger NK-3 1,5 Gewichtsteile.

Der erhaltene Lack besitzt Eigenschaften (Tabelle 4), die den Eigenschaften des Lacks nach Beispiel 17 analog sind.

Beispiel 20

Oligoesterimid, erhalten durch Kondensation von 2 Mol N-ß-Hydroxyäthylimid der Methylhexanhydrophthalsäure, 2 Mol

14.1.1980

WP C 08 G/213 846

(55 702/11)

Maleinsäureanhydrid und 1 Mol Epoxydharz ED-24, löst man in einem Gemisch von Vinyltoluol und α -Methylstyrol auf. Der Lösung gibt man Monomethakrylester des Äthylenglykols, p-Benzochinon als Inhibitor, Isopropylbenzolhydroperoxid als Initiator und Vandinpentoxid als Beschleuniger zu. Die Komponenten des Lacks nimmt man in folgenden Mengen: Oligoesterimid 50 Gewichtsprozent, Vinyltoluol 42 Gewichtsprozent, α -Methylstyrol 3 Gewichtsprozent, Monomethakrylester des Äthylenglykols 2 Gewichtsprozent, Isopropylbenzolhydroperoxyd 3 Gewichtsprozent, p-Benzochinon 0,05 Gewichtsprozent, Vanadinpentoxid 0,001 Gewichtsprozent.

Der erhaltene Lack besitzt Eigenschaften (Tabelle 4), die den Eigenschaften des Lacks nach Beispiel 16 analog sind.

Wie aus Tabelle 4 zu ersehen ist, weisen die Polyesterimidlacke ohne Lösungsmittel, die ungesättigte Hydroxyester der Akryl- oder Methakrylsäure enthalten, bedeutend bessere Verträglichkeit mit den Lackdrähten auf als Lacke, die solche Zusätze nicht enthalten.

B e i s p i e l 21

Heiztransformator für Speiseblöcke der Elektronenapparatur mit Windungsmagnetleiter und aus Lackdrähten mit Vinylformalinsolation hergestellten Wicklungen mit Zwischenschichteinlagen aus Kondensatorpapier und Zwischenwicklungseinlagen aus Kabelpapier durchtränkt man durch Eintauchen in einen Lack ohne Lösungsmittel mit einer Viskosität nach dem Viskosimeter B3-4 von 40 Sekunden (bei 20 °C) der folgenden Zusammensetzung: ungesättigtes Oligoesterimid nach Beispiel 1 48 Gewichtsteile, Epoxydharz ED-20 5 Gewichtsteile, Styrol 47 Gewichtsteile, p-Benzochinon 0,1 Gewichtsteile, p-Hydroxyäthylmethakrylat

14.1.1980

WP C 08 G/213 846

(55 702/11)

5 Gewichtsteile, Kobaltnaphthenat 0,3 Gewichtsteile, tert.
Butylperbenzoat 1 Gewichtsteil.

Das Durchtränken wird bei atmosphärischem Druck während 30 Minuten und einer Temperatur des Tränkbades von 25 bis 35 °C durchgeführt. Vor dem Durchtränken erhitzt man die Transformatoren auf eine Temperatur von 80 °C. Die durchtränkten Transformatoren hält man 5 bis 7 Minuten an der Luft zum Abfließen des überschüssigen Lacks und bringt sie in einen Trockenofen mit einer Temperatur von 150 bis 160 °C ein, wo man sie 30 Minuten hält. Innerhalb dieser Zeitspanne erhärtet der Lack vollständig. Die Gesamtdauer des Tränkprozesses und der Wärmebehandlung beträgt 1,5 Stunden. Die Kennwerte des durchtränkten Transformators sind wie folgt:
längere Betriebstemperatur 140 °C, Widerstand der Isolation bei der Betriebstemperatur 202 MOhm.

Tabelle 2

Kennwerte	Lack nach Beispiel 5	Lack nach Beispiel 6	Lack nach Beispiel 7	Lack nach Beispiel 8	Lack nach Beispiel 9	Lack nach Beispiel 10	Lack nach Beispiel 11	Lack nach Beispiel 12
Viskosität nach dem Viskosimeter B3-4 bei 200°C, s	80	20	135	120	110	35	54	90
Masseverluste nach 30 Tagen Lagerung bei 180°C	3,0	3,4	2,7	4,5	4,2	3,9	3,5	2,2
bei 200°C	5,1	6,3	7,0	6,8	7,3	7,9	5,8	3,8
bei 200°C	8,6	15,4	16,5	13,1	14,8	12	11,2	6,9
bei 250°C	12,1	-	-	-	-	-	-	9,8

Dielektrische Festig-

keit, kV/mm x)

Ohm.cm bei 20°C 5,1.10¹⁵ 1,6.10¹⁵ 7,6.10¹⁵ 2,4.10¹⁵ 3,1.10¹⁶ 4,3.10¹⁵

155°C 8,6.10¹¹ 2,4.10¹² 2,7.10¹² 1,2.10¹² 1,2.10¹² 8,4.10¹¹ 7,8.10¹¹ 1,3.10¹³

X) an Proben des gehärteten Lacks von 1 mm Dicke und 100 mm Durchmesser

Tabelle 3

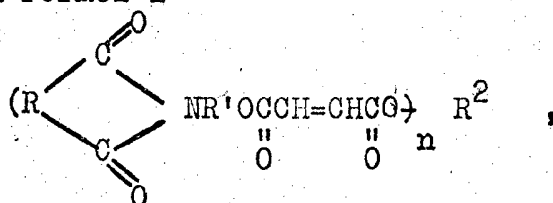
lfd. Nr.	K e n n w e r t e	nach Bei- spiel 14	SPP-7	SPP-E	"Vacosit"
1.	Betriebstemperatur, °C	188 °C	155	130	180
2.	Bruchspannung bei statischer Biegung, kp/cm ²	11500	10800	3000	9000
3.	Zugbruchspannung, kp/cm ²	9400	9000	5000	7000
4.	Spezifische Schlag- zähigkeit perpendi- kulär zu den Schich- ten, kp.cm/cm ²	330	350	220-250	250-350
5.	Durchschlagspannung längs der Fasern kV _{eff.}	29	25	20-23	25-30
6.	Spezifischer elektri- scher Oberflächenwider- stand, Ohm	$1,9 \cdot 10^{13}$	$2,0 \cdot 10^{13}$	10^{12}	10^{12}
7.	Wärmeformbeständigkeit nach Martens, °C	285	250	-	250
8.	Wasseraufnahme, %	0,4	0,25	0,7	0,2-0,3

Tabelle 4

Lfd. Nr.	L A C K	Mittlere Durchschlagsspannung im Prozeß der Alterung bei 175°C, kV				Variationskoeffizient im Prozeß der Alterung bei 175°C, %			
		Dauer der Alterung				Dauer der Alterung			
		Ausgangs.	1000	2000	3000	Ausgangs.	1000	2000	3000
		Std.	Std.	Std.	Std.	Std.	Std.	Std.	Std.
1.	nach Beispiel 16	8,7	6,5	4,6	3,9	9,8	22,1	28,3	30~
2.	nach Beispiel 16 ohne ungesättigter Ester	6,8	4,5	3,1	2,0	17,1	27	24,7	43
3.	nach Beispiel 17	8,1	8,1	5,7	4,3	10,6	14,8	23,5	30,5
4.	nach Beispiel 18	7,7	6,5	5,5	4,0	16,6	28	32,2	32,2
5.	Dobeckan FT-1040 Draht Terebeck 533 /der Firma Dr. Beck und Co., Bundesrepu- blik (Deutschland)	5,2	3,9	3,2	1,7	23,2	30,1	37,5	46,8
6.	Dobeckan FT-1060 Draht Terebeck (der Firma Dr. Beck und Co.)	6,2	5,0	2,7	1,4	13,3	21,0	11,4	42,0
7.	Bekanntes Mittel nach dem UdSSR-Patent Nr. 318227	6,9	4,1	2,9	1,6	11,8	27	35,8	47,2

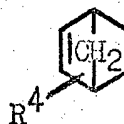
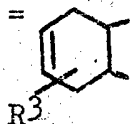
Erfindungsanspruch

1. Thermoreaktiver Lack ohne Lösungsmittel, welcher ein ungesättigtes Oligoesterimid, ein ungesättigtes Monomer, einen Initiator der freiradikalischen Polymerisation, einen Inhibitor und einen Beschleuniger enthält, gekennzeichnet dadurch, daß er als Oligoesterimid ein Oligomer der allgemeinen Formel I



worin R für ein unsubstituiertes oder substituiertes aromatisches oder hydriertes aromatisches zweiwertiges Radikal, R^1 für Alkylen, R^2 für den Rest eines nichthalogenierten Epoxydharzes steht, $n \geq 2$ ist, bei folgendem Verhältnis der Komponenten enthält: ungesättigtes Oligoesterimid 40 bis 65 Gewichtsteile, ungesättigtes Monomer 35 bis 55 Gewichtsteile, Inhibitor 0,5 bis 3,5 Gewichtsteile, Beschleuniger 0,05 bis 0,5 Gewichtsteile, Initiator 0,001 bis 1,0 Gewichtsteile.

2. Lack nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß er ein Oligoesterimid der genannten Formel I enthält, in der R =



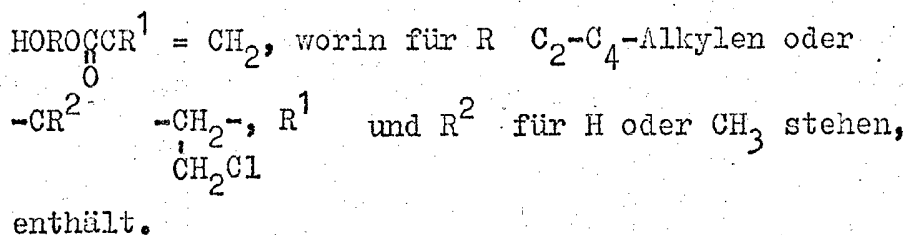
ist, worin R^3 und R^4 für H oder CH_3 stehen.

14.1.1980

WP C 08 G/213.846

(55 702/11)

3. Lack nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß er ein Oligoesterimid der genannten Formel I enthält, in der R^1 für $-(CH_2)_2-$ steht.
4. Lack nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß er zur Erhöhung der Hitzebeständigkeit und der Lagerbeständigkeit zusätzlich eine schwefelhaltige Verbindung, gewählt aus der aus Di- oder Polysulfiden, heterozyklischen Merkapto-derivaten oder Derivaten organischer Sulfosäuren bestehenden Gruppe, in einer Menge von 0,04 bis 1,3 Gewichtsteilen in 100 Gewichtsteilen Lack enthält.
5. Lack nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß zum Durchdrängen von Wicklungen der elektrischen Maschinen und Apparate und zur Verbesserung der Verträglichkeit mit den Lackdrähten, aus denen die Wicklungen hergestellt sind, dieser zusätzlich einen ungesättigten Hydroxyester der Akryl- oder Methakrylsäure der allgemeinen Formel II:



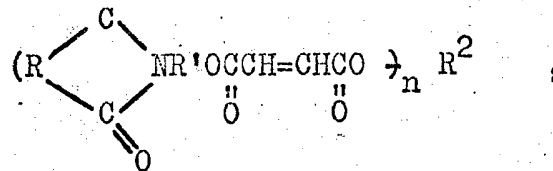
6. Lack nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß er zur Erhöhung der Elastizität zusätzlich einen ungesättigten Polyester elastischen Typs in einer Menge von 5 bis 20 Gewichtsteilen in 100 Gewichtsteilen Lack enthält.

14.1.1980

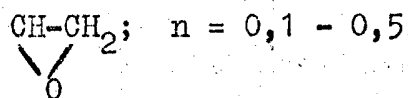
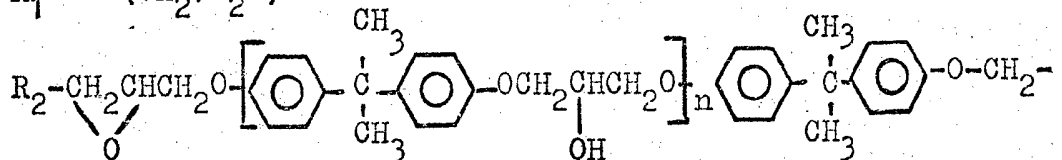
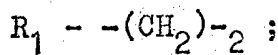
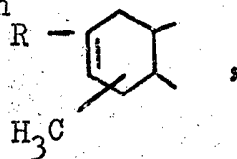
WP C 08 G/213 846

(55 702/11)

7. Lack nach Punkt 1 bis 5, gekennzeichnet dadurch, daß er zum Durchtränken von Wicklungen der elektrischen Maschinen und Apparate und zur Herstellung von glasfaserverstärkten Profil- und Tafelplatten ungesättigte Oligoesterimide der Formel



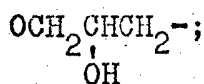
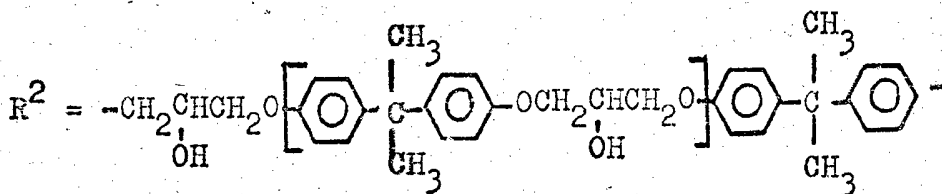
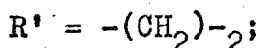
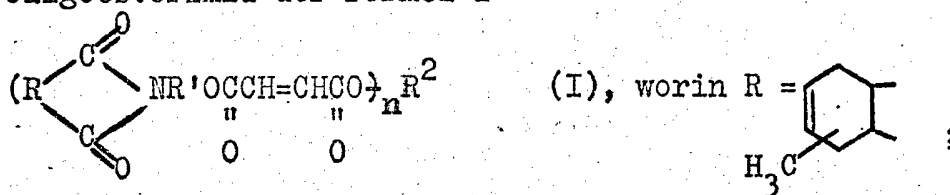
worin



bei folgendem Verhältnis der Komponenten enthält:

Oligoesterimid 50 Gewichtsteile, Monomethakrylester des Äthylenglykols 5,0 Gewichtsteile, p-Benzochinon 0,1 Gewichtsteile, Beschleuniger (10%ige Lösung von Kobaltnaphthenat in Styrol) 1,0 Gewichtsteile, Tetramethylthiuramdisulfid 0,05 Gewichtsteile, tert. Butylperbenzoat 1,0 Gewichtsteile.

8. Lack nach Punkt 1 bis 4 und 6, gekennzeichnet dadurch, daß er zum Durchtränken von Wicklungen der elektrischen Maschinen und Apparate und für die Herstellung von biegsamen glasfaserverstärkten Rollenplasten ein ungesättigtes Oligoesterimid der Formel I



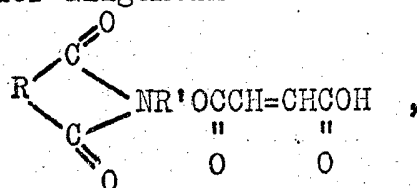
$$n = 0,1 - 0,5$$

bei folgendem Verhältnis der Komponenten enthält:

Oligoesterimid 50 Gewichtsteile, Diäthylenglykolmaleinatlactat 15 Gewichtsteile, Styrol 43,9 Gewichtsteile, Hydrochinon 0,1 Gewichtsteile, Beschleuniger (10%ige Lösung von Kobaltnaphthenat) 1,0 Gewichtsteile, Dithio-bisbenzthiazol 0,5 Gewichtsteile, tert. Butylperbenzoat 2,0 Gewichtsteile.

9. Verfahren zur Herstellung eines Lacks nach Punkt 1, das Synthese eines ungesättigten Oligoesterimids, dessen anschließende Auflösung in einem Monomer, Zugabe eines Inhibitors, eines Beschleunigers und eines Initiators der

freiradikalischen Polymerisation vorsieht, gekennzeichnet dadurch, daß man die Synthese des ungesättigten Oligoesterimids durch Kondensation eines sauren Esterimids der allgemeinen Formel



worin R für ein unsubstituiertes oder substituiertes aromatisches oder hydriertes aromatisches zweiwertiges Radikal, R¹ für Alkylen steht, oder des entsprechenden Hydroxylalkylimids und des Maleinsäureanhydrids, aus denen es erhalten werden kann, und der nichthalogenierten Epoxydharze, die mindestens zwei Epoxygruppen je Molekül enthalten, durchführt.

10. Verfahren nach Punkt 9, gekennzeichnet dadurch, daß man als Epoxydharze Harze auf der Basis von Bis- oder Polyphenole oder Glycidylester der Di- oder Polycarbonsäuren, zykloliphatische Harze, stickstoffhaltige Harze, siliziumorganische Harze verwendet.
11. Verfahren nach Punkt 9, gekennzeichnet dadurch, daß man dem Reaktionsgemisch in der Stufe der Synthese des ungesättigten Oligoesterimids schwefelhaltige Verbindungen in einer Menge von 0,1 bis 2 Gewichtsteilen je 100 Gewichtsteile Lack zugibt.
12. Verfahren nach Punkt 11, gekennzeichnet dadurch, daß man als schwefelhaltige Verbindungen Di- oder Polysulfide, heterozyklische Merkaptoderivate oder Derivate organischer Sulfosäuren verwendet.