

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 881 327**

51 Int. Cl.:

B32B 27/08	(2006.01) H01B 3/00	(2006.01)
B32B 27/34	(2006.01) C09D 179/08	(2006.01)
H01B 3/38	(2006.01) H02K 3/32	(2006.01)
H01B 17/62	(2006.01) H02K 3/34	(2006.01)
H02K 3/30	(2006.01) H02K 15/10	(2006.01)
H01F 1/18	(2006.01)	
B32B 27/28	(2006.01)	
B32B 27/36	(2006.01)	
H01B 3/30	(2006.01)	
H01B 3/42	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.05.2012 PCT/US2012/037558**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **15.11.2012 WO12155060**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.05.2012 E 12781654 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.06.2021 EP 2707219**

54 Título: **Película aislante de material compuesto**

30 Prioridad:

12.05.2011 US 201161485180 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.11.2021

73 Titular/es:

**ELANTAS PDG, INC. (100.0%)
5200 N. Second Street
St. Louis, Missouri 63147, US**

72 Inventor/es:

**MURRAY, THOMAS JAMES;
WINKELER, MARK GERARD y
RAWAL, HETA S.**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 881 327 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Película aislante de material compuesto

Campo técnico

5 Se divulga una película aislante de material compuesto para su uso en aplicaciones de aislamiento eléctrico. Las películas aislantes de material compuesto incluyen una capa de poli(amida)imida parcialmente curada que se ha aplicado a una capa de polímero base.

Antecedentes

10 Las composiciones de recubrimiento resinosas basadas en poli(amida)imida forman películas flexibles y duraderas y son particularmente útiles como esmaltes para alambre, barnices, adhesivos para productos laminados, pinturas y similares. Tales composiciones de recubrimiento a base de poli(amida)imida destacan particularmente por su capacidad de alta temperatura a largo plazo del orden de 220°C, lo que, además de sus otras cualidades, las hace particularmente útiles en aplicaciones de aislamiento eléctrico tales como para esmaltes de alambre magnético. Esto es en comparación con las composiciones de recubrimiento a base de poliéster y poliésterimida habituales que no tienen una resistencia al calor tan altamente continua.

15 Las poli(amida)imidias se preparan generalmente utilizando disolventes orgánicos relativamente costosos, se ha inhibido el uso económico de recubrimientos de amida-imida. Por lo tanto, ha sido habitual utilizar tales composiciones de poli(amida)imida como capas de recubrimiento sobre recubrimientos a base de poliéster o poliésterimida menos costosas.

20 Las películas de tereftalato de polietileno (PET) se utilizan ampliamente como películas aislantes eléctricas debido a sus propiedades mecánicas y eléctricas y sus costes de producción relativamente bajos. Sin embargo, las películas de PET poseen una baja resistencia térmica y, por lo tanto, se clasifican como aislamiento de Clase B o inferior. Las películas de poliaramida, tales como las disponibles comercialmente de Du Pont con la marca comercial NOMEX, muestran una resistencia térmica superior en comparación con las películas de PET, pero se ha informado sobre problemas de ruptura dieléctrica.

25 Las películas de poli(amida)imida muestran propiedades mecánicas, propiedades térmicas, resistencia a la abrasión y resistencia química que las hacen adecuadas como materiales de aislamiento eléctrico. Aunque las películas de poli(amida)imida muestran una serie de propiedades físicas superiores en comparación con las películas de poliaramida y poliéster, las consideraciones de coste y propiedades de las películas libres han obstaculizado la comercialización de películas de poli(amida)imida para aplicaciones de aislamiento eléctrico.

30 Por lo tanto, lo que se necesita en la técnica es un material de aislamiento eléctrico rentable que muestre una combinación adecuada de propiedades mecánicas, propiedades térmicas, resistencia a la abrasión y resistencia química.

Compendio

Se proporciona una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende una capa de película de polímero base; y una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada.

35 También se proporciona un procedimiento para preparar una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende proporcionar una capa de película de polímero base, fundir una capa de película de poli(amida)imida sobre dicha capa de película de polímero base y curar parcialmente dicha capa de película de poli(amida)imida.

40 Además, se proporciona un método para proporcionar aislamiento a un motor eléctrico o transformador que comprende proporcionar una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende una capa de película de polímero base y una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada sobre dicha capa de película base e insertar dicha película de material compuesto en una ranura de motor eléctrico o transformador.

Se proporciona adicionalmente un motor eléctrico o transformador que comprende un componente que se va a aislar y una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende una capa de película de polímero base y una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada sobre dicha capa de película base adyacente a dicho componente.

45 Se proporciona adicionalmente un método para proporcionar aislamiento a un motor eléctrico que comprende proporcionar un componente de motor eléctrico que tiene una ranura en el mismo e insertar una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende una capa de película de polímero base y una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada sobre dicha capa de película base en dicha ranura.

Breve descripción de los dibujos

50 La FIG. 1 es un gráfico que representa un análisis termomecánico (TMA) de una película de poli(amida)imida de alto peso molecular fundida sin curar.

La FIG. 2 es un gráfico que representa un análisis termomecánico (TMA) de una película de poli(amida)imida de alto peso molecular fundida completamente curada.

La FIG. 3 es un gráfico que representa un análisis de calorimetría de barrido diferencial modulada (mDSC) sobre una película de poli(amida)imida de alto peso molecular sin curar.

- 5 La FIG. 4 es un gráfico que representa un análisis de calorimetría de barrido diferencial (mDSC) que muestra los componentes de flujo de calor inverso y no inverso en el primer ciclo de calentamiento de una película de poli(amida)imida de alto peso molecular.

10 La FIG. 5 es un gráfico que representa un análisis de calorimetría de barrido diferencial (mDSC) que muestra el componente de flujo de calor inverso que muestra un segundo ciclo de calentamiento de una película de poli(amida)imida de alto peso molecular curada.

La FIG. 6 es un gráfico que representa un análisis termomecánico (TMA) de una película de poli(amida)imida de bajo peso molecular fundida sin curar.

La FIG. 7 es un gráfico que representa un análisis termomecánico (TMA) de una película de poli(amida)imida de bajo peso molecular fundida completamente curada.

- 15 La FIG. 8 es un gráfico que representa un análisis de calorimetría de barrido diferencial modulada (mDSC) que muestra los componentes de flujo de calor inverso y no inverso en el primer ciclo de calentamiento de una película de poli(amida)imida de bajo peso molecular.

20 La FIG. 9 es un gráfico que representa un análisis de calorimetría de barrido diferencial (mDSC) que muestra el componente de flujo de calor inverso que muestra un segundo ciclo de calentamiento de una película de poli(amida)imida de bajo peso molecular curada.

Descripción detallada

25 Se divulga una película aislante de material compuesto flexible y autoportante. La película aislante de material compuesto incluye una capa de película de polímero base y una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada en contacto adyacente con una superficie de la capa de película de polímero base. De acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas de la película aislante de material compuesto, la capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada se funde sobre una superficie de la capa de película de polímero base.

30 Sin limitación, y solo a modo de ilustración, la capa de película de polímero base de la película aislante de material compuesto se puede seleccionar entre una película de poliamida, una película de poliimida, una película de poliéster tal como poliestertereftalato (PET) o poliesternafatenato (PEN), una película de polietersulfona, una película de polisulfona o una película de polieterimida. De acuerdo con determinadas realizaciones ilustrativas, la capa de película de polímero base de la película aislante de material compuesto comprende una película de poliéster. De acuerdo con esta realización, la película aislante de material compuesto comprende una capa de película de polímero base de un poliéster que tiene una capa de película de poli(amida)imida aplicada o depositada de otro modo sobre al menos una porción de la capa de película de poliéster base.

35 La película aislante de material compuesto que comprende una capa de película de polímero base de un poliéster y que tiene una capa de película de poli(amida)imida aplicada sobre la misma puede tener un espesor de aproximadamente 50,8 μm (2 mil) a aproximadamente 508 μm (20 mil). De acuerdo con determinadas realizaciones ilustrativas, la película aislante de material compuesto puede tener un espesor total de aproximadamente 63,5 μm (2,5 mil) a aproximadamente 406,4 μm (16 mil). La capa de poli(amida)imida parcialmente curada de la película aislante de material compuesto puede tener un espesor de aproximadamente 2,54 μm (0,1) a aproximadamente 127 μm (5 mil). De acuerdo con determinadas realizaciones ilustrativas, la capa de poli(amida)imida de la película aislante de material compuesto puede tener un espesor de aproximadamente 12,7 μm (0,5) a aproximadamente 50,8 μm (2 mil). La capa de poli(amida)imida se puede aplicar a una o ambas superficies con orientación opuesta de la capa de poliéster. La naturaleza delgada de la película de material compuesto muestra flexibilidad, suficiente integridad estructural para ser insertada en la ranura del motor eléctrico y muestra un índice térmico de hasta aproximadamente 220°C.

45 La película aislante de material compuesto flexible y autoportante se puede preparar mediante un procedimiento que incluye proporcionar una capa de película de polímero base y aplicar una capa de poli(amida)imida sobre una superficie de la capa de película de polímero base. La película de material compuesto se puede preparar proporcionando primero la capa de película de polímero base y fundiendo una capa de película de poli(amida)imida sobre una superficie de la capa de película de polímero base. De acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas, la capa de película de poli(amida)imida se funde sobre una superficie principal de la capa de polímero base. Sin embargo, de acuerdo con otras realizaciones ilustrativas, la capa de poli(amida)imida se puede fundir sobre ambas superficies principales con orientaciones opuestas de la capa de polímero base. La capa o capas de poli(amida)imida se curan parcialmente a continuación. Esto proporciona una película de material compuesto flexible y autoportante que tiene una integridad estructural que hace que la película sea adecuada para su inserción en una ranura de un motor eléctrico.

El procedimiento para preparar la película aislante de material compuesto incluye proporcionar una capa de película de polímero base que se selecciona entre una película de poliamida, una película de poliimida, una película de poliéster, una película de polietersulfona, una película de polisulfona o una película de polieterimida. El procedimiento incluye seleccionar o preparar una capa de película de polímero base de una película de poliéster que tiene un espesor de aproximadamente 50,8 μm (2 mil) a aproximadamente 355,6 μm (14 mil). Se aplica una capa de película de poli(amida)imida a una superficie de la capa de película de poliéster base. A modo de ejemplo, la capa de película de poli(amida)imida se funde sobre la superficie de la capa de película de poliéster base. La poli(amida)imida se puede fundir sobre la capa de poliéster base para lograr un espesor de aproximadamente 12,7 μm (0,5 mil) a aproximadamente 50,8 μm (2 mil). La capa de poli(amida)imida se puede fundir sobre una o ambas superficies con orientación opuesta de la capa base de poliéster.

Una vez que la capa de película de poli(amida)imida se funde sobre la superficie de la capa de poliéster base, a continuación la capa de poli(amida)imida se cura parcialmente para obtener una película aislante de material compuesto que es flexible y autoportante. La capa de película de poli(amida)imida se puede curar parcialmente calentando la capa a una temperatura de aproximadamente 100°C a aproximadamente 260°C durante aproximadamente 20 segundos a aproximadamente 60 minutos. Alternativamente, la capa de película de poli(amida)imida se puede curar parcialmente calentando la capa a una temperatura de aproximadamente 150°C a aproximadamente 180°C durante aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 10 minutos.

No hay limitación para la poli(amida)imida como resina básica que se puede utilizar para preparar la película aislante de material compuesto. Se puede utilizar una poliamida-imida, por ejemplo, obtenida por reacción directa de un anhídrido de ácido tricarboxílico y diisocianatos en un disolvente polar u obtenida por reacción de un anhídrido de ácido tricarboxílico con diaminas en un disolvente polar para introducir enlaces imida y a continuación llevar a cabo la amidación con diisocianatos, de la manera habitual. Un método ilustrativo adicional es la reacción de cloruro de anhídrido de ácido tricarboxílico con diaminas en un disolvente polar.

En cuanto al anhídrido de ácido tricarboxílico que se puede utilizar para preparar esta resina básica para la capa formadora de película, generalmente se utiliza un anhídrido de ácido trimelítico. Se utilizan una variedad de anhídridos carboxílicos para elaborar poli(amida)imidadas. Estos incluyen, pero no se limitan a: anhídrido trimelítico (TMA); anhídrido 2,6,7-naftaleno tricarboxílico; anhídrido 3,3',4'-difenil tricarboxílico; anhídrido 3,3',4'-benzofenona tricarboxílico; anhídrido 1,3,4-ciclopentano tetracarboxílico; anhídrido 2,2',3'-difenil tricarboxílico; anhídrido de difenil sulfona 3,3',4'-tricarboxílico; anhídrido de difenil isopropilideno 3,3',4'-tricarboxílico; anhídrido 3,4,10-perileno tricarboxílico; anhídrido 3,4-dicarboxifenil 3-carboxifeniléter; anhídrido etileno tricarboxílico; anhídrido 1,2,5-naftaleno tricarboxílico.

Una parte de la cantidad de anhídrido de ácido tricarboxílico se puede reemplazar por un anhídrido de ácido tetracarboxílico cuando este reaccione. En cuanto al anhídrido de ácido tetracarboxílico en este caso, se puede utilizar, por ejemplo, dianhídrido de ácido piromelítico, dianhídrido de ácido 3,3',4,4'-benzofenonetetracarboxílico o similares. Adicionalmente, una parte de la cantidad de anhídrido de ácido tricarboxílico se puede reemplazar por otro ácido o anhídrido de ácido, por ejemplo, ácido trimelítico, ácido isoftálico, ácido adípico, ácido maleico o tereftálico.

Los ejemplos no limitantes de los diisocianatos que pueden reaccionar con el anhídrido de ácido tricarboxílico incluyen diisocianatos aromáticos tales como diisocianato de 4,4'-difenilmetano y diisocianato de tolieno, y los ejemplos de la diamina incluyen diaminas aromáticas tales como m-fenilendiamina, 4,4'-diaminodifeniléter, 1,2-etilendiamina, 4,4'-diaminodifenilmetano, 4,4'-diaminodifenilsulfona y 4,4'-diaminobenzofenona.

De acuerdo con ciertas realizaciones, la resina de poli(amida)imida se puede utilizar combinada con una o más de otras resinas compatibles para preparar la película aislante de material compuesto. Por ejemplo, y sin limitación, la resina de poli(amida)imida se puede utilizar combinada con una o más de las siguientes resinas compatibles para preparar la película aislante de material compuesto: poliimidadas, polieterimida, polisulfona, polietersulfona, alcohol polivinílico, polivinilbutiral, polietercetona, resinas fenoxi y combinaciones de las mismas.

Las resinas compatibles adicionales se pueden utilizar combinadas con la resina de poli(amida)imida para mejorar una variedad de diferentes propiedades de rendimiento de la película de aislamiento de material compuesto. Por ejemplo, las una o más resinas adicionales se pueden utilizar combinadas con la resina de poli(amida)imida para mejorar la adherencia, resistencia térmica y/o flexibilidad de la película aislante de material compuesto resultante. De acuerdo con determinadas realizaciones ilustrativas, la película de poli(amida)imida se puede utilizar combinada con polietersulfona para mejorar la adherencia de la película aislante de material compuesto resultante al aluminio. Por ejemplo, y sin limitación, la polietersulfona se puede combinar con la poli(amida)imida en una cantidad de aproximadamente 1 por ciento en peso a aproximadamente 99 por ciento en peso.

La presente divulgación también incluye un método para proporcionar aislamiento a un motor eléctrico o transformador. El método en el que se proporciona aislamiento a un motor eléctrico o transformador incluye proporcionar una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende una capa de película de polímero base y una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada sobre la capa de película base e insertar la película de material compuesto en una ranura de motor eléctrico o transformador.

Las siguientes aminas no limitantes pueden ser útiles solas o en mezclas: p-xileno diamina, bis(4-aminociclohexil)

metano, hexametilén diamina, heptametilén diamina, octametilén diamina, nonametilén diamina, decametilén diamina, 3-metil-heptametilén diamina, 4,4'-dimetilheptametilén diamina, 2,11-diamino-dodecano, 1,2-bis-(3-amino-propoxi)etano, 2,2-dimetilpropilén diamina, 3-metoxi-hexametilén diamina, 2,5-dimetilhexametilén diamina, 2,5-dimetilheptametilén diamina, 5-metilnonametilén diamina, 1,4-diamino-ciclo-hexano, 1,12-diamino-octadecano, 2,5-diamino-1,3,4-oxadiazol, $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$, $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$, $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$, meta-fenilén diamina, para-fenilén diamina, 4,4'-diamino-difenilpropano, 4,4'-diamino-difenilmetanbencidina, sulfuro de 4,4'-diamino-difenil , 4,4'-diamino-difenil sulfona, 3,3'-diamino-difenil sulfona, 4,4'-diamino-difeniléter, 2,6-diamino-piridina, bis(4-amino-fenil)dietil silano, bis(4-amino-fenil)difenil silano, [óxido de bis(4-amino-fenil)fosfina, 4,4'-diaminobenzofenona, bis(4-amino-fenil)-N-metilamina, bis(4-aminobutil)tetrametildisiloxano, 1,5-diaminonaftaleno, 3,3'-dimetil-4,4'-diamino-bifenilo, 3,3'-dimetoxi bencidina, 2,4-bis(beta-amino-t-butil)tolueno, tolueno diamina, bis(para-beta-amino-t-butil-fenil)éter, para-bis(2-metil-4-amino-pentil)benceno, para-bis(1,1-dimetil-5-amino-pentil)benceno, m-xililén diamina y polimetilén polianilina.

Se puede utilizar cualquier poliisocianato, es decir, cualquier isocianato que tenga dos o más grupos isocianato, bloqueados o desbloqueados, para preparar poliamida-imidas. Los poliisocianatos que son útiles solos o en mezcla incluyen: diisocianato de tetrametileno, diisocianato de hexametileno, diisocianato de 1,4-fenileno, diisocianato de 1,3-fenileno, diisocianato de 1,4-ciclohexileno, diisocianato de 2,4-tolileno, diisocianato de 2,5-tolileno, diisocianato de 2,6-tolileno, diisocianato de 3,5-tolileno, diisocianato de 4-cloro-1,3-fenileno, diisocianato de 1-metoxi-2,4-fenileno, diisocianato de 1-metil-3,5-dietil-2,6-fenileno, diisocianato de 1,3,5-trietil-2,4-fenileno, diisocianato de 1-metil-3,5-dietil-2,4-fenileno, diisocianato de 1-metil-3,5-dietil-6-cloro-2,4-fenileno, diisocianato de 6-metil-2,4-dietil-5-nitro-1,3-fenileno, diisocianato de p-xilileno, diisocianato de m-xilileno, diisocianato de 4,6-dimetil-1,3-xilileno, 1,3-dimetil-4,6-bis-(b-isocianatoetil)-benceno, 3-(a-isocianatoetil)-fenilisocianato, diisocianato de 1-metil-2,4-ciclohexileno, diisocianato de 4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dietoxi-4,4'-bifenileno, 1,1-bis-(4-isocianatofenil)ciclohexano, 4,4'-diisocianato-difeniléter, 4,4'-diisocianato-diciclohexilmetano, 4,4'-diisocianato-difenilmetano, 4,4'-diisocianato-3,3'-dimetildifenilmetano, 4,4'-diisocianato-3,3'-diclorodifenilmetano, 4,4'-diisocianato-difenildimetilmetano, diisocianato de 1,5-naftileno, diisocianato de 1,4-naftileno, 4,4',4"-trisisocianato-trifenilmetano, 2,4,4'-trisisocianatodifeniléter, 2,4,6-trisisocianato-1-metil-3,5-dietilbenceno, 4,4'-diisocianato de o-tolidina , 4,4'-diisocianato de m-tolidina, 4,4'-diisocianato de benzofenona, trisisocianatos biuret e isocianato de polimetilénpolifenileno.

Se divulga adicionalmente un motor eléctrico o transformador que comprende un componente que se va a aislar; y una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende una capa de película de polímero base y una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada sobre la capa de película base que se coloca adyacente al componente que se está aislando. La película aislante de material compuesto se puede utilizar en un estator trifásico típico con revestimientos de ranura. El estator se coloca dentro de una carcasa y tiene un rotor en el centro. El material metálico del estator comprende el núcleo. En las ranuras se insertan revestimientos de ranura de forma adecuada (tal como, por ejemplo, en forma de C). A continuación, las bobinas de cobre se insertan en las ranuras, utilizando el revestimiento de película aislante de material compuesto como una barrera de aislamiento entre el núcleo y las bobinas de cobre. Se inserta una segunda pieza de material que es la inversa del revestimiento de la ranura (también en forma de C), que en la técnica se denomina "cuña", para mantener el cobre en la ranura para que no se mueva.

La película aislante eléctrica de material compuesto ha sido sometida a prueba para determinar sus propiedades de fabricación. El material mostró un rendimiento superior en cuanto a su capacidad para ser cortado, troquelado, laminado y procesado de otro modo. El corte con cuchilla de arrastre de piezas pequeñas también se pudo llevar a cabo sin problemas. El corte con láser del material también se realizó sin problemas o ni carbonizados que normalmente se asocian con los materiales basados en NOMEX. También se examinó la formación de cuñas en un procedimiento automatizado, y la película de material compuesto funcionó muy bien con el manguito y la inserción en una línea automatizada sin rayado ni deslaminado. La inserción del cable en las ranuras del motor mostró una resistencia mínima en comparación con otros materiales conocidos.

Se divulga adicionalmente un método para proporcionar aislamiento a un motor eléctrico que comprende proporcionar un componente de motor eléctrico que tiene una ranura en el mismo. Se inserta en la ranura una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende una capa de película de polímero base y una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada sobre la capa de película base.

Los siguientes ejemplos se exponen para describir las películas aislantes de material compuesto y los métodos con mayor detalle y con fines ilustrativos. Los siguientes ejemplos no se deben interpretar como limitantes de las películas aislantes de material compuesto o el método de preparación de ninguna manera.

EJEMPLOS

55 Ejemplo 1: Síntesis de poli(amida)imida de alto peso molecular.

Se añadieron en un matraz de 3L equipado con termopar, condensador de agua, entrada de nitrógeno y agitador de palas accionado por aire, 916,7 g de N-metil-2-pirrolidona (NMP) con agitación (flujo de nitrógeno 0,5 L/min). Se añadieron con agitación anhídrido trimelítico (107,2 g, 0,558 moles) y 4,4' diisocianato de difenilmetano (153,5 g, 0,614 moles). La mezcla de reacción se calentó a 93°C y se mantuvo a esa temperatura durante aproximadamente una hora,

5 y a continuación se calentó a 120°C y se mantuvo durante aproximadamente una hora. A continuación, la mezcla de reacción se calentó a 138-150°C y la viscosidad se controló mediante un tubo G-H (se extrajeron 15 g de muestra del matraz y se diluyeron a 20 g en NMP para medir la viscosidad). Cuando la viscosidad alcanzó Z, se detuvo el calentamiento y se añadieron 300 g de NMP. Al enfriar a 100°C, se añadieron 4,4 g de n-butanol y 90,7 g de NMP. Un análisis del producto de reacción reveló 15,9% de sólidos (después de 2 horas a 200°C) y una viscosidad de 2.751 mPa s (cps) a 25°C.

Ejemplo 2: Síntesis de poli(amida)imida de peso molecular intermedio.

10 Se añadieron en un matraz de 3 L equipado con termopar, condensador de agua, entrada de nitrógeno y agitador de palas accionado por aire, 916,7 g de N-metil-2-pirrolidona (NMP) con agitación (flujo de nitrógeno 0,5 L/min). Se añadieron anhídrido trimelítico (107,2 g, 0,558 moles) y 4,4' diisocianato de difenilmetano (153,5 g, 0,614 moles). La mezcla de reacción se calentó a 93°C y se mantuvo durante una hora y a continuación se calentó a 120°C y se mantuvo durante 1 hora. Después, la mezcla de reacción se calentó a 138-150°C y la viscosidad se controló mediante un tubo G-H (se extrajeron 15 g de muestra del matraz y se diluyeron a 20 g en NMP para medir la viscosidad). Cuando la viscosidad alcanzó S, se detuvo el calentamiento y se añadieron 300 g de NMP. Al enfriar a 100°C, se añadieron 4,4 g de n-butanol y 90,7 g de NMP. Un análisis del producto de reacción reveló 15,4% de sólidos (después de 2 horas a 200°C) y una viscosidad de 506 mPa s (cps) a 25°C.

Ejemplo 3: Síntesis de poli(amida)imida de bajo peso molecular.

20 Se añadieron en un matraz de 3L equipado con termopar, condensador de agua, entrada de nitrógeno y agitador de palas accionado por aire, 500,1 g de N-metil-2-pirrolidona (NMP) con agitación (flujo de nitrógeno 0,5 L/min). Se añadieron anhídrido trimelítico (124,2 g, 0,646 moles) y 4,4' diisocianato de difenilmetano (161,6 g, 0,646 moles) con agitación. La mezcla de reacción se calentó a 93°C y se mantuvo durante una hora y a continuación se calentó a 120°C y se mantuvo durante 1 hora. La viscosidad se controló mediante un tubo G-H (se extrajo una muestra de 45 g del matraz y se diluyó a 66 g en NMP para medir la viscosidad). Cuando la viscosidad alcanzó Z, se detuvo el calentamiento y se añadieron 125 g de NMP. Al enfriar a 100°C, se añadieron 2,3 g de metanol y 165 g de NMP. Un análisis del producto de reacción reveló 25,4% de sólidos (después de 2 horas a 200°C) y una viscosidad de 2.402 mPa s (cps) a 25°C.

Las soluciones de resina se fundieron sobre un soporte de vidrio y se curaron parcialmente a 150°C durante 60 minutos, seguido de un curado completo a 260°C durante 20 minutos. Las propiedades de las películas de poli(amida)imida curadas de bajo, intermedio y alto peso molecular se exponen a continuación en las Tablas 1A y 1B.

30 Propiedades de la película curada

Tabla 1A

Ejemplo	Mn	Resistencia a la tracción MPa (PSI)	Módulo de tracción MPa (PSI)
1	7000	frágil	frágil
2	14000	96,53 (14000)	3033,7 (440000)
3	36000	110,32 (16000)	2275,27 (330000)

Tabla 1B

Muestra	Tg (°C)	Resistencia al desgarro de Elmendorf (g/μm) ((gm/mil))	Resistencia al desgarro de Graves (N/μm) ((lbf/mil))
1	270	frágil	frágil
2	270	0,22 (5,7)	0,245 (1,4)
3	250	0,32 (8)	0,315 (1,8)

35 Las propiedades de la película curada de resistencia a la tracción y módulo de tracción indicadas en la Tabla 1A se obtuvieron de acuerdo con -ASTM D-882-91 Método A.

La resistencia al desgarro de Elmendorf se obtuvo de acuerdo con ASTM D-1922-89.

La resistencia al desgarro de Graves se obtuvo de acuerdo con ASTM-D-1004-90.

Propiedades de la película sin curar

40 Las soluciones de resina de poli(amida)imida se fundieron sobre el lado frontal y posterior de una película de poliéster PET base (100 μm(micrómetros)) utilizando un método de recubrimiento de ranuras. A continuación, la película de

material compuesto se secó en un horno a 175°C durante más o menos 2 minutos para eliminar todo el disolvente dejando 12,5 µm (micrómetros) de una capa de PAI parcialmente curada en los lados frontal y posterior de la película de PET. Las propiedades mecánicas (elongación, módulo de tracción, resistencia a la tracción) y resistencia al desgarro de las películas aislantes de material compuesto que comprenden una capa de película de poliéster y que incluyen capas de poli(amida)imida sin curar se exponen en las Tablas 2A y 2B a continuación.

La capa de poli(amida)imida se puede retirar de la base de PET y examinar el estado de curado mediante calorimetría de barrido diferencial modulada (Figura 3). Se observa una exotermia amplia entre 50-200°C que es un evento de flujo de calor no reversible (Figura 4). Esto sugiere que posiblemente se esté produciendo un evento de curado en estas condiciones. Un segundo calentamiento muestra una transición vítrea de más o menos 270°C que muestra las propiedades de la película completamente curada (Figura 5).

La película parcialmente curada también se confirma mediante análisis termomecánico (TMA). El TMA de la película de poli(amida)imida parcialmente curada muestra una transición vítrea potencial a 115-127°C (Figura 1). Una película completamente curada (260°C durante 30 minutos) muestra una transición vítrea a más o menos 250-270°C mediante este método (Figura 2). Las Figuras 6-9 representan el mismo análisis térmico de la película de PAI de bajo Mw que se fundió sobre un polímero base de PET.

Tabla 2A - Resistencia al desgarro

Muestra	Resistencia al desgarro (kg/cm) ((lb/in))
PAI de alto Mw/PET/PAI de alto Mw, 125 micrómetros	269,66 (1510)
PAI de bajo Mw/PET/PAI de bajo Mw 125 micrómetros	317,69 (1779)
NMN, 125 micrómetros	336,8 (1886)
Mylar, 87,5 micrómetros	485,38 (2718)

Tabla 2B - Propiedades de tracción

Muestra	Elongación	Resistencia a la tracción MPa (PSI)	Módulo de tracción MPa (PSI)
PAI de alto Mw/PET/PAI de alto Mw, 125 micrómetros	28,64%	73,84 (10710)	341,13 (49477)
PAI de bajo Mw/PET/PAI de bajo Mw 125 micrómetros	61,52%	98,29 (14256)	166,16 (24099)
NMN, 125 micrómetros	18,16%	87, 15 (12640)	481,79 (69878)
Mylar, 87,5 micrómetros	21,36%	136,06 (19734)	638,44 (92598)

Las propiedades de resistencia al desgarro indicadas en la Tabla 2A se obtuvieron de acuerdo con ASTM D624.

Las propiedades de tracción de resistencia a la tracción y módulo de tracción se obtuvieron de acuerdo con ASTM D638.

La resistividad volumétrica de las películas aislantes de material compuesto que comprenden una capa de película de PET y que incluyen capas de poli(amida)imida parcialmente curada se exponen en la Tabla 3 a continuación.

Tabla 3

Muestra	Resistividad volumétrica Ohm-cm
PAI de alto Mw/Mylar/PAI de alto Mw, 125 micrómetros	1,16 x 10 ¹⁶
PAI de bajo Mw/Mylar/PAI de bajo Mw 125 micrómetros	1,59 x 10 ¹⁶
NMN, 125 micrómetros	2,23 x 10 ¹⁶
Mylar, 87,5 micrómetros	9,16 x 10 ¹⁵

Los valores de resistividad volumétrica se obtuvieron de acuerdo con ASTM D257.

La ruptura dieléctrica de las películas aislantes de material compuesto que comprenden una capa de película de poliéster y que incluyen capas de poli(amida)imida parcialmente curada se exponen en la Tabla 4 a continuación.

Tabla 4

Muestra	Ruptura dieléctrica kV/μm (KV/MIL)
PAI de alto Mw/Mylar/PAI de alto Mw, 125 micrómetros	0,098 (2,48)
PAI de bajo Mw/Mylar/PAI de bajo Mw 125 micrómetros	0,108 (2,76)
NMN, 125 micrómetros	0,071 (1,81)
Mylar, 87,5 micrómetros	0,18 (4,58)

Los valores de ruptura dieléctrica se obtuvieron de acuerdo con ASTM D-115.

- 5 Las películas aislantes de material compuesto que comprenden una capa de película de poliéster y que incluyen capas de poli(amida)imida sin curar se sometieron a pruebas de resistencia química. Los resultados de la prueba de resistencia química se muestran en la Tabla 5 a continuación. El material se sumergió en cada uno de los disolventes/soluciones siguientes durante un día. A continuación se observó el material en busca de cambios físicos.

Tabla 5

Disolvente	PAI de alto Mw/Mylar/PAI de alto Mw, 125 μm (micrómetros)	PAI de bajo Mw/Mylar/PAI de bajo Mw 125 μm (micrómetros)	NMN, 125 μm (micrómetros)	Mylar, 87,5 μm (micrómetros)
1 día				
Acetona	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio
Etanol	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio
Tolueno	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio
20% HCl	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio
50% Ácido acético	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio
25% Ácido sulfúrico	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio	Ningún cambio

REIVINDICACIONES

1. Una película aislante de material compuesto flexible y autoportante que comprende:
una capa de película de polímero base; y
una capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada,
- 5 en donde dicha capa de película de polímero base se selecciona entre una película de poliamida, una película de poliimida, una película de poliéster, una película de polietersulfona, una película de polisulfona o una película de polieterimida.
2. La película aislante de material compuesto de la reivindicación 1, en donde dicha capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada se funde sobre una superficie principal de dicha capa de película de polímero base.
- 10 3. La película de material compuesto de la reivindicación 1, en donde dicha capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada se funde sobre ambas superficies principales con orientación opuesta de dicha capa de película de polímero base.
4. La película aislante de material compuesto de la reivindicación 1, en donde dicha capa de película de polímero base comprende una película de poliéster seleccionada del grupo que consiste en tereftalato de polietileno, naftalato de polietileno y tereftalato de polibutileno.
- 15 5. Un procedimiento para preparar una película de material compuesto flexible y autoportante que comprende:
proporcionar una capa de película de polímero base;
fundir una capa de película de poli(amida)imida sobre al menos una de las superficies principales con orientación opuesta de dicha capa de película de polímero base; y
- 20 curar parcialmente dicha capa de película de poli(amida)imida,
donde la capa de película de polímero base se selecciona entre una película de poliamida, una película de poliimida, una película de poliéster, una película de polietersulfona, una película de polisulfona o una película de polieterimida.
6. El procedimiento de la reivindicación 5, en donde dicha capa de película de poli(amida)imida parcialmente curada se funde sobre ambas superficies principales con orientación opuesta de dicha capa de película de polímero base.
- 25 7. El procedimiento de la reivindicación 5, en donde la provisión dicha capa de película de polímero base comprende proporcionar dicha película de poliéster seleccionada del grupo que consiste en tereftalato de polietileno, naftalato de polietileno y tereftalato de polibutileno.
8. El procedimiento de la reivindicación 7, en donde la provisión dicha película de poliéster comprende proporcionar una película de poliéster que tiene un espesor de aproximadamente $5,1 \times 10^1 \mu\text{m}$ (2 mil) a aproximadamente $3,6 \times 10^2 \mu\text{m}$ (14 mil).
- 30 9. El procedimiento de la reivindicación 8, en donde la fundición dicha capa de película de poli(amida)imida sobre dicha capa de película de polímero base comprende fundir una capa de poli(amida)imida que tiene un espesor de aproximadamente $1,3 \times 10^1 \mu\text{m}$ (0,5 mil) a aproximadamente $5,1 \times 10^1 \mu\text{m}$ (2 mil).
10. El procedimiento de la reivindicación 5, en donde dicha capa de película de poli(amida)imida se cura parcialmente calentando dicha capa a una temperatura de aproximadamente 100°C a aproximadamente 260°C durante aproximadamente 20 segundos a aproximadamente 60 minutos.
- 35 11. Un método para proporcionar aislamiento a un motor eléctrico o transformador que comprende:
proporcionar una película de material compuesto flexible y autoportante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10; e
insertar dicha película de material compuesto en una ranura de motor eléctrico o transformador.
- 40 12. Un motor eléctrico o transformador que comprende:
un componente que se va a aislar; y
la película de material compuesto flexible y autoportante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 situada adyacente a dicho componente.
13. Un método para proporcionar aislamiento a un motor eléctrico que comprende:
- 45 proporcionar un componente de motor eléctrico que tiene una ranura en el mismo; e

insertar la película de material compuesto flexible y autoportante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en dicha ranura.

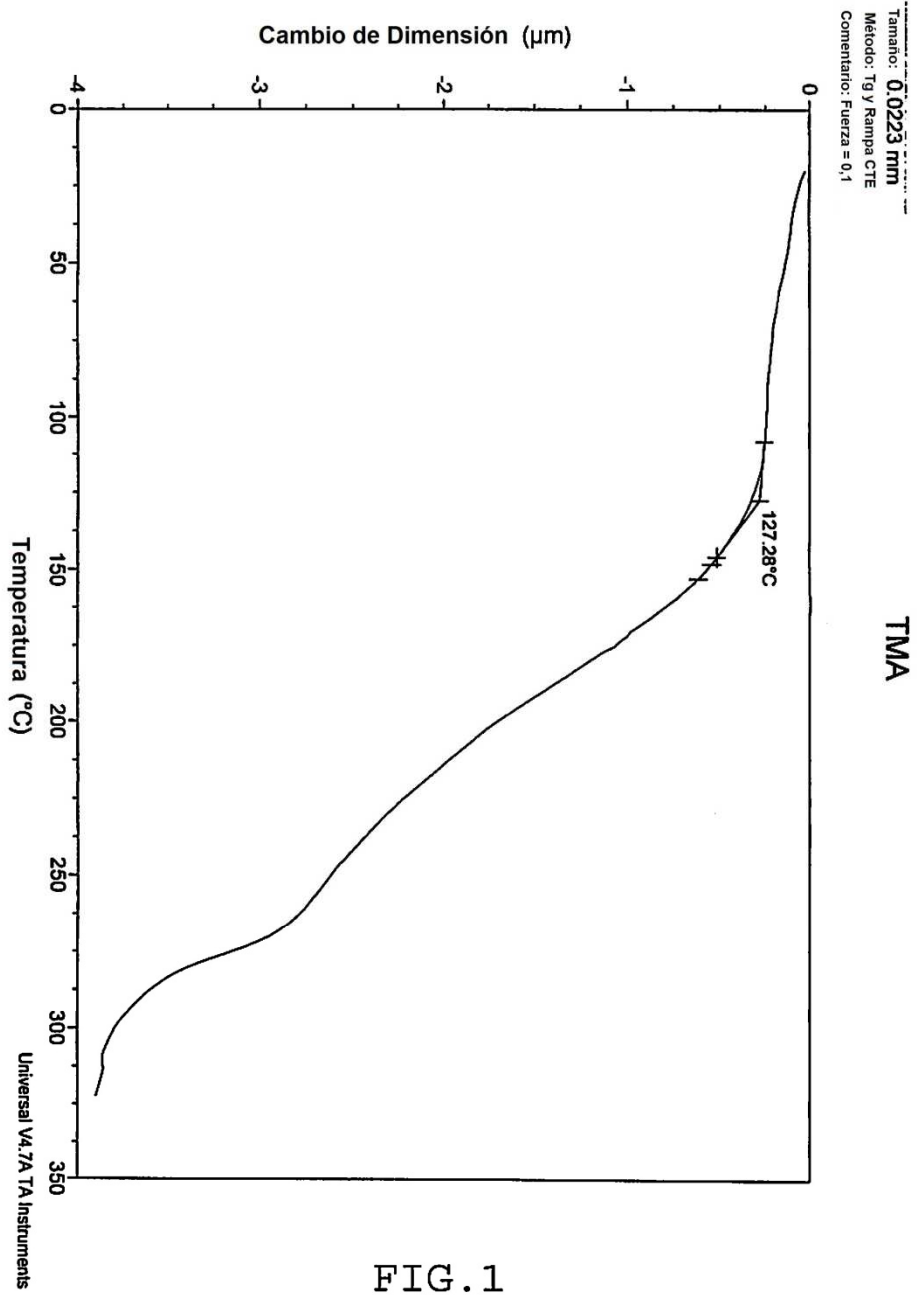


FIG.1

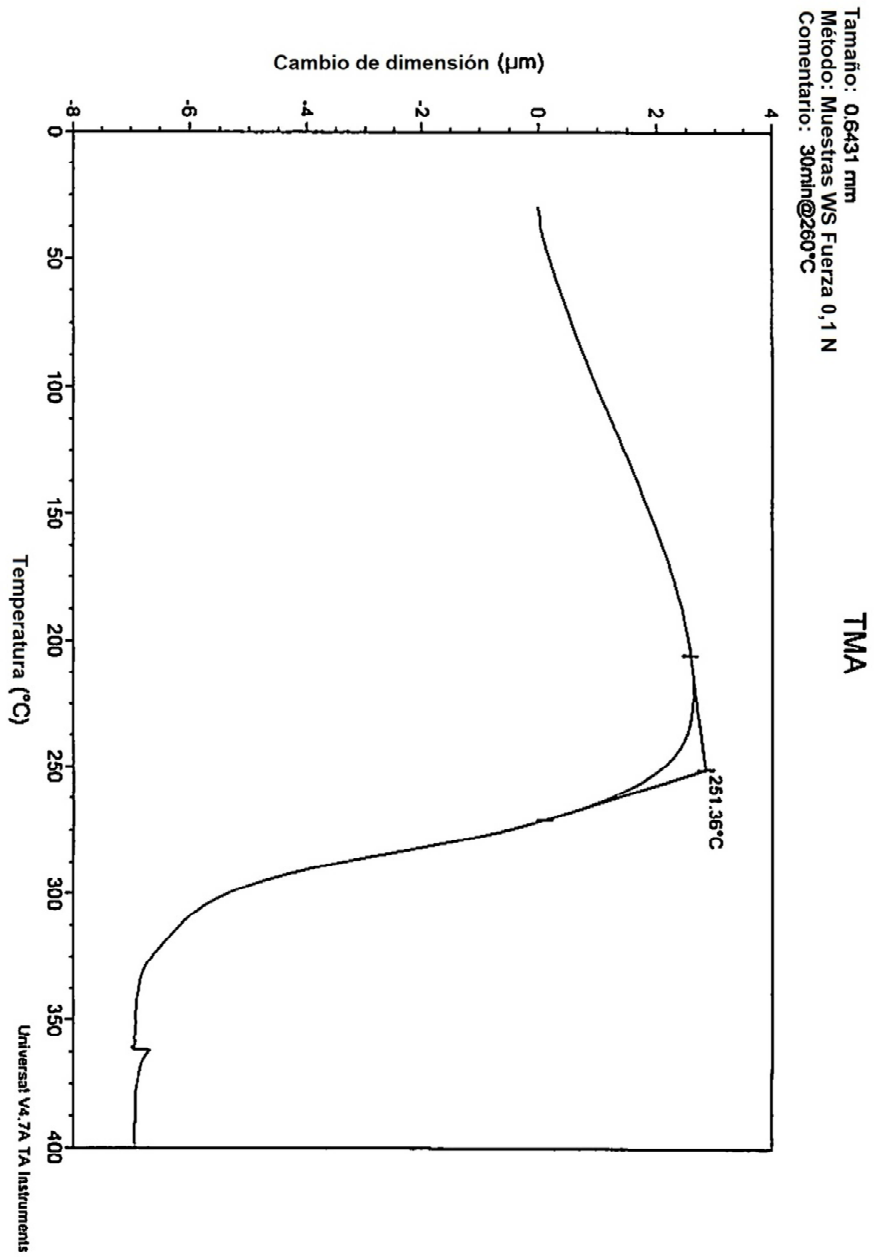


FIG. 2

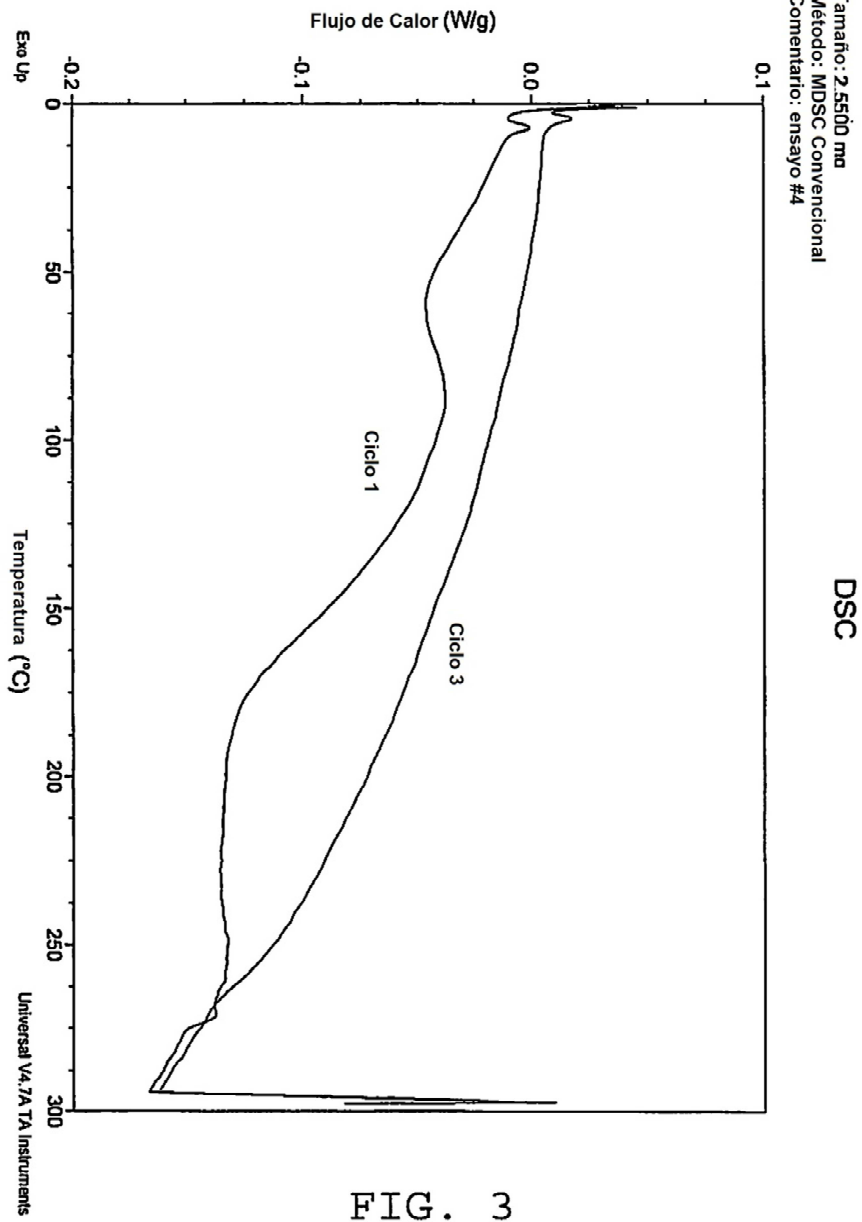


FIG. 3

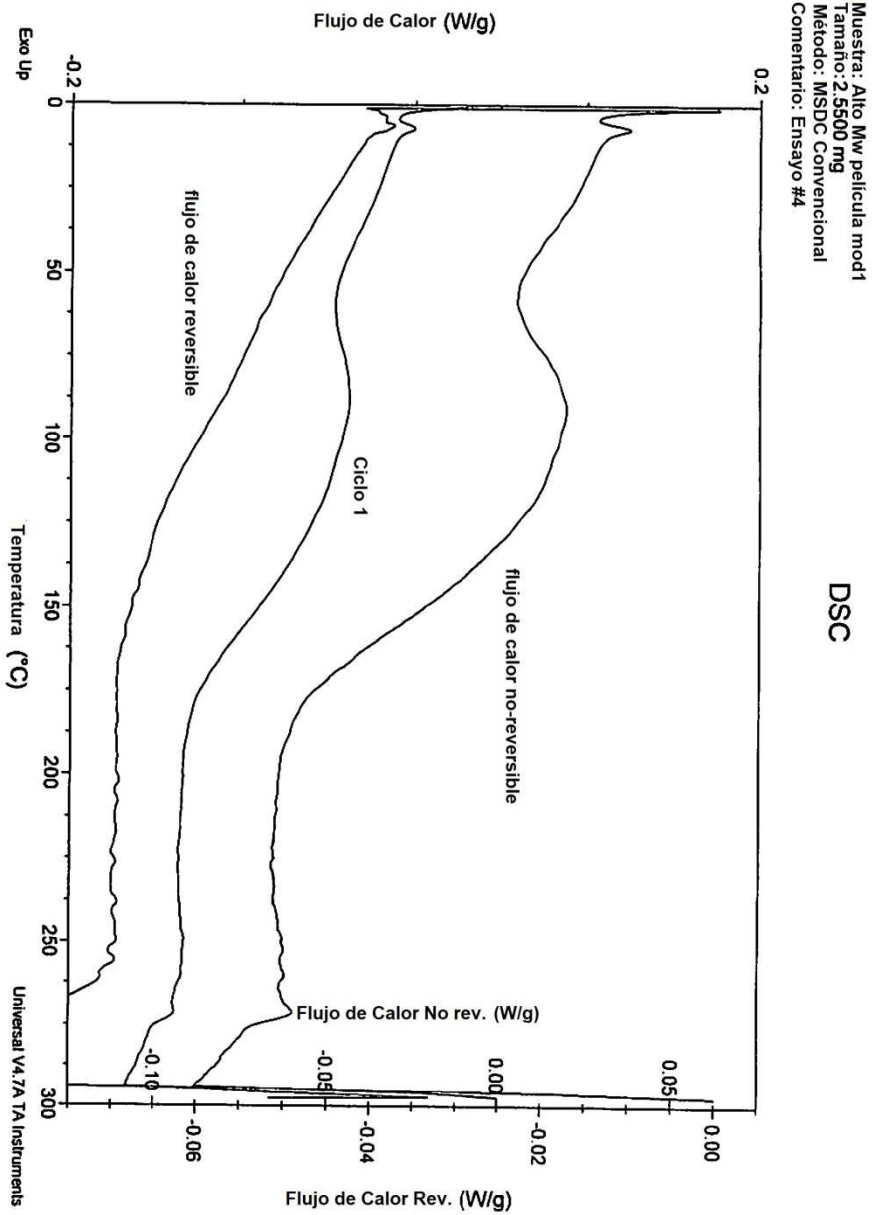


FIG. 4

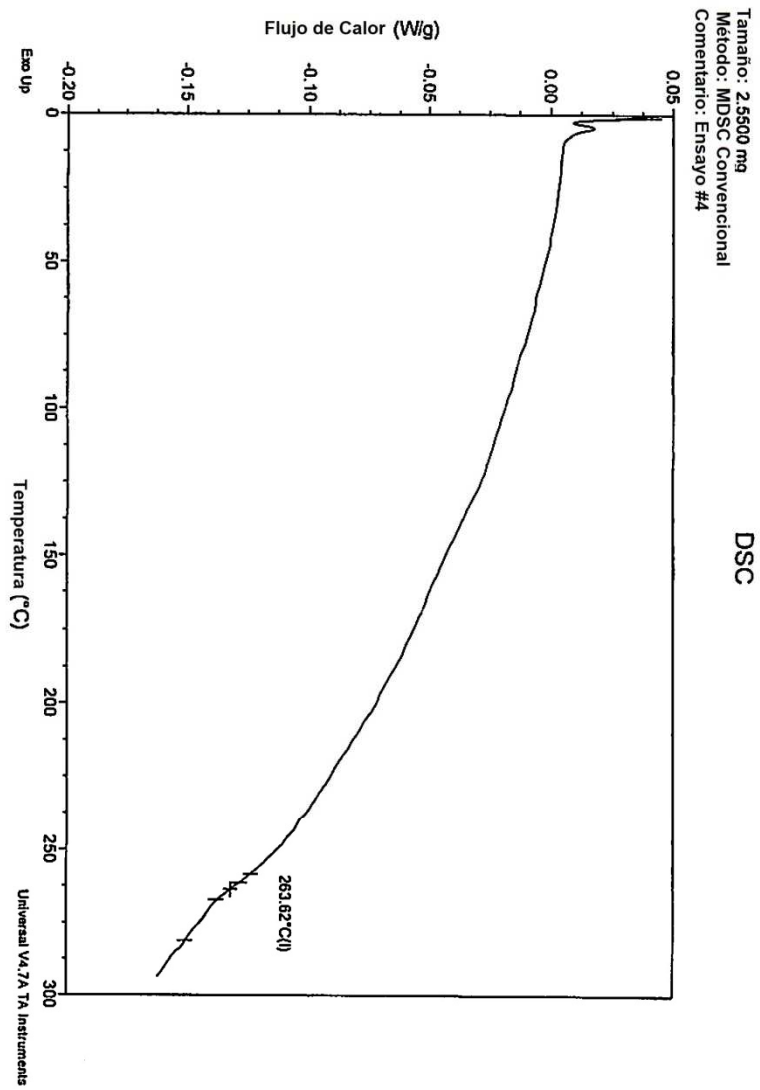


FIG. 5

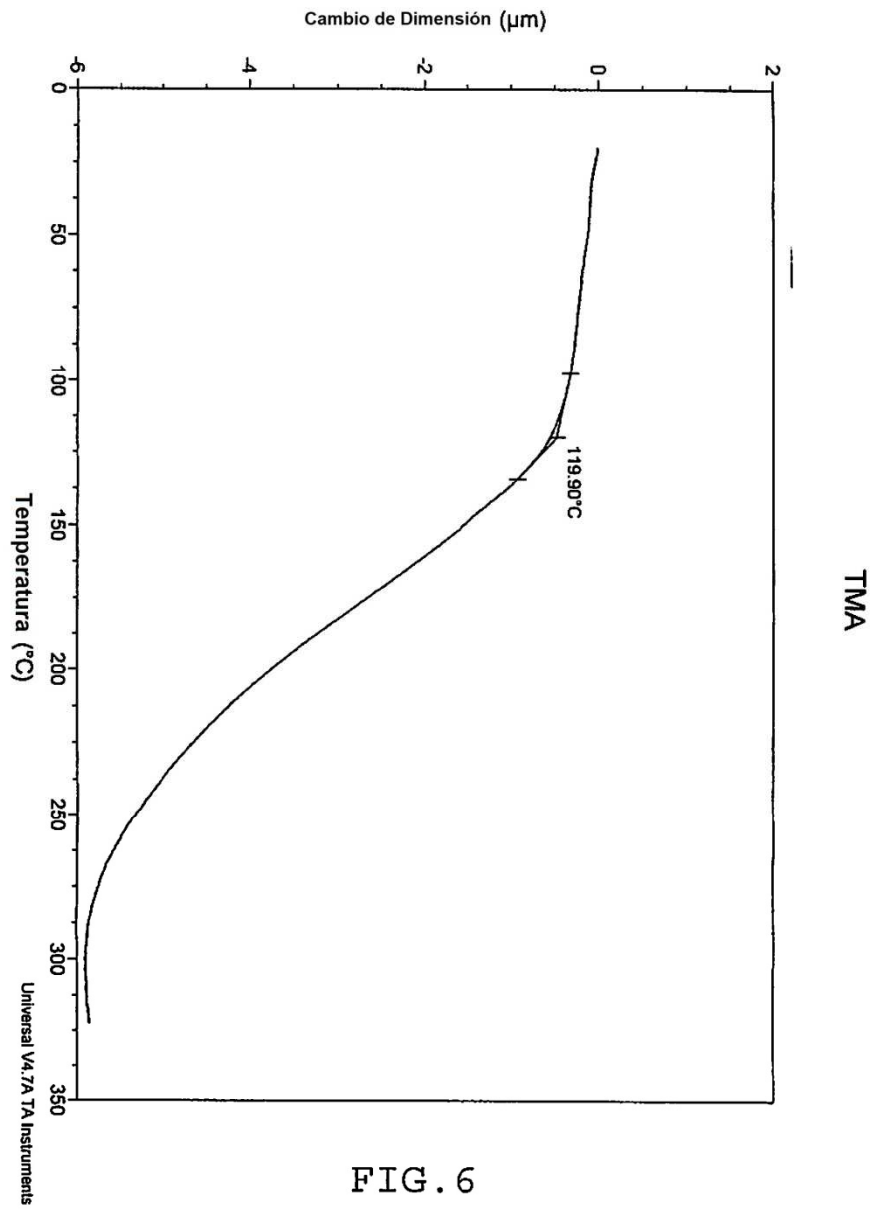


FIG. 6

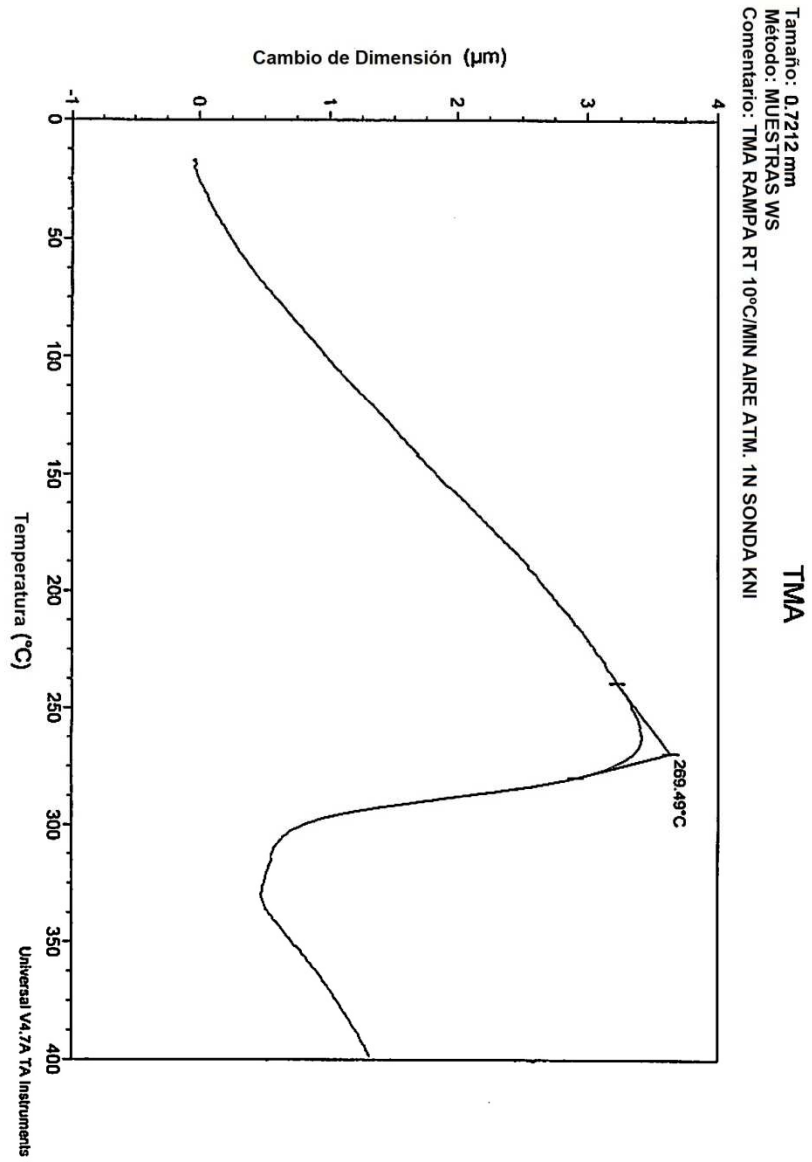


FIG. 7

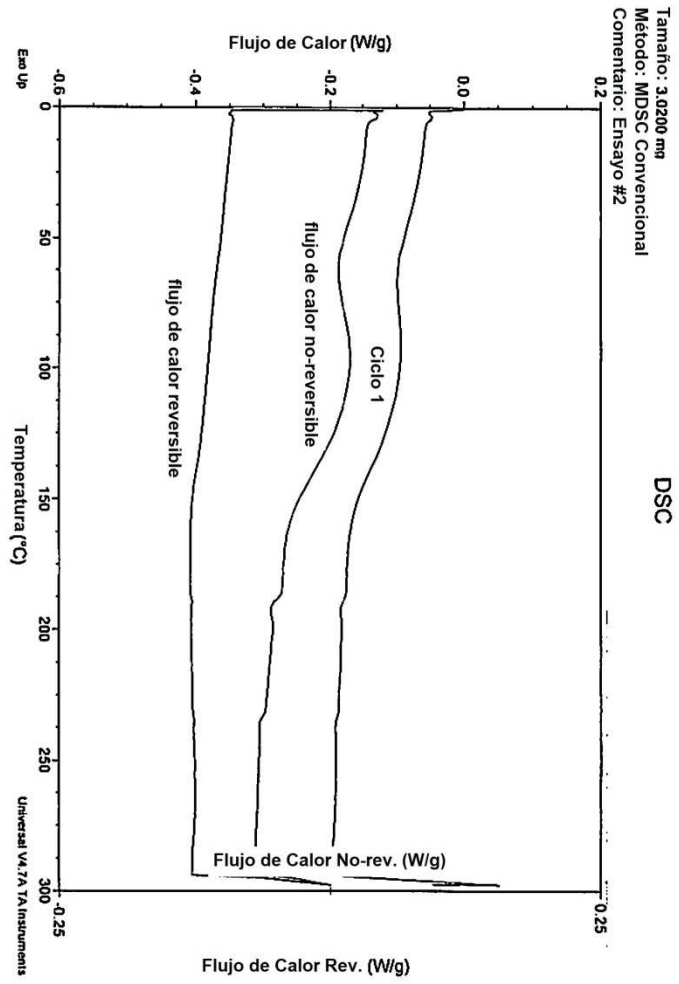


FIG. 8

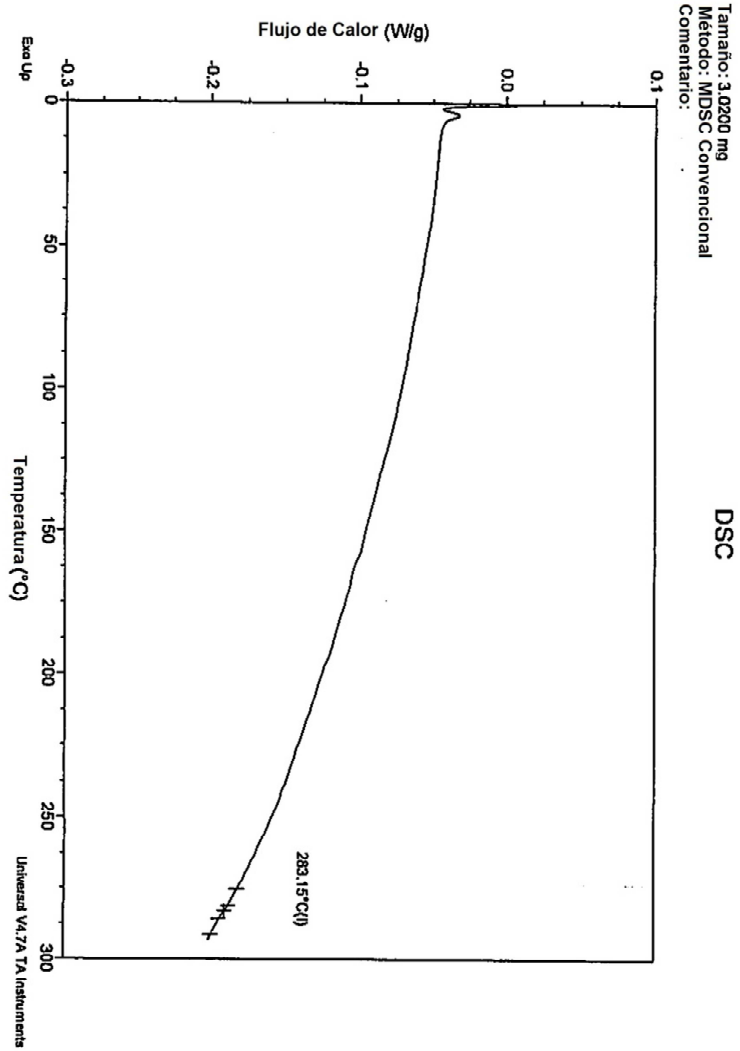


FIG. 9