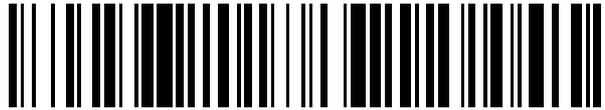


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 539 636**

51 Int. Cl.:

B01F 17/00 (2006.01)
C01F 7/02 (2006.01)
C09C 1/40 (2006.01)
C09D 201/06 (2006.01)
H01B 7/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.02.2007 E 07704346 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2015 EP 2007509**

54 Título: **Dispersión de nanoalúmina en un sistema de resina o disolvente**

30 Prioridad:

17.04.2006 US 405280

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.07.2015

73 Titular/es:

**ALTANA ELECTRICAL INSULATION GMBH
(100.0%)
ABELSTRASSE 45
46483 WESEL, DE**

72 Inventor/es:

**MURRAY, THOMAS J. y
MEISTER, PHILIP R.**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 539 636 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

Dispersión de nanoalúmina en un sistema de resina o disolvente

Antecedentes de la invención

5 Esta invención se refiere a una dispersión de una nanoalúmina; y, más particularmente, a una dispersión de nanoalúmina mejorada para revestimientos tales como revestimientos de cables.

10 Las dispersiones de nanoalúmina se usan en muchas aplicaciones de revestimiento. En aplicaciones de aislamiento eléctrico, se ha encontrado que las dispersiones de nanoalúmina que son tixotrópicas producen una acumulación uniforme en los bordes sobre un cable conformado. También se ha encontrado que bajos niveles de carga en un recubrimiento de poliamidoimida para el cable disminuyen el coeficiente de fricción, y mejoran la resistencia a la abrasión del revestimiento del cable. Se ha encontrado además que altos niveles de carga (~20% basado en los sólidos de la resina) en revestimientos de poliéster, poliesterimida, poliamidoimida, poliimida o poliuretano alcanzan una resistencia al efecto corona muy aceptable en motores inversores.

15 Típicamente, la alúmina está disponible en forma de polvo. Sin embargo, la dispersión del polvo en un sistema de resina, o un disolvente, presenta problemas. Esto se debe a que la alúmina forma agregados insolubles que requieren fuerzas de cizallamiento extremas para romperlos en partículas individuales. Modos típicos para hacer esto incluyen ultrasonidos, molienda con bolas, molienda con arena y homogeneización a alta presión, por ejemplo. Sin embargo, un problema con estas técnicas y similares es que la dispersión resultante a menudo es inconsecuente con el resultado de que las partículas de alúmina sedimentan o se reaglomeran en el sistema de resina o disolvente. Esto conduce a irregularidades y problemas de calidad para el usuario final.

20 Los dispersantes usados comúnmente en la industria de los revestimientos se pueden usar para mitigar estos problemas de dispersión y sedimentación. Pero los altos niveles de carga necesarios con las nanopartículas, debido a su gran superficie específica, afectan a la utilidad de los dispersantes. Además, se encuentra a menudo que los dispersantes usados son perjudiciales para las propiedades físicas requeridas en revestimientos curados finales. Éstas incluyen escasa estabilidad térmica y defectos de revestimiento. El resultado es que los altos costes invertidos al usar estos dispersantes no se pueden justificar fácilmente.

Cargas tales como la alúmina son comunes en la industria de los revestimientos para aislamiento eléctrico, y existe un número de patentes de EE. UU. dirigidas al uso de cargas para cable de electroimán de resistencia al efecto corona mejorada. Estas patentes incluyen las patentes de EE. UU. 6.649.661 y 6.476.083, por ejemplo. Sin embargo, el uso de cargas tampoco resuelve el problema.

30 El documento US 4.546.041 es un ejemplo de la técnica anterior en el que partículas de alúmina se dispersan mediante mezclado por alto cizallamiento y a partir de US 6.476.083 B1 se conocen dispersantes de alúmina específicos, que principalmente están comprendidos por ácidos monocarboxílicos específicos.

Breve compendio de la invención

35 La presente invención se dirige a una solución para el problema descrito anteriormente e implica un método de dispersión único que requiere sólo una agitación mínima para producir una dispersión de alúmina estable. Usando el método de la invención, una nanoalúmina derivada de sol se puede dispersar fácilmente en un sistema de resina o disolvente. La dispersión es estable a la sedimentación con el tiempo, y proporciona mayor homogeneidad y coherencia para el usuario final, incluyendo la producción de revestimientos curados finales cuyas propiedades físicas incluyen buena estabilidad térmica y ausencia de efectos del revestimiento. El menor tamaño de partícula también da un revestimiento más flexible con menos defectos.

40 Inicialmente, la elaboración de una dispersión de nanoalúmina estable según la presente invención comprende dispersar una nanoalúmina en una solución en forma de dispersión que contiene un 1,2-diol, en donde la solución en forma de dispersión contiene un disolvente fenólico o basado en amida. El 1,2-diol puede ser etilenglicol y/o 1,2-propanodiol. La relación de nanoalúmina: solución en forma de dispersión es de aproximadamente 1:4 a aproximadamente 1:10.

La nanoalúmina se puede dispersar en la solución en forma de dispersión, por ejemplo, mezclando durante un período de tiempo seleccionado. Por supuesto, la nanoalúmina también se puede dispersar en la solución por otros medios.

50 La solución en forma de dispersión contiene un disolvente fenólico o basado en amida. El disolvente fenólico puede ser fenol y/o ácido cresílico. El disolvente de amida puede ser N-metilpirrolidona o dimetilformamida. Según este aspecto de la invención, la solución en forma de dispersión sería (a) una solución de etilenglicol y un disolvente fenólico o (b) una solución de etilenglicol y un disolvente basado en amida. Si se usa etilenglicol para el 1,2-diol, el etilenglicol se puede mezclar en una relación de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 3:1 con el disolvente fenólico o el disolvente basado en amida.

Según otro aspecto, la solución en forma de dispersión de nanoalúmina estable se puede mezclar con un revestimiento de resina. Esta mezcla se puede revestir sobre un cable y curarse para proporcionar al cable propiedades físicas potenciadas, tales como resistencia al rayado y coeficiente de fricción. El revestimiento de resina se elige de un grupo que consiste en revestimientos de poliamidoimida, revestimientos de poliesterimida, revestimientos de poliéster, revestimientos de poliuretano, revestimientos de poliimida, y sus combinaciones. La solución en forma de dispersión de nanoalúmina se mezcla con el revestimiento de resina en una relación de aproximadamente 0,5:100 a aproximadamente 20:100.

Descripción detallada de la invención

La siguiente descripción detallada ilustra la invención a modo de ejemplo y no a modo de limitación. Esta descripción permitirá claramente a un experto en la técnica elaborar y usar la invención, y describe varias realizaciones, adaptaciones, variaciones, alternativas y usos de la invención, incluyendo el que se cree actualmente que es el mejor modo para llevar a cabo la invención. Como se podrían realizar diversos cambios en las construcciones sin apartarse del alcance de la invención, se pretende que toda la materia contenida en la descripción se interprete como ilustrativa y no en un sentido limitativo.

La presente invención se dirige a un método para dispersar alúmina en un sistema de disolvente orgánico o resina. Partículas inorgánicas tales como alúmina, cuando se mezclan o se dispersan de otro modo, tienden a sedimentar y reaglomerarse rápidamente. Existen al menos dos tipos de alúmina disponibles comercialmente: alúmina derivada de sol (formada usando una técnica de sol-gel) y alúmina de pirólisis. La alúmina de pirólisis se prepara tradicionalmente mediante la oxidación a la llama de tricloruro de aluminio. Los sólidos resultantes comprenden grandes agregados de partículas pequeñas, siendo el tamaño de partícula típico del orden de 50 nm. La dispersión de alúmina de pirólisis en disolventes o resinas tradicionales requiere un molino de bolas (o un tipo de equipo similar) para conseguir la estabilidad de la dispersión. Incluso entonces, sin embargo, la estabilidad es limitada y las partículas tienen a sedimentar de nuevo con el tiempo.

Por otra parte, la alúmina derivada de sol se prepara en agua y el resultado es una dispersión homogénea sin sedimentación. Se prepara mediante la hidrólisis con agua de un alcóxido de aluminio bajo condiciones bien ácidas o bien básicas. Pero los intentos de dispersar el polvo de alúmina sólido en resinas o disolventes de revestimiento tradicionales ha dado como resultado una dispersión pobre de partículas que tienden a empezar a sedimentarse inmediatamente cuando la resina o el disolvente se deja en reposo.

Se ha obtenido una dispersión de alúmina estable usando alúmina tanto de pirólisis como derivada de sol, cuando se dispersaban en un 1,2-diol en una relación de alúmina: solución en forma de dispersión de aproximadamente 1:4 a aproximadamente 1:10, en donde la solución en forma de dispersión contiene un disolvente fenólico o basado en amida. 1,2-Dioles adecuados incluyen etilenglicol y 1,2-propanodiol. Aunque no se probó, también se esperaba que funcionaran otros 1,2-dioles. Se conseguía una dispersión estable de al menos 5 en un medidor de finura de Hegman usando una cuchilla de Cowles o un agitador propulsor. La dispersión era homogénea y no sedimentaba cuando se dejaba reposar. Se examinaron dispersiones de aproximadamente 10-30% de alúmina basado en el peso total, y se encontró que cuanto mayor fuera el contenido de sólidos, más tixotrópica en reología se hacía la mezcla.

Una segunda característica única del método de la invención es el efecto de las mezclas de disolventes sobre las propiedades reológicas resultantes. Los disolventes fenólicos tales como fenol o cresol producían dispersiones muy tixotrópicas cuando se usaban en combinación con un 1,2-glicol tal como etilenglicol. Las mezclas de disolventes de fenol:etilenglicol se examinaron para mezclas que variaban de 0:100 a 75:25, respectivamente, de estos dos ingredientes. Esta combinación de disolventes daba una dispersión tixotrópica que era de un color translúcido cuando se mezclaban, producía una lectura del medidor de finura de Hegman de 5 o más, y mostraba signos mínimos de sedimentación cuando la mezcla se dejaba reposar. Los intentos de dispersar la alúmina en fenol solo daban una dispersión pobre que sedimentaba rápidamente al reposar.

Disolventes basados en amida tales como N-metilpirrolidona (NMP) o dimetilformamida (DMF) producían un resultado diferente cuando se usaban en combinación con un 1,2-diol. Se examinaron mezclas de disolventes de NMP: etilenglicol en mezclas que variaban de 0:100 a 75:25, respectivamente, de estos dos ingredientes. Esta combinación de disolventes daba una dispersión de baja viscosidad que era de un color translúcido cuando se mezclaba, producía una lectura del medidor de finura de Hegman de 5 o más, y mostraba signos mínimos de sedimentación. Los intentos de dispersar la alúmina en NMP o DMF solas daba una dispersión pobre que sedimentaba rápidamente al reposar.

También se probaron otros disolventes diólicos tanto por sí mismos como en combinación con NMP o fenol. Un 1,3-diol tal como 1,3-propanodiol daba una dispersión pobre que sedimentaba rápidamente al reposar. Otros disolventes tales como hidrocarburos aromáticos, ésteres dibásicos y éteres glicólicos también daban una dispersión pobre y sedimentación rápida cuando la mezcla se dejaba reposar.

Las mezclas de 1,2-diol/disolvente que daban buenas dispersiones se incorporaban fácilmente a un sistema de resina con una agitación mínima. Por ejemplo, el uso de un agitador propulsor se encontró suficiente para obtener una dispersión homogénea cuando se usaba en revestimientos de esmalte para cable típicos. Los esmaltes para

cable examinados incluían revestimientos de THEIC-poliéster, THEIC-poliésterimida, poliamidoimida y poliuretano. También se espera que se podría dispersar la alúmina directamente en un revestimiento de esmalte para cable que contuviera bien un disolvente de amida o bien un disolvente fenólico, y un 1,2-diol.

5 Revestimientos para cable que contenían una dispersión de alúmina que se describen anteriormente se compararon con revestimientos para cable que empleaban métodos tradicionales de incorporación de alúmina tales como molienda. Una muestra molida de alúmina de pirólisis tenía un D[v, 0,50] de 3,49 micras. La dispersión de alúmina en NMP/etilenglicol de alúmina derivada de sol tenía un D[v, 0,50] de 0,36 micras. El menor tamaño de partícula daba una excelente capacidad de revestimiento sobre un cable. Las partículas menores también deben dar como resultado menos desgaste de las boquillas, lo que significa menos mantenimiento y tiempo de paralización de las máquinas para el fabricante de cables.

10 El menor tamaño de partícula también produce una excelente estabilidad de la dispersión en el producto final. Una muestra molida de alúmina de pirólisis en una solución de resina de poliamidoimida tendía a sedimentarse inmediatamente al reposar, dando una muestra no homogénea. A la inversa, la dispersión de alúmina en NMP/etilenglicol de alúmina derivada de sol en una solución de resina de poliamidoimida estaba libre de sedimentación al permanecer inalterada durante más de un (1) año.

15 Esmaltes que contenían alúmina dispersada en un disolvente de amida o fenólico, y etilenglicol, se revistieron y curaron sobre un cable de cobre. A continuación, las propiedades físicas del cable se examinaron y se compararon con una muestra de referencia que contenía alúmina de pirólisis molida en el esmalte para cable. A niveles de carga superiores, cada muestra tenía una resistencia aceptable al efecto corona durante una prueba de resistencia a impulsos realizada para motores inversores. A niveles de carga bajos, se observaron mejoras en la resistencia a la abrasión y el coeficiente de fricción (COF, por sus siglas en inglés) en comparación con una muestra de referencia que no contenía alúmina.

Ejemplos

25 Ejemplo 1: Se añadieron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol a una mezcla de 80 g de etilenglicol y N-metilpirrolidona 1:1. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de ¾ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante era de naturaleza tixotrópica. La muestra exhibía una finura de grano que era mayor de 8 unidades Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. La solución tenía una apariencia blanca translúcida y no había evidencia de sedimentación de alúmina al reposar.

30 Ejemplo 2: Se añadieron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol a una mezcla de 80 g de etilenglicol y dimetilformamida 1:1. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de ¾ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante era de naturaleza tixotrópica. La muestra exhibía una finura de grano que era mayor de 8 unidades Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. La solución tenía una apariencia blanca translúcida y no había evidencia de sedimentación de alúmina al reposar.

35 Ejemplo 3: Se añadieron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol a una mezcla de 80 g de etilenglicol y fenol 1:1. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de ¾ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante era de naturaleza tixotrópica. La muestra exhibía una finura de grano que era mayor de 8 unidades Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. La solución tenía una apariencia blanca translúcida y no había evidencia de sedimentación de alúmina al reposar.

40 Ejemplo 4: Se añadieron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol a una mezcla de 80 g de propilenglicol y N-metilpirrolidona 1:1. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de ¾ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante era de naturaleza tixotrópica. La muestra exhibía una finura de grano que era de aproximadamente 6 unidades Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. La solución tenía una apariencia blanca translúcida y no había evidencia de sedimentación de alúmina al reposar.

45 Ejemplo 5: Se añadieron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol a una mezcla de 80 g de etilenglicol y N-metilpirrolidona 1:3. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de ¾ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante era de naturaleza tixotrópica. La muestra exhibía una finura de grano que era mayor de 8 unidades Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. La solución tenía una apariencia blanca translúcida y no había evidencia de sedimentación de alúmina al reposar.

5 Ejemplo 6: Se añadieron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol a una mezcla de 80 g de etilenglicol y fenol 1:3. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de $\frac{3}{4}$ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante era de naturaleza tixotrópica. La muestra exhibía una finura de grano que era mayor de 8 unidades Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. La solución tenía una apariencia blanca translúcida y no había evidencia de sedimentación de alúmina al reposar.

10 Ejemplo 7: Se añadieron 20 g de una alúmina de pirólisis a una mezcla de 80 g de etilenglicol:N-metilpirrolidona 1:1. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de $\frac{3}{4}$ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante era de naturaleza tixotrópica. La muestra exhibía una finura de grano que era de aproximadamente 5 unidades Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. La solución tenía una apariencia blanca lechosa con una cantidad mínima de sedimentación de alúmina al reposar.

15 Ejemplo 8: Se añadieron 20 g de una alúmina de pirólisis a una mezcla de 80 g de etilenglicol:fenol 1:1. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de $\frac{3}{4}$ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante era de naturaleza ligeramente tixotrópica. La muestra exhibía una finura de grano que era de aproximadamente 6 unidades Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. La solución tenía una apariencia blanca lechosa con una cantidad mínima de sedimentación de alúmina al reposar.

20 Ejemplo comparativo 1: Se dispersaron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol en 80 g de fenol. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de $\frac{3}{4}$ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante no era homogénea y la mezcla se separaba al reposar. La muestra exhibía una finura de grano que era menor de 1 unidad Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. No se observaba evidencia de dispersión.

25 Ejemplo comparativo 2: Se dispersaron 20 g de una alúmina derivada de sol en 80 g de 1,3 propanodiol. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de $\frac{3}{4}$ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante no era homogénea y la mezcla se separaba al reposar. La muestra exhibía una finura de grano que era menor de 1 unidad Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. No se observaba evidencia de dispersión.

30 Ejemplo comparativo 3: Se dispersaron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol en 80 g de etilenglicol y éster dibásico 1:1. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de $\frac{3}{4}$ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante no era homogénea y la mezcla se separaba al reposar. La muestra exhibía una finura de grano que era menor de 1 unidad Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. No se observaba evidencia de dispersión.

35 Ejemplo comparativo 4: Se dispersaron 20 g de una nanoalúmina derivada de sol en 80 g de etilenglicol y éter monometílico de dietilenglicol 1:1. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de $\frac{3}{4}$ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla de Cowles. La muestra se mezcló durante 15 minutos. La solución resultante no era homogénea y la mezcla se separaba al reposar. La muestra exhibía una finura de grano que era menor de 1 unidad Hegman. La finura de grano de la muestra se verificó usando un medidor de finura de Hegman según el método de prueba ASTM D 1210-79. No se observaba evidencia de dispersión.

40 Los resultados de los Ejemplos 1-8 y los Ejemplos comparativos 1-4 se presentan en formato de tabla en la Tabla I posterior. Como se observa en estos ejemplos, cuando la nanoalúmina derivada de sol se dispersa en una solución que contiene un diol (tal como un glicol), y un disolvente fenólico o basado en amida, al mezclar, se forma una solución de nanoalúmina en la que la nanoalúmina está dispersada y no sedimenta al reposar.

TABLA I

Ejemplo	Alúmina y Tipo	Solución en forma de Dispersión	Finura de grano (Unidades de Hegman)	comentarios de la solución	Sedimentación al Reposar
1	20 g Derivada de Sol	80 g etilenglicol:N-metilpirrolidona 1:1	>8	baja toxicidad, tixotrópica, blanca translúcida	no
2	20 g Derivada de Sol	80 g etilenglicol:dimetilformamida 1:1	>8	baja toxicidad, tixotrópica, blanca translúcida	no
3	20 g Derivada de Sol	80 g etilenglicol:fenol 1:1	>8	tixotrópica blanca translúcida	no
4	20 g Derivada de Sol	80 g propilenglicol:N-metilpirrolidona 1:1	~6	tixotrópica blanca translúcida	no
5	20 g Derivada de Sol	80 g etilenglicol:N-metilpirrolidona 1:3	>8	tixotrópica blanca translúcida	no
6	20 g Derivada de Sol	80 g etilenglicol:fenol 1:3	>8	tixotrópica blanca translúcida	no
7	20 g Pirólisis	80 g etilenglicol:N-metilpirrolidona 1:1	~5	ligeramente tixotrópica, blanca lechosa	cantidad mínima de sedimentación
8	20 g Pirólisis	80 g etilenglicol:fenol 1:1	~6	ligeramente tixotrópica, blanca lechosa	cantidad mínima de sedimentación
Comparativo 1	20 g Derivada de Sol	80 g fenol	<1	no homogénea	separada al reposar
Comparativo 2	20 g Derivada de Sol	80 g 1,3 propanodiol	<1	ligeramente tixotrópica, blanca lechosa, alúmina sólo parcialmente dispersada	separada al reposar
Comparativo 3	20 g Derivada de Sol	80 g etilenglicol:éster dibásico 1:1	<1	no homogénea, sin evidencia de dispersión observada	separada al reposar
Comparativo 4	20 g Derivada de Sol	80 g etilenglicol:éter monometílico de dietilenglicol	<1	no homogénea, sin evidencia de dispersión observada	separada al reposar

Revestimiento de un cable con la solución en forma de dispersión de nanoalúmina

En los ejemplos posteriores, una solución en forma de dispersión de nanoalúmina se mezcló con una solución de resina para proporcionar un revestimiento para un cable. La solución en forma de dispersión de nanoalúmina se mezcla con una resina de imida en una relación de aproximadamente 0,5:100 a aproximadamente 20:100 (o de aproximadamente 1:200 a aproximadamente 1:5) basada en los sólidos de la resina; y la mezcla se aplica a continuación a un cable y se cura alrededor del cable. Preferiblemente, la mezcla se aplica sobre un revestimiento de esmalte de alta temperatura para resinas de poliéster. El revestimiento de imida usado puede ser bien un revestimiento de poliamidoimida o bien un revestimiento de poliesterimida. El revestimiento resultante proporciona un cable que tiene las propiedades físicas de cables generalmente disponibles en el mercado, pero proporciona una abrasión, un COF o una resistencia al efecto corona mejorados.

Muestra de cable 1: Se añadieron 100 g de la dispersión del Ejemplo 1 anterior a 333 g de Tritherm®A 981-M-30, un revestimiento de poliimidoamida disponible de The P.D. George Company. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de ¼ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM, equipado con una cuchilla propulsora de tres álabes, durante aproximadamente 30 minutos. La solución homogénea resultante era de color ligeramente verde. La solución se aplicó como una capa final sobre Terester®C 966-40 (un revestimiento de esmalte de alta temperatura para cables de poliéster disponible de The P.D. George Company) elaborado según la construcción de MW35 de the National Electrical Manufacturer's Association's (NEMA) sobre un cable de cobre de 1,0 mm y se curó en un horno para esmalte comercial. Se probó la resistencia al efecto corona del cable resultante en una aplicación en régimen de inversor usando un DEI DTS 1250A y una corriente alterna de ±1.000 V a 150°C (~302°F). Las propiedades físicas del cable eran equivalentes a las disponibles comercialmente en el mercado.

Muestra de cable 2: Se añadieron 100 g de la dispersión del Ejemplo 1 anterior a 3333 g de Tritherm®A 981-M-30 de The P.D. George Company. La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de ¼ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla propulsora de tres álabes durante aproximadamente 30 minutos. La solución homogénea resultante era de color ligeramente verde. La solución se aplicó como una capa final sobre Terester®C 966-40 (construcción MW35 de NEMA) sobre un cable de cobre de 1,0 mm y se curó en un horno para esmalte comercial. Se probó la mejora en la resistencia al rayado y el coeficiente de fricción (COF) del cable resultante. La resistencia al rayado se probó mediante el método del rayado repetido usando un medidor del rayador por abrasión Hippotronics Modelo AST-1 según el método de prueba NEMA MW 1000-1997 3.51.1.2. La resistencia al rayado repetido de la Muestra de cable 2 se mejoraba en comparación con la referencia, en de 110 rayados a 85 rayados, respectivamente. El coeficiente de fricción (COF) se probó usando un medidor de coeficiente de fricción estático y dinámico NOVA 912 de Ampac International Inc. según las normas del fabricante. Se encontró que la Muestra de cable 2 tenía un COF estático y dinámico mejorado en comparación con una solución de referencia que no tenía alúmina. El COF estático del cable revestido con solución que contiene alúmina y la solución libre de alúmina era de 0,05 a 0,07, respectivamente, y el COF dinámico era de 0,11 a 0,12, respectivamente.

Muestra de cable 3: Se añadieron 100 g de la dispersión del Ejemplo 3 a 333 g de Teramide®A 3737-30 (una poliesterimida disponible de The P.D. George Company). La muestra se mezcló usando un agitador de aire de accionamiento directo de ¼ caballos de vapor Indco Modelo AS2AM equipado con una cuchilla propulsora de tres álabes durante aproximadamente 30 minutos. La solución se aplicó monolíticamente sobre cable de cobre de 1,0 mm y se curó en un horno para esmalte comercial. Se probó la resistencia al efecto corona del cable resultante en una aplicación en régimen de inversor usando un DEI DTS 1250A y una corriente alterna de ±1.000 V a 150°C. Las propiedades físicas del cable eran equivalentes a las disponibles comercialmente en el mercado.

Como se observa a partir de los ejemplos anteriores, las muestras de cable revestidas con la dispersión del Ejemplo 1 (Ejemplos de cable 1 y 2) muestran una resistencia al rayado y un coeficiente de fricción mejorados.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar una dispersión de nanoalúmina estable derivada de sol que comprende dispersar la nanoalúmina en una solución en forma de dispersión que contiene un 1,2-diol, en el que la solución en forma de dispersión contiene un disolvente fenólico o basado en amida.
- 5 2. El método según la reivindicación 1, en el que la nanoalúmina se dispersa en la solución en forma de dispersión mediante mezclado.
3. El método según la reivindicación 1, en el que el 1,2-diol se elige del grupo que consiste en etilenglicol o 1,2-propanodiol, y sus combinaciones
- 10 4. El método según la reivindicación 1, en el que el disolvente fenólico se elige del grupo que consiste en fenol y ácido cresílico o en el que disolvente de amida es N-metilpirrolidona o dimetilformamida.
5. El método según la reivindicación 1, en el que la solución en forma de dispersión es (a) una solución de etilenglicol y un disolvente fenólico o (b) una solución de etilenglicol y un disolvente basado en amida.
6. Un método para revestir un cable, que comprende:
proporcionar una solución en forma de dispersión de nanoalúmina estable;
15 mezclar la solución en forma de dispersión de nanoalúmina con un revestimiento de resina;
aplicar la mezcla de revestimiento resultante a un cable; y
curar la mezcla de revestimiento resultante sobre el cable,
en donde la etapa de proporcionar la solución en forma de dispersión de nanoalúmina estable comprende preparar la solución en forma de dispersión de nanoalúmina; comprendiendo la preparación de la dispersión de nanoalúmina estable dispersar la nanoalúmina en una solución en forma de dispersión que contiene un 1,2-diol, y
20 en donde la solución en forma de dispersión contiene un disolvente fenólico o un disolvente basado en amida.
7. El método según la reivindicación 6, en el que la nanoalúmina se dispersa en la solución en forma de dispersión mediante mezclado.
- 25 8. El método según la reivindicación 6, en el que el 1,2-diol se elige del grupo que consiste en etilenglicol, 1,2-propanodiol, y sus combinaciones.
9. El método según la reivindicación 6, en el que el disolvente fenólico de la dispersión es fenol o ácido cresílico o en el que el disolvente de amida de la dispersión es N-metilpirrolidona o dimetilformamida.
10. El método según la reivindicación 6, en el que la solución en forma de dispersión es (a) una solución de etilenglicol y un disolvente fenólico o (b) una solución de etilenglicol y un disolvente basado en amida.
- 30 11. El método según la reivindicación 6, en el que el revestimiento de resina se elige de un grupo que consiste en revestimientos de poliamidoimida, revestimientos de poliesterimida, revestimientos de poliéster, revestimientos de poliuretano, revestimientos de poliimida, y sus combinaciones.
12. El método según la reivindicación 11, en el que la solución en forma de dispersión de nanoalúmina se mezcla con el revestimiento de resina en una relación de 0,5:100 a 20:100.