

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 846 800**

51 Int. Cl.:

C07C 37/00 (2006.01)

C07C 37/14 (2006.01)

C07C 39/15 (2006.01)

C07C 239/10 (2006.01)

C08K 5/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2014** **E 14186108 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.11.2020** **EP 2853522**

54 Título: **Compuesto de fenol estirenado y método para su preparación**

30 Prioridad:

26.09.2013 KR 20130114708

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

29.07.2021

73 Titular/es:

KOREA KUMHO PETROCHEMICAL CO., LTD.
(100.0%)

100, Cheonggyecheon-ro, Jung-gu
Seoul 100-230, KR

72 Inventor/es:

ROH, KEE YOON;
JANG, JUNG HEE;
PARK, JE YOUNG y
KIM, JIN EOK

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes

ES 2 846 800 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

Compuesto de fenol estirenado y método para su preparación

5 [Campo técnico]

La presente invención se refiere a un compuesto de fenol estirenado y a un método de preparación de este y, más en particular, a un compuesto de fenol estirenado en el que se une hidroxilamina al fenol estirenado y a un método de preparación de este.

10

[Estado de la técnica]

Para conferir plasticidad a una composición de un agente de curado convencional de una pintura epoxi así como para activar el curado se ha usado un alquilfenol, en particular nonilfenol o un compuesto de fenol estirenado.

15

El alquilfenol tiene una estructura molecular aniónica por la deshidrogenación de un átomo de hidrógeno del hidroxilo del fenol debida a la basicidad de un agente de curado mezclado y los aniones generados tienen una estructura de tipo quinona debida a la resonancia en la molécula, lo que da como resultado un cambio de color a amarillo o rojo.

20

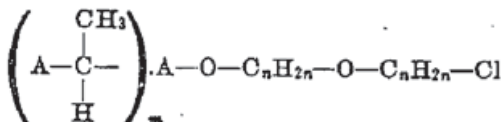
Según el nivel de basicidad del agente de curado usado, el grado de decoloración se determina mediante la tasa de transformación en la estructura de tipo quinona. Cuando se usa un agente de curado de amina terciaria que tiene una fuerte basicidad, la decoloración se lleva a cabo rápidamente y cuando se usa un agente de curado de amina primaria, la decoloración se puede retrasar un poco pero no se puede evitar.

25

Debido a que la decoloración puede deteriorar la calidad exterior y la estabilidad de almacenamiento de un producto, puede aumentar la necesidad de una composición de un agente de curado incoloro y, en particular, aumenta notablemente la demanda de un producto que se pueda aplicar a un material de suelo transparente. Sin embargo, un compuesto de tipo alquilfenol convencional tiene un uso limitado debido a su toxicidad química y el compuesto de fenol estirenado también se puede decolorar cuando se mezcla con un agente de curado.

30

La patente US 2 326 702 divulga compuestos de fórmula (I)



35

como plastificantes en composiciones de etilcelulosa. La publicación *Petroleum Chemistry*, 2007, 47(1), pág. 55-60 describe una reacción de *orto*-alquilación de fenol con estireno. La solicitud de patente CN 102 267 876 describe fenoles estirenados sustituidos con isobutilo como antioxidantes. Ninguno de estos documentos describe la síntesis de derivados de hidroxilamina, ni el uso de hidroxilamina en procedimientos de preparación de estos.

40

La solicitud de patente US 2 313 782 divulga la preparación de fenoles estirenados y su uso como agentes plastificantes. La solicitud de patente US 2009/005478 describe composiciones líquidas de fenol estirenado a base de mezclas de fenoles monoestirenados, diestirenados y triestirenados; estas se pueden formular junto con diversas clases de coestabilizadores tales como, por ejemplo, compuestos fenólicos, aminas aromáticas, fosfitos y fosfonitos, hidroxilaminas, N-óxidos de alquilamina, lactonas, tioéteres, aceites vegetales epoxidados, etc. La solicitud de

45

patente WO 2011/037895 divulga composiciones curables de resina epoxi que comprenden al menos un fenol estirenado.

[Descripción]

50

[Problema técnico]

La presente invención se proporciona para resolver problemas técnicos convencionales y, por tanto, se refiere a la provisión de un compuesto de fenol estirenado que puede mantener la capacidad de activación del curado y la plasticidad y evitar la decoloración cuando se mezcla con un agente de curado, a fin de mejorar la calidad exterior y la estabilidad de almacenamiento de un producto, así como a un método de preparación de este.

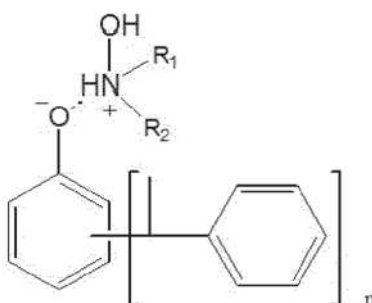
55

[Solución técnica]

Un aspecto de la presente invención proporciona un compuesto de fenol estirenado representado por la fórmula 1 mediante la unión de fenol estirenado e hidroxilamina.

60

[Fórmula I]



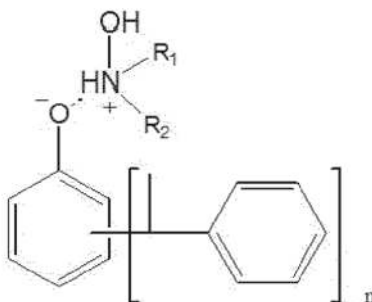
En la fórmula 1, n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4 y en el que el contenido de la hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

En una realización de la presente invención, el fenol estirenado puede incluir fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado puede ser del 50 % en peso o más, basado en el peso total del fenol estirenado.

En una realización de la presente invención, la hidroxilamina puede ser una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina.

Otro aspecto de la presente invención proporciona una composición de un agente de curado para una pintura, que incluye una parte de material principal de un agente de curado; y un compuesto de fenol estirenado representado por la fórmula 1 en el que el fenol estirenado y la hidroxilamina están unidos entre sí.

[Fórmula I]



En la fórmula 1, n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4 y en el que el contenido de la hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

En una realización ilustrativa de la presente invención, el fenol estirenado puede incluir fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado puede ser del 50 % en peso o más, basado en el peso total del fenol estirenado.

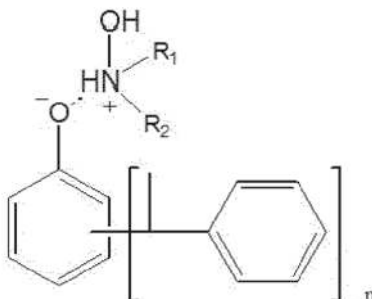
En una realización ilustrativa de la presente invención, la hidroxilamina puede ser una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina.

En una realización ilustrativa de la presente invención, el contenido de la parte de material principal de un agente de curado y del compuesto de fenol estirenado puede ser cada uno del 70 al 90 % en peso y del 10 a 30 % en peso, basado en el peso total de la composición de un agente de curado.

Otro aspecto adicional de la presente invención proporciona un método de preparación de un compuesto de fenol

estirenado que incluye la síntesis del fenol estirenado mediante la alquilación de fenol y estireno; y la preparación de un compuesto representado por la fórmula 1 mediante la adición de hidroxilamina al fenol estirenado.

[Fórmula I]



5 En la fórmula 1, n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4 y en el que el contenido de la hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

10 En una realización ilustrativa de la presente invención, el fenol estirenado puede incluir fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado puede ser del 50 % en peso o más, basado en el peso total del fenol estirenado.

15 En una realización ilustrativa de la presente invención, la hidroxilamina puede ser una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina.

20 El compuesto de fenol estirenado preparado mediante la adición de hidroxilamina puede mantener la capacidad de activación del curado y la plasticidad de un compuesto de fenol estirenado convencional y evitar la decoloración cuando se mezcla con un agente de curado, a fin de mejorar la calidad exterior y la estabilidad de almacenamiento de un producto.

25 Los efectos de la presente invención no se limitan a los efectos mencionados anteriormente y debe entenderse que los efectos incluyen cada efecto que se puede deducir de la configuración de la presente invención divulgada en la descripción detallada o en las reivindicaciones de la presente invención.

[Descripción de los dibujos]

30 La figura 1 es un gráfico que muestra el resultado de un ensayo de decoloración a temperatura ambiente (25 °C) en función del tiempo para una composición de un agente de curado con la que se mezcla un compuesto de fenol estirenado, de acuerdo con una realización ilustrativa; y

35 La figura 2 es un gráfico que muestra el resultado de un ensayo de decoloración a alta temperatura (60 °C) en función del tiempo para una composición de un agente de curado con la que se mezcla un compuesto de fenol estirenado, de acuerdo con una realización ilustrativa.

[Modos de la invención]

40 En lo sucesivo en el presente documento, se describirá la presente invención con referencia a los dibujos adjuntos. Sin embargo, la presente invención se puede implementar de diversas formas y, por tanto, no se limita a las siguientes realizaciones.

45 En la memoria descriptiva, cuando una parte "incluye" otro componente, significa que un tercer componente puede estar incluido adicionalmente sin excluir el tercer componente, a menos que sean descripciones particularmente opuestas.

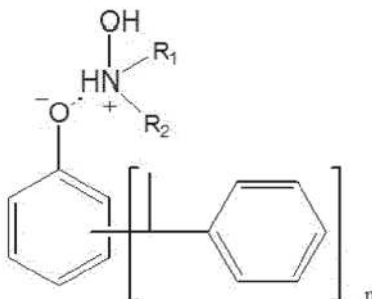
En lo sucesivo en el presente documento, se describirán con detalle realizaciones de la presente invención con referencia a los dibujos adjuntos.

50

Compuesto de fenol estirenado

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un compuesto de fenol estirenado representado por la fórmula 1 en el que el fenol estirenado y la hidroxilamina están unidos entre sí.

[Fórmula I]



5 En la fórmula 1, n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4. El contenido de hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

10 En una realización ilustrativa de la presente invención, el fenol estirenado puede incluir fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado puede ser del 50 % en peso o más, basado en el peso total del fenol estirenado.

15 Cuando el fenol y el estireno se alquilan en presencia de un catalizador ácido a una temperatura de 100 a 150 °C, se puede producir un compuesto fenol monoestirenado (MSP), en el que un estireno está unido al anillo de benceno del fenol, un compuesto fenol diestirenado (DSP), en el que están unidos dos estirenos, y un compuesto fenol triestirenado (TSP), en el que están unidos tres estirenos; y se puede determinar la proporción de cada producto mediante la proporción equivalente del fenol con respecto al estireno, que son los materiales de reacción, el tipo de catalizador o la temperatura de reacción.

20 El contenido de MSP de los fenoles estirenados puede ser del 50 % en peso o más, preferentemente del 50 al 80 % en peso, basado en el peso total del fenol estirenado.

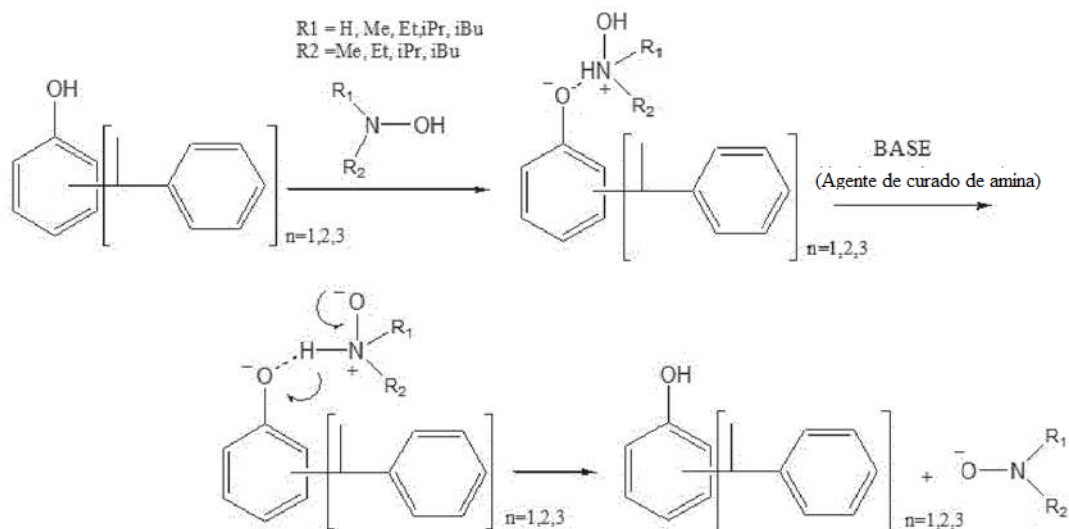
25 Cuando el contenido de MSP es del 50 % en peso o más la viscosidad disminuye, de este modo se proporciona plasticidad cuando se mezcla con un agente de curado, se puede mejorar la conformabilidad y se puede mantener un valor de hidroxilo (valor de OH) a un nivel similar al del nonilfenol convencional (240-250), activando así la reacción de curado.

30 Cuando se añade la hidroxilamina al fenol estirenado, un átomo de nitrógeno de la hidroxilamina se puede unir a un átomo de hidrógeno del hidroxilo del fenol estirenado, formando de esta manera un compuesto de fenol estirenado, específicamente, un aducto de fenol estirenado.

35 En la composición de un agente de curado preparada mediante la mezcla del aducto de fenol estirenado con un agente de curado, se puede deshidrogenar un átomo de hidrógeno del hidroxilo de la hidroxilamina, en lugar del átomo de hidrógeno del hidroxilo del fenol estirenado y, por tanto, se mantiene un grupo hidroxilo del fenol estirenado, lo que evita así la decoloración de la composición de un agente de curado.

40 En el esquema de reacción 1 se muestra el mecanismo que evita la decoloración originado por el compuesto de fenol estirenado.

[Esquema de reacción 1]



En una realización ilustrativa de la presente invención, la hidroxilamina puede ser una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina y, preferentemente, dietilhidroxilamina.

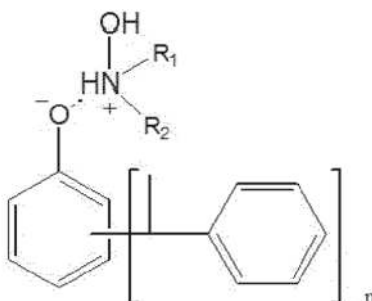
En la presente invención, el contenido de hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado, preferentemente del 0,1 al 10 % en peso y, más preferentemente, del 0,1 al 3 % en peso.

Cuando el contenido de la hidroxilamina es inferior al 0,1 % en peso, puede que no se proporcione la función requerida que evita la decoloración y cuando el contenido de la hidroxilamina es superior al 15 % en peso, las hidroxilaminas que no están unidos al fenol estirenado pueden permanecer y, por tanto, pueden disminuir la eficacia de la reacción y la estabilidad de almacenamiento.

Composición de un agente de curado que incluye el compuesto de fenol estirenado

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de un agente de curado para una pintura, que incluye la parte de material principal de un agente de curado; y un compuesto de fenol estirenado representado por la fórmula 1 en el que el fenol estirenado está unido a la hidroxilamina.

[Fórmula I]



En la fórmula 1, n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R_1 y R_2 son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4. El contenido de hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

La parte de material principal de un agente de curado puede ser, si bien no se limita a estos, al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en agentes de curado basados en amina tales como una poliamina alifática

y alicíclica, una poliamina aromática y una poliamina poliamida; agentes de curado basados en fenol tales como una resina novolaca de fenol, una resina novolaca de cresol y una resina novolaca de fenilo que contiene bifenilo; y diciano-diamidas, que se pueden usar por separado o combinados entre sí.

- 5 En una realización ilustrativa de la presente invención, el fenol estirenado puede incluir fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado puede ser del 50 % en peso o más, basado en el peso total del fenol estirenado.

- 10 En una realización ilustrativa de la presente invención, la hidroxilamina puede ser una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina y, preferentemente, dietilhidroxilamina.

- 15 En la presente invención, el contenido de hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso, preferentemente del 0,1 al 10 % en peso y, más preferentemente, del 0,1 al 3 % en peso, basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

El tipo y el contenido de la hidroxilamina son los mismos que los de la descripción del compuesto de fenol estirenado.

- 20 En una realización ilustrativa de la presente invención, el contenido de la parte material principal de un agente de curado y del compuesto de fenol estirenado puede ser del 70 al 90 % en peso y del 10 a 30 % en peso, respectivamente, basados en el peso total de la composición de un agente de curado.

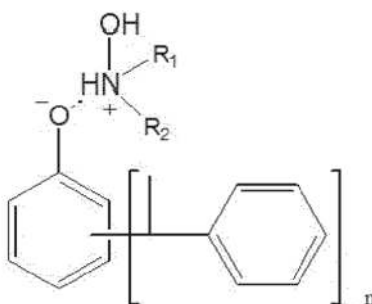
- 25 Basado en el peso total de la composición de un agente de curado, cuando el contenido de fenol estirenado es inferior al 10 % en peso, puede que no se proporcione plasticidad y miscibilidad a la pintura o la parte de material principal de un agente de curado al nivel requerido o superior y cuando el contenido de fenol estirenado es superior al 30 % en peso, aumenta excesivamente la fluidez de la pintura y, por tanto, pueden disminuir la calidad exterior y la estabilidad de almacenamiento del producto final.

- 30 Método de preparación del compuesto de fenol estirenado

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método de preparación de un compuesto de fenol estirenado, que incluye la síntesis del fenol estirenado mediante la alquilación de fenol y estireno; y la preparación de un compuesto representado por la fórmula 1 mediante la adición de hidroxilamina al fenol estirenado.

35

[Fórmula I]



- 40 En la fórmula 1, n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4. El contenido de hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

- 45 En una realización ilustrativa de la presente invención, el fenol estirenado puede incluir fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado puede ser del 50 % en peso o más, basado en el peso total del fenol estirenado.

- En la etapa de síntesis del fenol estirenado, el fenol estirenado se puede sintetizar efectuando la alquilación del fenol y el estireno en presencia de un catalizador de ácido fosfórico (H₃PO₄) y añadiendo un catalizador de ácido sulfúrico (H₂SO₄) o de sulfato de magnesio (MgSO₄) para terminar la alquilación.

- 50 Como catalizador inicial de la reacción para preparar el fenol estirenado, se puede usar un catalizador de ácido fosfórico (H₃PO₄). El catalizador de ácido fosfórico es más grande y tiene menor actividad que el catalizador de ácido sulfúrico en términos de su estructura molecular y, por tanto, tiene una temperatura de reacción relativamente

superior.

Sin embargo puesto que el catalizador de ácido fosfórico tiene menor actividad de reacción aunque mayor selectividad que el catalizador de ácido sulfúrico, se puede controlar más fácilmente la proporción de composición del fenol estirenado que se va a producir y, específicamente, el contenido de MSP en el que un estireno está sustituido, se puede controlar al 50 % en peso o más y, preferiblemente, al 60 % en peso o más, basado en el peso total. Además, el catalizador de ácido fosfórico tiene una excelente selectividad de producto ya que el estireno puede estar sustituido en una posición *para*, que es la posición del cuarto carbono del fenol, en una proporción mayor que el catalizador de ácido sulfúrico.

Por otro lado, cuando se efectúa la alquilación solamente con el catalizador de ácido fosfórico, pueden quedar estirenos y fenoles sin reaccionar al finalizar la reacción. Para eliminar tales materiales que quedan sin reaccionar, en el momento final en el que termina el goteo de un reactante, el estireno, se puede usar un catalizador de ácido sulfúrico (H_2SO_4) o de sulfato de magnesio ($MgSO_4$).

La cantidad de catalizador de ácido sulfúrico o de sulfato de magnesio usada puede ser de un 2 a un 10 % en peso, basado en el peso del catalizador de ácido fosfórico. Cuando la cantidad de catalizador de ácido sulfúrico o de sulfato de magnesio usada es inferior al 2 % en peso, puede ser despreciable el efecto de eliminación de compuestos restantes y cuando la cantidad del catalizador de ácido sulfúrico o de sulfato de magnesio usada es superior al 10 % en peso, es difícil separar o recuperar el producto.

Después de la alquilación, se puede añadir al menos una solución acuosa de un compuesto seleccionado entre carbonato de sodio (Na_2CO_3), carbonato de potasio (K_2CO_3), hidróxido de sodio ($NaOH$) e hidróxido de potasio (KOH), para neutralizar el producto de la alquilación y la sal neutralizada generada se puede retirar empleando un filtro de filtración con lo que se recupera el fenol estirenado.

Un compuesto de fenol estirenado se puede preparar mediante la adición de hidroxilamina al fenol estirenado y, específicamente, en la etapa de preparación del aducto de fenol estirenado, un átomo de nitrógeno de la hidroxilamina añadida puede proporcionar un par de electrones a un átomo de hidrógeno del hidroxilo del fenol estirenado y, de este modo, se unen entre sí.

En una realización ilustrativa de la presente invención, la hidroxilamina puede ser una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina y, preferentemente, dietilhidroxilamina.

En la presente invención, el contenido de hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso, preferentemente del 0,1 al 10 % en peso y, más preferentemente, del 0,1 al 3 % en peso, basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

El tipo y el contenido de la hidroxilamina son los mismos que los descritos para el compuesto de fenol estirenado.

En lo sucesivo en el presente documento, se describirán con detalle ejemplos de la presente invención.

Ejemplos 1 a 4: Preparación de un compuesto de fenol estirenado y una composición de un agente de curado para una pintura epoxi

Se dispusieron 300 g de fenol y un catalizador de ácido fosfórico (H_3PO_4) (1,876 g, 0,006 eq) en un recipiente de reacción y se calentaron a 140 °C, y se vertió estireno (381,6 g, 1,15 eq) durante 120 minutos. A medida que se vertía el estireno, la temperatura de reacción aumentaba de 140 °C a 170 °C. Después de verter el estireno, el producto resultante se hizo reaccionar después a la misma temperatura de reacción durante 1 hora. Para eliminar los materiales sin reaccionar se redujo la temperatura de reacción hasta 110 °C y se añadió al reactante un catalizador de ácido sulfúrico (H_2SO_4) (0,05 g, de un 2 a un 10 % en peso con respecto al catalizador de ácido fosfórico). Cuando se añadió el ácido sulfúrico, la temperatura de reacción aumentó hasta 125 °C y la reacción se llevó cabo después durante 30 minutos. La temperatura del reactante se disminuyó hasta 80 °C y se añadió a este una solución acuosa de carbonato de sodio con la misma proporción de equivalentes que el catalizador de ácido sulfúrico a fin de neutralizarlo durante 30 minutos. La sal neutralizada generada anteriormente se retiró mediante evaporación al vacío y un filtro de filtración, lo que proporcionó fenol estirenado (tasa de conversión de la reacción: 97 %, pureza: 97 % o superior). El resultado del análisis de cromatografía de gases (GC) del fenol estirenado producido confirmó que el contenido de MSP era del 67 % en peso, basado en el peso total del fenol estirenado. El fenol estirenado producido y la dietilhidroxilamina se mezclaron en una proporción en peso del 97 al 99 % en peso y del 1 al 3 % en peso, respectivamente, mediante lo cual se preparó un compuesto de fenol estirenado (plastificante).

Tras esto, el compuesto de fenol estirenado y un agente de curado conocido para una pintura epoxi (Jeffamine 230) se añadieron a un agitador magnético en una proporción en peso del 15 al 30 % en peso y del 70 al 85 % en peso y se agitaron a temperatura ambiente durante 10 minutos, mediante lo cual se preparó una composición de un agente de curado para una resina epoxi.

Ejemplos comparativos 1 y 2: Preparación de una composición de un agente de curado para una pintura epoxi que contiene un compuesto de nonilfenol

- 5 Se preparó una composición de un agente de curado para una pintura epoxi añadiendo nonilfenol y un agente de curado conocido para una pintura epoxi (Jeffamine 230) a un agitador magnético en una proporción en peso del 15 al 30 % en peso y del 70 al 85 % en peso y agitando a temperatura ambiente durante 10 minutos.

- 10 En la tabla 1 se muestran las proporciones de mezcla entre los componentes de composiciones de un agente de curado para una resina epoxi de acuerdo con los ejemplos 1 a 4 y los ejemplos comparativos 1 y 2.

[Tabla 1]

Categoría	Agente de curado epoxi (A)	Plastificante (B)		Proporción de mezcla (A:B, % en peso)
		Fenol estirenado	Dietilhidroxilamina	
Ejemplo 1	Jeffamine 230	99 % p/p	1 % p/p	85:15
Ejemplo 2		98 % p/p	2 % p/p	85:15
Ejemplo 3		97 % p/p	3 % p/p	85:15
Ejemplo 4		97 % p/p	3 % p/p	70:30
Ejemplo comparativo 1	Jeffamine 230	Nonilfenol		70:30
Ejemplo comparativo 2		Nonilfenol		85:15

Ejemplo experimental 1: Ensayo de decoloración a temperatura ambiente (25 °C)

- 15 Para las composiciones de agente de curado para una pintura epoxi de acuerdo con los ejemplos 1 a 4 y los ejemplos comparativos 1 y 2, se detectó la decoloración en función del tiempo a temperatura ambiente (25 °C) usando un colorímetro OME-2000.

20 Ejemplo experimental 2: Ensayo de decoloración a alta temperatura (60 °C)

- La decoloración a alta temperatura comparada con la decoloración a temperatura ambiente es un factor principal que repercute en la estabilidad de almacenamiento. Para las composiciones de un agente de curado para una pintura epoxi de acuerdo con los ejemplos 1 a 4 y los ejemplos comparativos 1 y 2, se detectó la decoloración en función del tiempo a alta temperatura (60 °C) usando un colorímetro OME-2000.

Los resultados de los ensayos de decoloración de acuerdo con los ejemplos experimentales 1 y 2 se muestran en la tabla 2 y en las figuras 1 y 2.

[Tabla 2]

Categoría	Ensayo de decoloración a temperatura ambiente (25 °C)						Ensayo de decoloración a alta temperatura (60 °C)					
	1 día	4 días	6 días	8 días	12 días	15 días	1 día	4 días	6 días	8 días	12 días	15 días
Ejemplo 1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,3	0,4	0,6
Ejemplo 2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3
Ejemplo 3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Ejemplo 4	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Ejemplo comparativo 1	0,2	0,2	0,2	0,3	0,4	0,6	0,2	0,2	0,6	0,9	1,2	1,7
Ejemplo comparativo 2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3	0,5	0,2	0,2	0,4	0,7	1,1	1,5

De acuerdo con los resultados de los ensayos de decoloración a temperatura ambiente (25 °C) y a alta temperatura (60 °C), se demostró que cuando el contenido de dietilhidroxilamina aumentaba en un intervalo del 1 al 3 % en peso

basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado, se mejoraba el efecto de prevención de la decoloración y exhibía una excelente estabilidad de almacenamiento (véanse los ejemplos 1 a 3).

- 5 Además, comparando el resultado del ensayo de decoloración a temperatura ambiente (25 °C) y el resultado del ensayo de decoloración a alta temperatura (60 °C), las composiciones de un agente de curado para una pintura epoxi de acuerdo con los ejemplos 1 a 4 mostraban reducciones considerables en el intervalo de decoloración en función de la variación de temperatura, en comparación con las de los ejemplos comparativos 1 y 2.

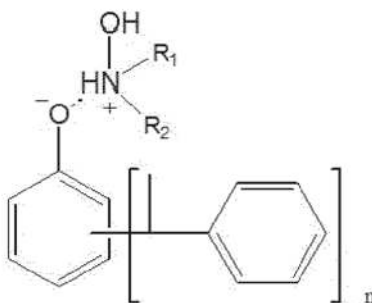
- 10 De acuerdo con los ejemplos experimentales 1 y 2, se confirmó que el compuesto de fenol estirenado con hidroxilamina añadida tenía un excelente efecto de prevención de la decoloración para la composición de un agente de curado para una pintura epoxi, en comparación con el compuesto de nonilfenol y, por tanto, mejoraba la calidad exterior y la estabilidad de almacenamiento del producto.

REIVINDICACIONES

1. Un compuesto de fenol estirenado representado por la fórmula 1, que comprende:

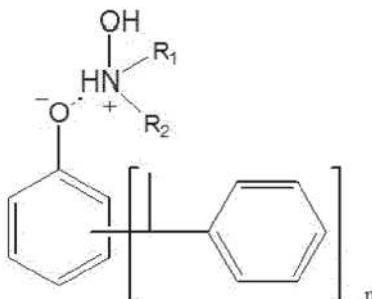
- 5 fenol estirenado; e
 hidroxilamina, que está unida al fenol estirenado:

[Fórmula I]



- 10 en la que n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4,
 y en el que el contenido de la hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.
- 15 2. El compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el fenol estirenado incluye fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado es del 50 % en peso o más, basado en el peso total del fenol estirenado.
- 20 3. El compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la hidroxilamina es una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina.
- 25 4. Una composición de un agente de curado para una pintura que comprende:
 una parte de material principal de un agente de curado; y
 un compuesto de fenol estirenado representado por la fórmula 1 en el que el fenol estirenado y la hidroxilamina están unidos entre sí:

[Fórmula I]



- 30 en la que n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4
 y en el que el contenido de la hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.
- 35 5. La composición de acuerdo con la reivindicación 4, en la que el fenol estirenado incluye fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado es del 50 % en peso o más, basado

en el peso total del fenol estirenado.

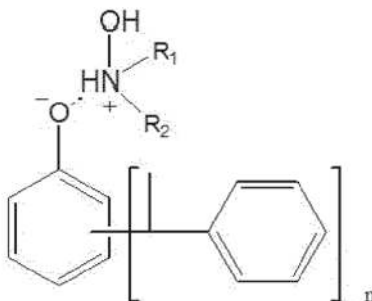
6. La composición de acuerdo con la reivindicación 4, en la que la hidroxilamina es una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina.

7. La composición de acuerdo con la reivindicación 4, en la que el contenido de la parte de material principal de un agente de curado y del compuesto de fenol estirenado es del 70 al 90 % en peso y del 10 a 30 % en peso, respectivamente, basados en el peso total de la composición de un agente de curado.

8. Un método de preparación de un compuesto de fenol estirenado que comprende:

sintetizar el fenol estirenado mediante la alquilación de fenol y estireno; y
preparar un compuesto de fórmula 1 mediante la adición de hidroxilamina al fenol estirenado:

[Fórmula I]



en la que n es uno de los números enteros de 1 a 3, y R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno o uno de los grupos alquilo C1 a C4,
y en el que el contenido de la hidroxilamina es del 0,1 al 15 % en peso basado en el peso total del compuesto de fenol estirenado.

9. El método de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el fenol estirenado incluye fenol monoestirenado, fenol diestirenado y fenol triestirenado y el contenido de fenol monoestirenado es del 50 % en peso o más, basado en el peso total del fenol estirenado.

10. El método de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la hidroxilamina es una hidroxilamina seleccionada entre el grupo que consiste en monometilhidroxilamina, dimetilhidroxilamina, monoetilhidroxilamina, dietilhidroxilamina, monopropilhidroxilamina, dipropilhidroxilamina, monobutilhidroxilamina, dibutilhidroxilamina, isopropilhidroxilamina y diisopropilhidroxilamina.

FIG 1

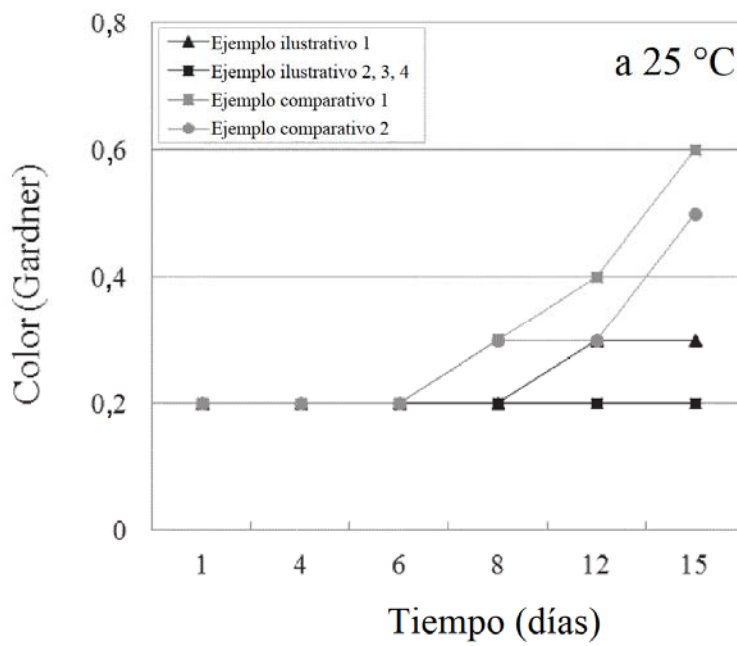


FIG 2

