

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 945 113**

51 Int. Cl.:

C08G 59/54

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.04.2019** **PCT/EP2019/060691**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.10.2019** **WO19207080**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.04.2019** **E 19718418 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.03.2023** **EP 3784714**

54 Título: **Agente de curado basado en cardanol para composiciones de resinas epoxídicas**

30 Prioridad:

26.04.2018 EP 18169665

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

28.06.2023

73 Titular/es:

ELANTAS BECK INDIA LTD. (50.0%)

147 Mumbai-Pune Road

Puni, Pimpri 411018, IN y

ELANTAS GMBH (50.0%)

72 Inventor/es:

KHATAKE, SINGURIBU, MACHINDRA;

GARAJE, SUNIL, NARSINGRAO y

PAYMALLE, SHASHIKANT, SANGMESHVAR

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 945 113 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

Agente de curado basado en cardanol para composiciones de resinas epoxídicas

La presente invención se refiere a nuevos compuestos basados en cardanol que se pueden utilizar como agentes de curado, composiciones que comprenden los compuestos novedosos, la fabricación de dichos compuestos y dichas composiciones, y el uso de estas composiciones, en particular en un proceso de encapsulado en dispositivos y componentes eléctricos y electrónicos.

Antecedentes de la invención

Poliamida tiene excelentes propiedades, tales como buena aptitud de fabricación, propiedades mecánicas, resistencia térmica, rigidez, resistencia a la abrasión y resistencia química. Debido a estas propiedades únicas, poliamida se usa ampliamente como diversos materiales de componentes para la industria automotriz, eléctrica y electrónica (véase por ejemplo, el documento US2012/0177937 A1). Las poliamidas se preparan a partir de una diversidad de ácidos carboxílicos. Ácido tereftálico y ácidos trimelíticos que comprenden un anillo de benceno con grupos de carboxilato en las posiciones 1 y 4, y en las posiciones 1, 2 y 4 respectivamente (véase, por ejemplo, el documento WO2012/082727A1). Generalmente, las poliamidas se preparan a partir de materiales de partida procedentes de petróleo que reaccionan con diácidos y diaminas de los mismos (véase por ejemplo, los documentos US2012/0165466A1, US8,822,629B2, US6846868B2 y Journal of Applied Polymer Science, volumen 68, número 2, páginas 305-314, [1998], Wiley Periodicals, Inc.). Alternativamente, las poliamidas se pueden preparar a partir de biomasa mediante síntesis microbiana en condiciones controladas por fermentador como se describe en el documento WO2012/082727A1.

La síntesis de poliamida de base biológica se encuentra disponible en escasa bibliografía, tal como poliamida insaturada producida a partir de ácido Z-octadec-9-enedioico de base biológica (Macromolecular Chemistry and Physics, volumen 209, Número 1, páginas 64-74, [2008], John Wiley & Sons, Ltd). Poliamida de base biológica también se prepara a partir de aceite de ricino (European Polymer Journal, volumen 59, páginas 69-77, [2014], Elsevier Ltd.). Poliamida preparada a partir de cardanol de base biológica se presenta en Progress in Organic Coatings, Volumen 104, páginas 250-262, [2017], Elsevier B.V.

A la vista de esto, se ha prestado más atención a los materiales termoestables procedentes de recursos renovables, en particular a materiales termoestables epoxídicos. Hasta ahora, solo se usan ácidos o anhídridos aromáticos de base biológica como agentes de curado epoxídicos y únicamente se encuentran disponibles a escala industrial unas pocas diaminas de base biológica, pero la mayoría de ellas son poco solubles en la mayoría de disolventes o generan subproductos nocivos. Fenalcamina producida a partir de la reacción de Mannich se conoce como el mejor agente de curado de base biológica para resina epoxídica. Fenalcamina se produce a partir de cardanol, que se extrae del líquido de cáscara de nuez de anacardo (CNSL), que es un subproducto no comestible de CNSL Industries. Es una fuente renovable aromática realmente prometedora disponible en grandes cantidades (European Journal of Lipid Science and Technology, volumen 117, páginas 178-189, [2015], WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim). Según el documento US6229054 B1, los derivados de CNSL tienen muchos usos industriales, por ejemplo, en agentes de curado epoxídicos, resinas fenólicas, tensioactivos y agentes de ruptura de emulsión.

Fenalcamina preparada a partir de reacciones de Mannich mediante la reacción de cardanol (que contiene extracto procedente de líquido de cáscara de nuez de anacardo), aldehído tal como formaldehído y poliamina (el documento US6262148 B1 y Journal of Polymer Science, Parte A: Polymer Chemistry, volumen 52, páginas, 472-480, [2014], Wiley Periodicals, Inc.). Sin embargo, fenalcamina presenta algunos inconvenientes, tales como que los materiales epoxídicos curados tienen un color muy oscuro y son inestables. Por tanto, el uso de fenalcamina en resina epoxídica se encuentra muy limitado (RSC Advances, volumen 6, páginas 105744-105754, [2016], Royal Society of Chemistry).

Balguade y col. (publicado en Progress in Organic Coatings, 2016) divulgan la reacción de la cadena hidrocarbonada de cardanol con anhídrido maleico y el uso del producto resultante como agente de curado.

Debido a la incertidumbre en los mercados de petróleo y la cantidad limitada de productos derivados de petróleo disponibles para uso futuro, sería deseable disponer de resinas o polímeros que contengan amida, que se puedan obtener a partir de materiales de partida que se puedan preparar partiendo de recursos renovables.

Los compuestos novedosos de la presente invención resuelven el problema descrito con anterioridad. De hecho, permiten producir polímeros que contienen amida, que se pueden obtener a partir de un material de partida disponible en la naturaleza y que no es un derivado de petróleo.

Además, los compuestos novedosos se pueden obtener en una síntesis in situ de fenalcamina modificada con amidas y fenalcamina modificada con poliéter modificada con amidas.

La composición que comprende el compuesto de la invención experimenta curado de forma rápida y da como resultado un material estable.

Además, los costes del sistema de agente de endurecimiento se pueden reducir desarrollando fenalcamina de bajo coste en comparación con el agente de endurecimiento de poliamida.

5 El material resultante de la composición curada que lo comprende tiene una buena resistencia al choque térmico, buena resistividad química y propiedades de muy baja absorción de agua. Además, las propiedades mecánicas son buenas si se comparan con los sistemas de poliamida existentes.

Descripción detallada de la invención

10 La presente invención se refiere a un compuesto que comprende un cardanol sustituido, en el que la cadena hidrocarbonada de cardanol está sustituida con al menos un grupo que tiene al menos un grupo funcional amino que tiene un hidrógeno activo unido a un grupo amina y al menos un grupo amida; y el anillo aromático de cardanol está sustituido con al menos un grupo que tiene al menos un grupo funcional amino que tiene un hidrógeno activo unido a un grupo amina.

En otra realización preferida del compuesto de la invención, el grupo que tiene al menos un hidrógeno activo unido a un grupo amina comprende una amina secundaria.

15 En otra realización preferida de los compuestos de la invención, cada grupo que comprende al menos un hidrógeno activo unido a un grupo amina comprende además un grupo seleccionado entre alquilo, arilo, heteroarilo, cicloalquilo y heterocicloalquilo. Más preferentemente, los compuestos de la invención comprenden además un grupo seleccionado entre alquilo y heterocicloalquilo.

En una realización preferida del compuesto de la invención, el grupo que tiene al menos un hidrógeno activo unido a un grupo amina comprende además al menos un grupo éter.

20 En una realización preferida del compuesto de la invención, el grupo que comprende además al menos un grupo éter comprende un segmento de poliéter.

La invención se refiere además a una composición apta para curado que comprende uno cualquiera de los compuestos de la invención y una resina reactiva de amina.

La resina reactiva de amina de la composición apta para curado también podría reaccionar con grupos -OH.

25 Preferentemente, la resina activa de amina es una resina epoxídica. Más preferentemente, la resina epoxídica tiene un promedio de al menos un grupo epoxídico por molécula, preferentemente al menos un grupo glicídilo por molécula.

30 En otra realización, la invención se refiere al uso de un compuesto de la invención para curar una composición que comprende una resina reactiva de amina. Preferentemente una resina epoxídica. Más preferentemente, la resina epoxídica tiene un promedio de al menos un grupo epoxídico por molécula, preferentemente al menos un grupo glicídilo por molécula.

En una realización preferida, se puede usar uno cualquiera de los compuestos de la invención en cualquier composición apta para curado en las realizaciones descritas que comprenden una resina reactiva de amina.

Las resinas epoxídicas más preferidas son aquellas resinas epoxídicas que tienen 1,8 grupos epoxídicos por molécula.

35 Las resinas epoxídicas comercialmente disponibles resultan apropiadas para curado con los compuestos de la invención. Preferentemente, las resinas epoxídicas disponibles comercialmente apropiadas para la invención están basadas en bisfenol A, bisfenol F o mezclas de los mismos.

En otra realización, la invención se refiere al uso de la composición que comprende el compuesto de la invención para encapsular dispositivos o componentes eléctricos y electrónicos.

40 En otra realización, la invención se refiere al uso del compuesto de la invención en una composición para encapsular dispositivos o componentes eléctricos y electrónicos.

En otra realización, la invención se refiere a un proceso para preparar los compuestos de la invención.

En otra realización, la invención se refiere a un proceso para la preparación de uno cualquiera de los compuestos de la invención que comprende las etapas de

a) hacer reaccionar el cardanol con anhídrido maleico en presencia de un catalizador;

45 b) hacer reaccionar el producto de reacción de la etapa a) con al menos un compuesto que tiene al menos un grupo de amina primaria o secundaria en presencia de formaldehído y un catalizador.

En una realización preferida, la amina primaria o secundaria comprende además un grupo éter, preferentemente un segmento de poliéter.

En una realización preferida, la amina primaria o secundaria comprende además un grupo éter que es una polietaramina.

En otra realización preferida, el grupo de amina primaria y/o secundaria comprende además un grupo seleccionado entre alquilo, arilo, heteroarilo, cicloalquilo y heterocicloalquilo.

- 5 En otra realización preferida, el catalizador de la etapa a) comprende un complejo metálico. Preferentemente, el metal está seleccionado entre el grupo que consiste en un metal de transición, preferentemente el complejo de metal de transición es una disolución de complejo de metal de transición. Más preferentemente, el metal de transición es cobalto o manganeso. Lo más preferentemente, el catalizador es un naftenato de cobalto.

En otra realización preferida, el catalizador de la etapa b) es un compuesto ácido, preferentemente ácido oxálico.

- 10 En otra realización, la invención se refiere a un proceso para preparar un artículo o material, que comprende las etapas de:

a. mezclar una resina epoxídica que tiene un promedio de al menos un grupo epoxídico por molécula, preferentemente al menos un grupo glicídilo por molécula, con el agente de curado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5

- 15 b. curar la mezcla de la etapa a.

En otra realización, la invención se refiere a un artículo obtenido mediante un proceso que comprende las etapas de:

a. mezclar una resina epoxídica que tiene un promedio de al menos un grupo epoxídico por molécula, preferentemente al menos un grupo glicídilo por molécula, con el agente de curado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5

- 20 b. curar la mezcla de la etapa a.

En otra realización, la invención se refiere a un material obtenido mediante un proceso que comprende las etapas de:

a. mezclar una resina epoxídica que tiene un promedio de al menos un grupo glicídilo por molécula con el agente de curado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5

b. curar la mezcla de la etapa a.

- 25 Los compuestos preferidos que tienen grupos de amina primaria y/o secundaria usados en el proceso de la invención son aminas alifáticas, aminas cicloalifáticas, aminas heterocíclicas, aminas aromáticas.

Por consiguiente, el compuesto que comprende al menos una amina primaria o secundaria puede comprender además un grupo seleccionado entre alquilo, arilo, heteroarilo, cicloalquilo y heterocicloalquilo.

- 30 Preferentemente, los compuestos que comprenden al menos una amina primaria o secundaria están seleccionados entre grupo que consiste en N-aminoetilpiperazina; dietilentriamina; trietilentetramina (TETA); tetraetilenpentamina; 2-metilpen tametileno; 1,3-pentanodiamina; trimetilhexametilendiamina; una poliamida; una poliamidoamina y una combinación de éter de trimetilolpropan tris[poli(propilenglicol), con terminación de amina], 2-(1-piperazinil)etilamina, 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 3,6,9,12-tetraazatetradecan-1,14-diamina, tetraetilenpentamina y trietilentetramina, 3,6-diazotatilendiamina, 3,6,9-triazaundecametilendiamina, 1,3-bis(aminometil)benceno, 1,3-bis(aminometil)ciclohexano, 5-dietiltoluen-2,4-diamina y 3,5-dietiltoluen-2,6-diamina (mezcla de los dos isómeros), 2,2'-(etilendioxi)bis(etilamina), 1,6-diamino-2,2,4(2,4,4)-trimetilhexano, N'-(3-aminopropil)-N,N-dimetilpropan-1,3-diamina, 4,4'-diaminodiecilohexilmetano, 1,2-ciclohexanodiamina y mezclas de los mismos.

- 40 Los compuestos preferidos que tienen al menos un grupo de amina primaria o secundaria que comprende además al menos un grupo éter son las poliéteraminas. Las poliéteraminas preferidas de la invención comprenden preferentemente al menos un segmento de oxietilendiamina, segmento de oxietilentriamina o segmento de polioxietilendiamina. Las poliéteraminas de la invención comprenden preferentemente al menos un segmento de óxido de propileno, un segmento de óxido de etileno o una mezcla de ambos.

- 45 Las poliéteraminas preferidas utilizadas en la presente invención se encuentran disponibles comercialmente bajo la marca comercial JEFFAMINE de Huntsman Corporation, Houston, Texas, tales como JEFFAMINE D-230, JEFFAMINE D-400, JEFFAMINE D-2000, JEFFAMINE T-403, JEFFAMINE ED-600, JEFFAMINE ED-900, JEFFAMINE ED-2001, JEFFAMINE EDR-148, JEFFAMINE XTJ-509, JEFFAMINE T-3000, JEFFAMINE T-5000 y combinaciones de los mismos. Las poliéteraminas preferidas de la invención son JEFFAMINE® D-230.

- 50 La composición curada de la presente invención puede comprender además materiales de relleno inorgánicos y/u orgánicos. Los materiales de relleno inorgánicos adecuados incluyen sulfato de bario, sílice, óxido de aluminio, óxido de calcio, óxido de magnesio, óxido de sodio, óxido de potasio, óxido de hierro, óxido de titanio, otros óxidos o mezclas de los mismos. Otros materiales de relleno adecuados incluyen geles de sílice, silicatos de calcio, nitrato de calcio,

fosfatos de calcio, molibdatos de calcio, carbonato de calcio, hidróxido de calcio, sílice pirógena, arcillas tales como bentonita, trihidratos de aluminio, dihidratos de magnesio, microesferas de vidrio, microesferas de vidrio huecas, microesferas poliméricas y microesferas poliméricas huecas. En la composición apta para curado se pueden usar materiales de relleno orgánicos tales como fibras de aramida y fibras de poliolefina tales como fibras de polietileno.

- 5 La composición apta para curado puede contener cualquier cantidad adecuada de material de relleno. Puede contener de un 0,01 a un 50 por ciento en peso de material de relleno basado en el peso total de la composición apta para curado.

- 10 Los compuestos de la invención se pueden usar para curar una composición que comprende una resina reactiva de amina, preferentemente una resina epoxídica, más preferentemente, la resina epoxídica tiene un promedio de al menos un grupo glicídilo por molécula.

La invención se refiere además a un proceso para preparar los compuestos de la invención. El proceso comprende las etapas de hacer reaccionar cardanol y/o bisfenol con al menos un compuesto que tiene al menos un grupo de amina primaria o secundaria y un compuesto que tiene al menos un grupo de amina primaria o secundaria que comprende además un grupo éter en presencia de formaldehído y un catalizador.

- 15 La invención se refiere además a un proceso para preparar un artículo o material que comprende la etapa de mezclar una resina reactiva de amina, preferentemente una resina epoxídica, con el compuesto de la invención y curar la mezcla.

Otro objeto de la invención son los artículos o materiales producidos por medio del proceso que comprende la etapa de mezclar una resina reactiva de amina con el compuesto de la invención y curar la mezcla.

- 20 La presente invención se explica con más detalle mediante los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplos

Se sintetizó fenalcamina de la invención de manera análoga al procedimiento de síntesis proporcionado en el documento US6262148 B1 y Journal of Polymer Science, Parte A: Polymer Chemistry, volumen 52, páginas, 472-480, [2014], Wiley Periodicals, Inc.

- 25 La reacción de cardanol con anhídrido maleico se llevó a cabo de manera análoga a Balguade y col. (publicado en Progress in Organic Coatings, 2016).

Ejemplo 1

Preparación de Intermedio 1 obtenido utilizando cardanol y anhídrido maleico

Se introducen los siguientes ingredientes en el matraz de reacción:

- 30 1600,00 g de cardanol
392,24 g de anhídrido maleico
10 g de disolución sólida a un 5-10 % de naftenato de cobalto como catalizador

En un matraz de reacción de tres litros con condensador de reflujo enfriado con agua, se añadieron 1600 g de cardanol y 392,24 g de anhídrido maleico bajo agitación. Se añadieron a la mezcla 10 g de naftenato de cobalto con agitación. Esta mezcla se calentó lentamente a 190 °C con agitación continua durante 2:5 horas.

- 35

Ejemplo 2.1

Preparación de poliamida basada en cardanol utilizando el intermedio 1 y TETA (trietilentetramina)

Se introdujeron los siguientes ingredientes en un matraz de reacción de un litro:

- 228 g de cardanol malenizado hidrolizado
40 130 g de TETA (trietilentetramina)
43 g de DETA (dietilenotriamina)
100 g de SOFA (ácido graso de ácido de soja)
0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

En un matraz de reacción de un litro con condensador de reflujo enfriado con agua, se añadieron bajo agitación 228 g de cardanol malenizado hidrolizado y 130 g de TETA, 43 g de DETA y 100 g de SOFA. Se añadieron además 0,2 g de ácido oxálico bajo agitación. Esta mezcla se calentó lentamente a 210 °C con agitación continua durante 2,5 horas. A esta temperatura, se obtuvo una mezcla transparente que indica que tuvo lugar una reacción completa. El agua residual presente en la mezcla se retiró aplicando al sistema un vacío de 650 mm/Hg durante 1 hora.

Ejemplo 2.2

Preparación de poliamida basada en cardanol utilizando el intermedio 1 y TEPA (tetraetilenpentamina)

Se introdujeron los siguientes ingredientes en un matraz de reacción de un litro

228 g de cardanol malenizado hidrolizado

145 g de TEPA (tetraetilenpentamina)

43 g de DETA (dietilenotriamina)

100 g de SOFA (ácido graso de ácido de soja)

0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

El mismo procedimiento anterior se usó para la síntesis de poliamida basada en cardanol usando cardanol malenizado hidrolizado y TEPA (tetraetilenpentamina).

Ejemplo 2.3

Preparación de poliamida basada en cardanol utilizando el intermedio 1 y AEP (aminoetilpiperazina)

Se introdujeron los siguientes ingredientes en un matraz de reacción de un litro:

228 g de cardanol maleenizado hidrolizado

147 g de AEP (aminoetilpiperazina)

43 g de DETA (dietilenotriamina)

100 g de SOFA (ácido graso de ácido de soja)

0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

El mismo procedimiento anterior se usó para la síntesis de poliamida basada en cardanol usando cardanol malenizado hidrolizado y AEP (aminoetilpiperazina).

Ejemplo 3.1

Preparación de agente de curado basado en poliamida-fenalcamina mediante el uso de Intermedio 1, TETA (trietilentetramina) y paraformaldehído.

En un matraz de reacción de un litro se introdujeron los siguientes ingredientes para preparar un agente de curado basado en poliamida-fenalcamina usando TETA:

180 g de cardanol malenizado hidrolizado

5 g de paraformaldehído

102 g de TETA (trietilentetramina)

35 g de DETA (dietilenotriamina)

78 g de SOFA (ácido graso de ácido de soja)

0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

Se introdujeron en un matraz de reacción de un litro todos los aditivos anteriores con un condensador de reflujo enfriado con agua con agitación continua y se calentó lentamente a 180 °C con agitación continua durante 2,5 horas. Una vez completada la reacción, el agua residual presente en la mezcla se retira aplicando al sistema un vacío de 650 mm/Hg durante 1 hora.

Ejemplo 3.2

Preparación de agente de curado basado en poliamida-fenalcamina mediante el uso de Intermedio 1, TEPA (tetraetilenpentamina) y paraformaldehído

5 En un matraz de reacción de un litro se introdujeron los siguientes ingredientes para preparar un agente de curado basado en poliamida-fenalcamina usando TEPA:

180 g de cardanol malenizado hidrolizado

5 g de paraformaldehído

119 g de TEPA (tetraetilenpentamina)

35 g de DETA (dietilenotriamina)

10 78 g de SOFA (ácido graso de ácido de soja)

0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

Se usó el mismo procedimiento anterior para la síntesis de poliamida-fenalcamina usando TETA.

Ejemplo 3.3

15 Preparación de agente de curado basado en poliamida-fenalcamina mediante el uso de Intermedio 1, AEP (aminoetilpiperazina) y paraformaldehído

En un matraz de reacción de un litro se introdujeron los siguientes ingredientes para preparar un agente de curado basado en poliamida-fenalcamina usando AEP:

180 g de cardanol malenizado hidrolizado

5 g de paraformaldehído

20 112 g de AEP (aminoetilpiperazina)

35 g de DETA (dietilenotriamina)

78 g de SOFA (ácido graso de ácido de soja)

0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

Se usó el mismo procedimiento anterior para la síntesis de poliamida-fenalcamina por medio de AEP.

25 Ejemplo 4.1

Preparación de poliamida-fenalcamina modificada con polieteramina mediante el uso de poliamida basada en cardanol preparada a partir de TETA, paraformaldehído y polieteramina

En un matraz de reacción de un litro se introdujeron los siguientes ingredientes para preparar un agente de curado basado en poliamida-fenalcamina modificada con polieteramina:

30 250 g de poliamida basada en cardanol preparada a partir de TETA

11,60 g de paraformaldehído

125 g de polieteramina Jeffamine D 230

0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

35 Se introdujeron todos los aditivos anteriores en un matraz de reacción de tres litros con un condensador de reflujo enfriado con agua con agitación continua y se calentó lentamente a 120 °C con agitación continua durante 2,5 horas. Una vez completada la reacción, se retiró el agua residual presente en la mezcla aplicando al sistema un vacío de 650 mm/Hg durante 1 hora.

Ejemplo 4.2

40 Preparación de poliamida-fenalcamina modificada con polieteramina mediante el uso de poliamida basada en cardanol preparada a partir de TEPA, paraformaldehído y polieteramina.

ES 2 945 113 T3

En un matraz de reacción de un litro se introdujeron los siguientes ingredientes para preparar un agente de curado basado en poliamida-fenalcamina modificada con polieteramina:

250 g de poliamida basada en cardanol preparada a partir de TEPA

11,60 g de paraformaldehído

5 125 g de polieteramina Jeffamine D 230

0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

Se usó el mismo procedimiento anterior para la síntesis de poliamida-fenalcamina modificada con polieteramina preparada a partir de poliamida basada en cardanol preparada a partir de TEPA, paraformaldehído y polieteramina.

Ejemplo 4.3

10 Preparación de poliamida-fenalcamina modificada con polieteramina mediante el uso de poliamida basada en cardanol preparada a partir de AEP, paraformaldehído y polieteramina.

En un matraz de reacción de un litro se introdujeron los siguientes ingredientes para preparar un agente de curado basado en poliamida-fenalcamina modificada con polieteramina:

250 g de poliamida basada en cardanol preparada a partir de AEP

15 11,60 g de paraformaldehído

125 g de polieteramina Jeffamine D 230

0,2 g de ácido oxálico (catalizador)

Se usó el mismo procedimiento anterior para la síntesis de poliamida-fenalcamina modificada con polieteramina preparada a partir de poliamida basada en cardanol preparada a partir de AEP, paraformaldehído y polieteramina.

20 Ejemplo 5

Preparación de material curado mediante el uso de poliamida basada en cardanol/poliamida-fenalcamina/poliamida-fenalcamina modificada con poliéteramina con resina epoxídica

25 Se mezcló la resina epoxídica de éter diglicídico de bisfenol A con cada uno de todos los ejemplos anteriores 2.1, 2.2, 2.3, 3.1, 3.2, 3.3, 4.1, 4.2 y 4.3, respectivamente. Las mezclas se desgasificaron a 650 mm/Hg durante 15 minutos y posteriormente se vertieron en un recipiente adecuado a temperatura ambiente durante 3 horas para formar un material termoestable.

Todos los materiales termoestables, es decir, los materiales curados, obtenidos en el Ejemplo 5 pasaron 10 ensayos de ciclo térmico a (-40/100 °C) durante 1 hora.

30 Comparación de las propiedades físicas del sistema anterior recién desarrollado con el agente de curado convencional basado en poliamida.

	Viscosidad a 25°C en cP	Valor de amina en mg KOH/g	Propiedad de rendimiento final
			Dureza (Shore D)
Poliamida convencional	10000	380	80-85
Ej. 2.1	6500	370	80-85
Ej. 2.2	12000	374	80-85
Ej. 2.3	6700	390	80-85
Ej. 3.1	10000	380	80-85
Ej. 3.2	17000	390	80-85
Ej. 3.3	11000	370	80-85
Ej. 4.1	1300	385	80-85
Ej. 4.2	1800	370	80-85
Ej. 4.3	11500	387	80-85

Métodos

Se midieron las propiedades resumidas en la Tabla 2 anterior aplicando los siguientes métodos.

Se midió la viscosidad a una temperatura de 25 °C [en cP] usando el viscosímetro BROOKFIELD, husillo número 27 a una velocidad de 10 rpm.

- 5 Se midió el Índice de Amina en mg KOH/g utilizando el siguiente método:

Reactivos: -- ácido acético glacial

Ácido perclórico en ácido acético glacial 0,1N normalizado.

Disolución de indicador de violeta cristal. (disolver 1,0 g de violeta cristal en 100 ml de ácido acético glacial).

- 10 Aparato: Flack idométrico - capacidad 250 ml

Cilindro de vidrio graduado capacidad 50 ml

Bureta - capacidad 25 ml (desviación mínima de 0,1 ml)

Balanza de precisión.

Procedimiento: 1. Pesar con precisión 0,3 - 0,5 g de muestra en un matraz idométrico limpio y seco.

- 15 2. Disolver el gusano en aproximadamente 50 ml de ácido acético glacial si es necesario, enfriar a temperatura ambiente.

3. Someter a valoración frente a ácido perclórico normalizado usando una disolución indicadora de violeta cristal hasta que el color cambie de violeta a verde.

4. Anotar la lectura (R ml)

- 20 Cálculo :

$$56,1 \times N \times R$$

Índice de Amina = _____

Peso de muestra

N = Normalidad de ácido perclórico

R = ml de ácido perclórico requeridos.

- 25 Se midió el tiempo de gel a una temperatura en minutos (relación de mezcla de resina y agente de endurecimiento: 65:35) usando un temporizador de gelificación (instrumento TECHNE).

Se midió la Temperatura de Transición Vítrea (Tg/°C) utilizando el Mettler Toledo a una tasa de 10 °C/min en aire (de 25 °C a 600 °C).

Se midió la Dureza (Shore D) usando el DUROMETER DE HIROMETER a 25 °C.

- 30 Se llevaron a cabo los ciclos de choque térmico utilizando el CM Envirosystem, modelo Kinetic 25 B2 a -40/100 °C. N.º de Ciclos Térmicos Pasados a -40/100 °C de 1 hora de duración cada uno.

REIVINDICACIONES

1. Un compuesto que comprende un cardanol sustituido,
en el que
la cadena hidrocarbonada de cardanol está sustituida por al menos un grupo que tiene al menos una funcionalidad de amino que tiene un hidrógeno activo unido a un grupo amina y al menos un grupo amida;
y el anillo aromático de cardanol está sustituido con al menos un grupo que tiene al menos un grupo funcional amino que tiene un hidrógeno activo unido a un grupo amina.
2. El compuesto de la reivindicación 1, en el que el grupo que tiene al menos un hidrógeno activo unido a un grupo amina comprende una amina secundaria.
3. El compuesto de la reivindicación 2, en el que cada grupo que comprende al menos un hidrógeno activo unido a un grupo amina comprende además un grupo seleccionado entre alquilo, arilo, heteroarilo, cicloalquilo y heterocicloalquilo.
4. El compuesto de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el al menos un grupo funcional amino comprende además al menos un grupo éter.
5. El compuesto de la reivindicación 4, en el que el grupo que comprende además al menos un grupo éter comprende un segmento de poliéter.
6. Una composición curable que comprende el compuesto de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 y una resina reactiva de amina.
7. La composición apta para curado de la reivindicación 6, en la que la resina reactiva de amina es una resina epoxídica.
8. Uso del compuesto de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 para curar una composición que comprende una resina reactiva de amina.
9. El uso de la reivindicación 8, en el que la resina reactiva de amina es una resina epoxídica.
10. Uso de la composición apta para curado de la reivindicación 6 ó 7 para encapsular los dispositivos o componentes eléctricos y electrónicos.
11. Un proceso para preparar el agente de curado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 que comprende las etapas de:
 - a. Hacer reaccionar cardanol con anhídrido maleico en presencia de un catalizador;
 - b. Hacer reaccionar el producto de reacción de la etapa a) con al menos un compuesto que tiene al menos un grupo de amina primaria o secundaria en presencia de formaldehído y un catalizador.
12. El proceso de la reivindicación 11, en el que la amina primaria o secundaria comprende además un grupo éter.
13. El proceso de la reivindicación 12, en el que la amina primaria o secundaria comprende además un grupo éter y es una polieteteramina.
14. Un proceso para preparar un artículo o un material, que comprende las etapas de:
 - a. mezclar una resina reactiva de amina con el agente de curado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5
 - b. curar la mezcla de la etapa a.
15. Un artículo obtenido por medio del proceso de la reivindicación 14.
16. Un material obtenido por medio del proceso de la reivindicación 14.