(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **3 020 857**

(51) Int. Cl.:

C08G 59/40 (2006.01)
C08G 59/50 (2006.01)
C09D 163/00 (2006.01)
C09J 163/00 (2006.01)
H01F 27/32 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.02.2022 PCT/EP2022/054697**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **01.09.2022 WO22180175**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.02.2022 E 22707460 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.02.2025 EP 4298145**

(54) Título: **Composición polimerizable de un componente para impregnación por goteo**

(30) Prioridad:

25.02.2021 EP 21159434
18.06.2021 EP 21180401

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.05.2025

(73) Titular/es:

HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS (SWITZERLAND) GMBH (100.00%)
Klybeckstrasse 200
4057 Basel, CH

(72) Inventor/es:

FARMAND-ASHTIANI, EBRAHIM;
GARCIA SIMON, CRISTINA;
BEISELE, CHRISTIAN;
LISA, GIUSEPPE;
GNAEDINGER, FLORIAN y
NAPOLI, ALESSANDRO

(74) Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

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

Composición polimerizable de un componente para impregnación por goteo

Campo

La presente descripción se refiere generalmente a una composición a base de resina epoxi estable durante el almacenamiento a temperatura ambiente y, en algunas realizaciones, libre de CMR (es decir, no contiene sustancias cancerígenas, mutágenas y tóxicas para la reproducción), que puede transportarse en volúmenes a escala industrial sin necesidad de refrigeración, y a su uso en la impregnación de motores, generadores y transformadores eléctricos en procesos de impregnación por goteo, laminado por inmersión en caliente e impregnación al vacío.

Antecedentes

La impregnación con resina de bobinas de alambre de rotores o estatores es un proceso importante en la producción de motores eléctricos. Los métodos convencionales de impregnación son la impregnación por goteo y la impregnación por inmersión usando resinas aislantes a base de disolventes. En la impregnación por goteo, la resina aislante se hace gotear sobre un devanado calentado que gira a una velocidad moderada hasta que se logra la impregnación completa. El posterior curado de la resina puede realizarse en frío o a temperatura elevada, dependiendo de la resina empleada. En la impregnación por inmersión, el rotor o estator se precalienta y, después, se fija en un aparato y se sumerge, mientras gira, en un baño de impregnación rellenado con la resina aislante. Después de la impregnación completa de los devanados, el rotor o estator se retira del baño de impregnación mientras continúa girando hasta que la resina se haya gelificado. En algunos casos, puede ser necesario realizar un curado posterior en un horno para curar totalmente la resina. El documento WO2018/119250 describe una composición curable para formar un artículo curado, que comprende resina epoxi que comprende grupos epoxi, un derivado de ácido cianoacético y una base protegida en forma de un aducto o sal que es capaz de liberar el compuesto básico tras calentarse a una temperatura preestablecida.

Las resinas de poliéster insaturado y las resinas epoxi se usan frecuentemente en sistemas de resinas aislantes de un componente para procesos de impregnación por goteo e impregnación por inmersión. Sin embargo, estos sistemas de resina actuales del estado de la técnica carecen de suficiente estabilidad en el almacenamiento, son demasiado viscosos, tienen una mala adhesión a las capas aislantes primarias, tienen una temperatura de transición vítrea demasiado baja, lo que los hace inadecuados para aplicaciones a alta temperatura, o contienen materiales tóxicos.

En consecuencia, existe la necesidad de desarrollar sistemas alternativos de resinas aislantes no tóxicas que puedan usarse en procesos de impregnación por goteo y por inmersión (que requieren que las resinas tengan una viscosidad moderada a temperatura ambiente y una viscosidad baja a las temperaturas de aplicación) y que presenten una buena capacidad de impregnación, una buena adhesión a las capas aislantes primarias, tengan una reactividad rápida y sean estables en el almacenamiento durante un período de tiempo prolongado.

Resumen

La presente descripción generalmente proporciona una composición a base de resina epoxi de un componente que incluye: (a) una resina epoxi; (b) un diluyente reactivo; (c) una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina; (d) una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C; y (e) un poliácido

En otra realización más, se proporciona el uso de la composición a base de resina epoxi de un componente como composición de impregnación o revestimiento para motores eléctricos, transformadores y generadores.

En otra realización, se proporciona un proceso para formar un sustrato impregnado que incluye las etapas de aplicar la composición a base de resina epoxi de un componente de la presente descripción sobre un sustrato mediante impregnación por inmersión, impregnación al vacío o impregnación por goteo para formar un sustrato impregnado y curar la composición aplicada.

Descripción detallada

La presente descripción se refiere generalmente a una composición a base de resina epoxi de un componente que contiene una resina epoxi, un diluyente reactivo, una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina, una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C y un poliácido. Sorprendentemente, se ha descubierto que la composición a base de resina epoxi de un componente de la presente descripción tiene una alta reactividad a 130 °C, dando como resultado una temperatura de transición vítrea (Tv) alta, proporciona una buena humectación de y adhesión a los materiales aislantes primarios y, por lo tanto, es especialmente útil como material aislante secundario para conductores enrollados (por ejemplo, estatores y rotores de motores eléctricos, transformadores y generadores). Además, cuando se formulan en una parte, las composiciones a base de resina epoxi de la presente descripción

poseen una excelente estabilidad en el almacenamiento a temperatura ambiente, particularmente con respecto a la viscosidad y la resistencia a la cristalización durante un período de tiempo prolongado. Debido a que la composición a base de resina epoxi de un componente también presenta una baja viscosidad a temperaturas de aplicación de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 120 °C, puede ser particularmente útil en procesos de impregnación por goteo y por inmersión. Por último, la composición a base de resina epoxi de un componente de la presente descripción está libre de CMR y H361, lo que la hace altamente respetuosa con el medio ambiente.

Los siguientes términos tendrán los siguientes significados:

La expresión "que comprende" y derivados de la misma no pretenden excluir la presencia de ningún componente, etapa o procedimiento adicional, ya sea que se describa o no el mismo en la presente memoria. Para evitar cualquier duda, todas las composiciones reivindicadas en la presente memoria mediante el uso del término "que comprende" pueden incluir cualquier aditivo, adyuvante o compuesto adicional, salvo que se indique lo contrario. Por el contrario, la expresión "que consiste esencialmente en", si aparece en la presente memoria, excluye del alcance de cualquier mención posterior cualquier otro componente, etapa o procedimiento, excepto aquellos que no son esenciales para la operabilidad y la expresión "que consiste en", si se usa, excluye cualquier componente, etapa o procedimiento que no esté específicamente delineado o enumerado. El término "o", salvo que se indique lo contrario, se refiere a los miembros enumerados individualmente, así como en cualquier combinación.

Los artículos "un" y "una" se usan en la presente memoria para referirse a uno o más de uno (es decir, al menos uno) de los objetos gramaticales del artículo. A manera de ejemplo, "una resina epoxi" significa una resina epoxi o más de una resina epoxi. Las expresiones "en una realización", "según una realización" y similares generalmente significan que la característica, estructura o característica particular que sigue a la expresión se incluye en al menos una realización de la presente descripción y puede incluirse en más de una realización de la presente descripción. Es importante destacar que dichas expresiones no se refieren necesariamente al mismo aspecto. Si la memoria descriptiva establece que un componente o característica "puede" o "podría" incluirse o tener una característica, no es necesario que ese componente o característica en particular esté incluido o tenga la característica.

El término "aproximadamente", como se usa en la presente memoria, puede permitir un grado de variabilidad en un valor o intervalo, por ejemplo, puede estar dentro del 10 %, dentro del 5 % o dentro del 1 % de un valor indicado o de un límite indicado de un intervalo.

Los valores expresados en un formato de intervalo deben interpretarse de manera flexible para incluir no sólo los valores numéricos citados explícitamente como los límites del intervalo, sino también para incluir todos los valores numéricos individuales o subintervalos abarcados dentro de ese intervalo, como si cada valor numérico y subintervalo se citase explícitamente. Por ejemplo, se debe considerar que un intervalo tal como de 1 a 6 tiene subintervalos descritos específicamente, tales como de 1 a 3, de 2 a 4, de 3 a 6, etc., así como números individuales dentro de ese intervalo, por ejemplo, 1, 2, 3, 4, 5 y 6. Esto se aplica independientemente de la amplitud del intervalo.

Los términos "preferido" y "preferiblemente" se refieren a realizaciones que pueden ofrecer determinados beneficios, en determinadas circunstancias. Sin embargo, también pueden preferirse otras realizaciones, en las mismas circunstancias o en otras. Además, la mención de una o más realizaciones preferidas no implica que otras realizaciones no sean útiles y no pretende excluir otras realizaciones del alcance de la presente descripción.

La expresión composición de "un componente", "composición de un componente" o composición de "una parte" se refiere a una composición que está contenida en un único recipiente, preferiblemente un recipiente hermético a la humedad, y cuya composición tiene determinada estabilidad en el almacenamiento. La expresión composición "bicomponente" se refiere a composiciones en las que dos componentes (A y B) están separados físicamente entre sí (por ejemplo, en cartuchos, compartimentos, bolsas, bidones u otros recipientes separados), en donde los componentes A y B se combinan (mezclan) físicamente en el momento en que la composición ha de usarse para formar una resina curada.

La expresión "estabilidad en el almacenamiento" se refiere a la capacidad de una composición para almacenarse a temperatura ambiente en un recipiente adecuado sin humedad durante un intervalo de tiempo determinado, tal como al menos tres meses o al menos cuatro meses o al menos cinco meses o al menos seis meses, sin experimentar cambios significativos en las propiedades de aplicación o uso final (por ejemplo, con una cristalización leve (menos de aproximadamente el 5 % o menos de aproximadamente el 4 % o menos de aproximadamente el 3 %) o sin cristalización y/o con un aumento de la viscosidad leve (menos de aproximadamente el 5 % o menos de aproximadamente el 4 % o menos de aproximadamente el 3 %) o sin aumento de la viscosidad).

La expresión "temperatura ambiente" se refiere a la temperatura del entorno de trabajo circundante (por ejemplo, la temperatura del área, edificio o habitación donde se usa la composición), excluyendo cualquier cambio de temperatura que se produzca como resultado de la aplicación directa de calor a la composición para facilitar el curado. La temperatura ambiente puede estar dentro de un intervalo de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 30 °C, más específicamente de aproximadamente 15 °C a aproximadamente 25 °C.

La expresión "dentro del intervalo" o "dentro de un intervalo" (y afirmaciones similares) incluye los puntos finales del intervalo establecido.

La expresión "aislante primario" se refiere al aislante eléctrico, es decir, al aislante que no conduce la electricidad. El aislante primario puede incluir, pero no se limita a, polisulfona, polifenilsulfona ("PPSU"), polisulfuro, sulfuro de polifenileno ("PPS"), polietercetona ("PEK"), poliéter-éter-cetona ("PEEK"), poliariletercetona ("PAEK"), poliamida etercetona, poliimida termoplástica y poliamida aromática,

Cuando los grupos sustituyentes se especifican mediante su fórmula química convencional, escrita de izquierda a derecha, abarcan igualmente los sustituyentes químicamente idénticos que resultarían de escribir la estructura de derecha a izquierda, por ejemplo, $-CH_2O-$ es equivalente a $-OCH_2-$.

El término "opcional" u "opcionalmente" significa que el evento o la circunstancia que se describen posteriormente pueden ocurrir o no, y que la descripción incluye los casos donde dicho evento o circunstancia ocurre y los casos en los que no ocurre.

Según una realización, la presente descripción se refiere a una composición a base de resina epoxi de un componente que incluye: (a) una resina epoxi; (b) un diluyente reactivo; (c) una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina; (d) una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C; (e) un poliácido; y opcionalmente (f) uno o más aditivos.

En general, cualquier compuesto que contiene epoxi es adecuado para su uso como resina epoxi en la presente descripción, tal como los compuestos que contienen epoxi descritos en las patentes US-5.476.748; US-6.506.494; US-6.632.893; US-6.376.564; US-6.348.513; US-8.742.018; y US-8.440.746, que se incorporan como referencia en la presente memoria. La resina epoxi puede ser alifática, cicloalifática, heterocíclica, aromática, hidrogenada o mezclas de las mismas. En algunas realizaciones, la resina epoxi contiene en promedio más de 1,5 grupos epoxi por molécula y preferiblemente al menos 2 grupos epoxi por molécula. La resina epoxi también puede tener un peso molecular promedio en peso de entre aproximadamente 150 y aproximadamente 10.000 g/eq o entre aproximadamente 180 y aproximadamente 1.000 g/eq.

En una realización, la resina epoxi puede ser un compuesto epoxi poliglicidílico. El compuesto epoxi poliglicidílico puede ser un poliglicidil éter, un poli(β-metilglicidil) éter, un éster poliglicidílico o un éster poli(β-metilglicidílico). La síntesis y los ejemplos de poliglicidil éteres, poli(β-metilglicidil) éteres, ésteres poliglicidílicos y ésteres poli(β-metilglicidílicos) se describen en la patente US-5.972.563, que se incorpora como referencia en la presente memoria. Por ejemplo, los glicidil éteres pueden obtenerse haciendo reaccionar un compuesto que tiene al menos un grupo hidroxilo alcohólico libre y/o un grupo hidroxilo fenólico con una epiclorhidrina adecuadamente sustituida en condiciones alcalinas o en presencia de un catalizador ácido seguido de un tratamiento alcalino. Los compuestos que contienen el grupo hidroxi pueden ser, por ejemplo, alcoholes acíclicos, tales como etilenglicol, dietilenglicol y poli(oxietilen)glicoles superiores, propano-1,2-diol o poli(oxipropilen)glicoles, propano-1,3-diol, butano-1,4-diol, poli(oxitetrametilen)glicoles, pentano-1,5-diol, hexano-1,6-diol, hexano-2,4,6-triol, glicerol, 1,1,1-trimetilolpropano, bistrimetilolpropano, pentaeritritol y sorbitol. Los glicidil éteres adecuados también pueden obtenerse, sin embargo, a partir de alcoholes cicloalifáticos, tales como 1,3 o 1,4-dihidroxiciclohexano, bis(4-hidroxiciclohexil)metano, 2,2-bis(4-hidroxiciclohexil)propano o 1,1-bis(hidroximetil)ciclohex-3-eno, o pueden poseer anillos aromáticos, tales como N,N-bis(2-hidroxietil)anilina o p,p'-bis(2-hidroxietilamino)difenilmetano.

Los representantes particularmente importantes de los poliglicidil éteres o los poli(β-metilglicidil)éteres se basan en fenoles monocíclicos, por ejemplo, en resorcinol o hidroquinona, en fenoles policíclicos, por ejemplo, en bis(4-hidroxifenil)metano (bisfenol F), 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (Bisfenol A), bis(4-hidroxifenil)sulfona (Bisfenol S), Bisfenol A, F o S alcoxilado, Bisfenol A, F o S extendido con triol, Bisfenol A, F o S bromado, bisfenol A, F o S hidrogenado, glicidil éteres de fenoles y fenoles con grupos o cadenas colgantes, en condensación productos, obtenidos en condiciones ácidas, de fenoles o cresoles con formaldehído, tales como las novolacas de bisfenol A y las novolacas de cresol, o en diglicidilos de siloxano.

Los ésteres poliglicidílicos y los ésteres poli(β-metilglicidílicos) pueden producirse haciendo reaccionar epiclorhidrina o diclorhidrina de glicerol o β-metilepiclorhidrina con un compuesto de ácido policarboxílico. La reacción se realiza convenientemente en presencia de bases. Los compuestos de ácido policarboxílico pueden ser, por ejemplo, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico o ácido linoleico dimerizado o trimerizado. Análogamente, también es posible emplear ácidos policarboxílicos cicloalifáticos, por ejemplo, ácido tetrahidroftálico, ácido 4-metiltetrahidroftálico, ácido hexahidroftálico o ácido 4-metilhexahidroftálico. También es posible usar ácidos policarboxílicos aromáticos tales como, por ejemplo, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido trimelítico o ácido piromelítico, o también pueden usarse aductos terminados en carboxilo, por ejemplo, de ácido trimelítico y polioles, por ejemplo, glicerol o 2,2-bis(4-hidroxiciclohexil)propano.

En otra realización, la resina epoxi puede ser un compuesto epoxi no glicidílico. Los compuestos epoxi no glicidílicos pueden tener una estructura lineal, ramificada o cíclica. Por ejemplo, pueden incluirse uno o más compuestos epoxi

en los que los grupos epóxido forman parte de un sistema de anillo alicíclico o heterocíclico. Otros incluyen un compuesto que contiene epoxi con al menos un grupo epoxiciclohexilo que está unido directa o indirectamente a un grupo que contiene al menos un átomo de silicio. Se describen ejemplos en la patente US-5.639.413. Otros más incluyen epóxidos que contienen uno o más grupos óxido de ciclohexeno y epóxidos que contienen uno o más grupos óxido de ciclopenteno.

Los ejemplos particulares de compuestos epoxi no glicidílicos incluyen los siguientes: compuestos de epóxido no glicidílicos difuncionales en los que los grupos epóxido forman parte de un sistema de anillo alicíclico o heterocíclico: bis(2,3-epoxiciclopentil)éter, 1,2-bis(2,3-epoxiciclopentiloxi)etano, 3,4-epoxiciclohexanocarboxilato de 3,4-epoxiciclohexilmetilo, 3,4-epoxi-6-metilciclohexanocarboxilato de 3,4-epoxi-6-metilciclohexilmetilo, hexanodioato de di(3,4-epoxiciclohexilmetilo), hexanodioato de di(3,4-epoxi-6-metilciclohexilmetilo), etilenbis(3,4-epoxiciclohexanocarboxilato) y etanodiol di(3,4-epoxiciclohexilmetilo).

En algunas realizaciones particulares, los compuestos epoxi no glicidílicos difuncionales incluyen epoxis no glicidílicos difuncionales cicloalifáticos, tales como 3',4'-epoxiciclohexanocarboxilato de 3,4-epoxiciclohexilmetilo y 2,2'-bis-(3,4-epoxiciclohexil)-propano, siendo el primero el más preferido.

En otra realización, la resina epoxi es un producto de epoxidación de ésteres de ácidos grasos insaturados. Es preferible usar compuestos que contienen epoxi derivados de ácidos grasos mono y poligrasos que tienen de 12 a 22 átomos de carbono y un índice de yodo de 30 a 400, por ejemplo, ácido lauroleico, ácido miristoleico, ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido gadoleico, ácido erúcico, ácido ricinoleico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido elaídico, ácido licánico, ácido araquidónico y ácido clupanodónico. Por ejemplo, son adecuados los productos de epoxidación de los siguientes: aceite de soja, aceite de linaza, aceite de perilla, aceite de tung, aceite de oiticica, aceite de cártamo, aceite de semilla de amapola, aceite de cáñamo, aceite de algodón, aceite de girasol, aceite de semilla de colza, triglicéridos poliinsaturados, triglicéridos de plantas de euforbio, aceite de cacahuete, aceite de oliva, aceite de orujo de oliva, aceite de almendras, aceite de capoc, aceite de avellana, aceite de albaricoque, aceite de haya, aceite de altramuz, aceite de maíz, aceite de sésamo, aceite de semilla de uva, aceite de lallemantia, aceite de ricino, aceite de arenque, aceite de sardina, aceite de menhaden, aceite de ballena, aceite de resina y derivados de los mismos. También son adecuados los derivados más insaturados que pueden obtenerse mediante reacciones de deshidrogenación posteriores de esos aceites. Los dobles enlaces olefínicos de los radicales de ácidos grasos insaturados de los compuestos anteriormente mencionados pueden epoxidarse según métodos conocidos, por ejemplo, mediante reacción con peróxido de hidrógeno, opcionalmente en presencia de un catalizador, un hidroperóxido de alquilo o un perácido, por ejemplo, ácido fórmico o ácido peracético. Dentro del alcance de esta descripción, tanto los aceites totalmente epoxidados como los derivados parcialmente epoxidados que aún contienen dobles enlaces libres pueden usarse como la resina epoxi.

En otro aspecto más, la resina epoxi puede ser un compuesto de poli(N-glicidilo) o un compuesto de poli(S-glicidilo). Son obtenibles compuestos de poli(N-glicidilo), por ejemplo, mediante deshidrocloración de los productos de reacción de la epiclorhidrina con aminas que contienen al menos dos átomos de hidrógeno de amina. Estas aminas pueden ser, por ejemplo, n-butilamina, anilina, toluidina, m-xililendiamina, bis(4-aminofenil)metano o bis(4-metilaminofenil)metano. Otros ejemplos de compuestos de poli(N-glicidilo) incluyen derivados N,N'-diglicidílicos de cicloalquilenureas, tales como etilenurea o 1,3-propilenurea, y derivados N,N-diglicidílicos de hidantoínas, tales como de 5,5-dimetilhidantoína. Son ejemplos de compuestos de poli(S-glicidilo) los derivados de di-S-glicidilo derivados de ditioles, por ejemplo, etano-1,2-ditiol o bis(4-mercaptometilfenil)éter.

También es posible emplear resinas epoxi en las que los grupos 1,2-epóxido están unidos a diferentes heteroátomos o grupos funcionales. Los ejemplos incluyen el derivado N,N,O-triglicidílico de 4-aminofenol, el glicidil éter/éster glicidílico del ácido salicílico, N-glicidil-N'-(2-glicidiloxipropil)-5,5-dimetilhidantoína o 2-glicidiloxi-1,3-bis(5,5-dimetil-1-glicidiloxidantoin-3-il)propano.

También pueden emplearse otros derivados de epóxido como resina epoxi, tales como dióxido de vinilciclohexeno, dióxido de limoneno, monóxido de limoneno, monóxido de vinilciclohexeno, acrilato de 3,4-epoxiciclohexilmetilo, 9,10-epoxi-epoxiestearato de 3,4-epoxi-6-metilciclohexilmetilo y 1,2-bis(2,3-epoxi-2-metilpropoxi) etano.

Además, la resina epoxi puede ser un aducto prerreaccionado de una resina epoxi, tal como los mencionados anteriormente, con compuestos que tienen un hidrógeno libre que es reactivo con un grupo epoxi. Típicamente, dichos hidrógenos reactivos se encuentran en grupos ácido carboxílico, grupos hidroxilo aromáticos, grupos amino y grupos sulfhidrilo.

En una realización particular, la composición a base de resina epoxi de un componente puede contener sólo una resina epoxi, mientras que en otras realizaciones, puede contener una mezcla de resinas epoxi.

En una realización, la resina epoxi puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 40 % en peso a aproximadamente el 70 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente. En otra realización más, la resina epoxi puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro de

un intervalo de aproximadamente el 45 % en peso a aproximadamente el 65 % en peso o de aproximadamente el 47,5 % en peso a aproximadamente el 62,5 % en peso o de aproximadamente el 50 % en peso a aproximadamente el 60 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente.

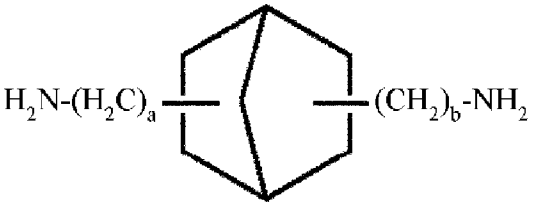
En otra realización, la composición a base de resina epoxi de un componente incluye un diluyente reactivo. Como se usa en la presente memoria, un "diluyente reactivo" incluye cualquier compuesto que sea completamente soluble, reactivo y, cuando se combina con los otros componentes de la composición a base de resina epoxi de un componente, sea capaz de reducir la viscosidad de la composición.

En una realización, el diluyente reactivo es un diluyente reactivo epoxi. Los diluyentes reactivos epoxi son mono y poliepóxidos tales como, por ejemplo, glicidil éteres de fenoles monohídricos o polihídricos y alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, tales como, en particular, glicidil éteres de monooles, dioles o polioles, así como también, en particular, fenil glicidil éter, cresil glicidil éter, p-n-butil fenil glicidil éter, p-terc butil fenil glicidil éter, nonilfenil glicidil éter, alil glicidil éter, butil glicidil éter, hexil glicidil éter, 2-etilhexil glicidil éter, éster glicidílico de un ácido monocarboxílico saturado sintético de isómeros C_{10} altamente ramificados y glicidil éteres de alcoholes naturales tales como, por ejemplo, alquil C_8 a C_{10} glicidil éteres o alquil C_{12} a C_{14} glicidil éteres; 1,4-butanodiol diglicidiléter, 1,6-hexanodiol diglicidiléter, ciclohexano dimetanol diglicidiléter, neopentilglicol diglicidiléter, polipropilenglicol diglicidiléter; glicerol triglicidiléter, trimetilolpropano triglicidiléter, polioxipropilenglicol triglicidiléter, triglicidiléter de aceite de ricino, poliglicerol triglicidiléter; y pentaeritritol tetraglicidiléter.

En una realización, el diluyente reactivo puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 10 % en peso a aproximadamente el 40 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente. En otra realización más, el diluyente reactivo puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 12 % en peso a aproximadamente el 35 % en peso o de aproximadamente el 15 % en peso a aproximadamente el 25 % en peso o de aproximadamente el 17 % en peso a aproximadamente el 22 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente.

La composición a base de resina epoxi de un componente también incluye una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina.

En una realización, la diamina de tipo cicloalifático es una diamina de tipo norbornano y es un compuesto que tiene la fórmula



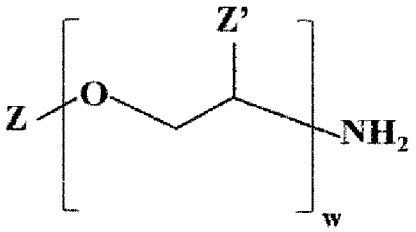
donde a y b son un número entero dentro de un intervalo de 0 a 2 con la condición de que a + b = 2. En una realización, la diamina de tipo norbornano es norbornanodiamina, bis(aminometil)norbornano o bis(aminoetil)norbornano. En otra realización más, la diamina de tipo norbornano es 2,5-bis(aminometil)norbornano o 2,6-bis(aminometil)norbornano o una mezcla de los mismos.

En otra realización, la diamina de tipo cicloalifático puede ser bis(4-amino-3-metilciclohexil)metano, bis(4-aminociclohexil)metano, bis(4-amino-3-etilciclohexil)metano, bis(4-amino-3,5-dimetilciclohexil)metano, 1,3-diaminociclohexano, 1,4-diaminociclohexano, isoforonadiamina, 1,3-bis(aminometilo)ciclohexano, 1,4-bis(aminometil)ciclohexano o 2,2-(4,4'-diaminodiciclohexil)propano. octahidro-4,7-metano-1H-indeno-5,-dimetilamina.

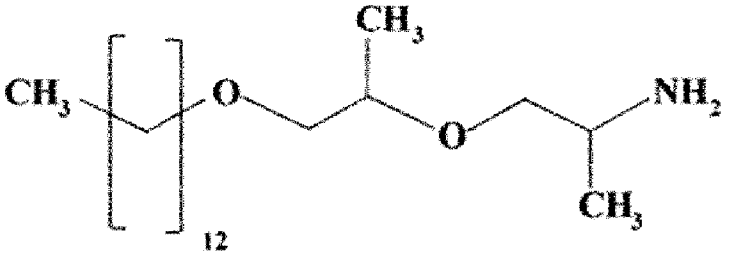
En una realización, la polioxialquilenamina es una polioxialquilenmonoamina. La polioxialquilenmonoamina es un compuesto que contiene un grupo amino que está unido al extremo de una cadena principal de poliéter. El grupo amino puede ser un grupo amino primario ($-NH_2$) o uno secundario (-NH-). En una realización, el grupo amino es un grupo amino primario. Como se analiza adicionalmente a continuación, la cadena principal de poliéter se basa en, es decir, se define adicionalmente por, grupos óxido de alquileno, tales como óxido de propileno (PO), óxido de etileno (EO), óxido de butileno (BO) y mezclas de los mismos. En estructuras mixtas, las relaciones pueden estar en cualquier relación deseada y pueden disponerse en bloques (por ejemplo, repetitivos o alternos) o distribuirse aleatoriamente. En un ejemplo no limitativo, en una estructura de EO/PO mixta, la relación de EO:PO puede variar de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:50 y viceversa. Como tal, la polioxialquilenmonoamina puede definir sustancialmente un óxido de polietileno, un óxido de polipropileno y/o un óxido de polibutileno. Los pesos moleculares de las polioxialquilenmonoaminas pueden variar y pueden oscilar hasta un peso molecular de aproximadamente 6.000.

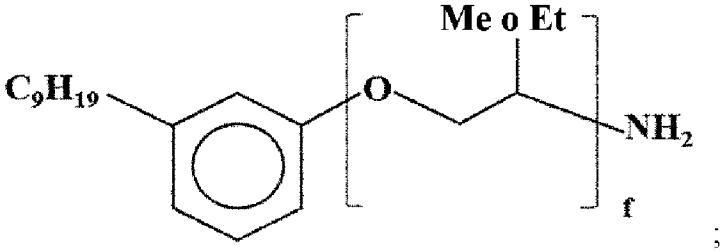
La polioxialquilenmonoamina puede prepararse generalmente mediante la reacción de un iniciador monohídrico, por ejemplo, un alcohol, con óxido de etileno y/o propileno y/u óxido de butileno. A esta reacción le sigue la conversión del grupo hidroxilo terminal resultante en una amina, proporcionando de este modo una cadena principal de poliéter que incluye óxido de propileno (PO), óxido de etileno (EO), óxido de butileno (BO) o mezclas de los mismos, y un grupo amino terminal, por ejemplo, un grupo amino primario terminal o un grupo amino secundario terminal, preferiblemente un grupo amino primario. Según una realización, el alcohol puede ser uno alifático que tenga de 1 a 35 átomos de carbono o un alcohol aromático que tenga de 6 a 35 átomos de carbono, ambos de los cuales pueden estar sustituidos adicionalmente con restos tales como sustituyentes alquilo, arilo, arilalquilo y alcarilo. En otra realización, el alcohol es un alcanol que tiene de 1 a 18 átomos de carbono, o de 1 a 10 átomos de carbono, tales como alcanoles derivados de alquilos inferiores incluyendo, por ejemplo, metanol, etanol, propanol, butanol, isopropanol, sec-butanol y similares. En otra realización, el alcohol puede ser un alquilfenol en el que el sustituyente alquilo es un alquilo de cadena lineal o ramificada de 1-24 átomos de carbono, tal como de 4-16 átomos de carbono, o un fenol sustituido con arilo que incluye mono, di y trifenilfenol, o un alcarilfenol, o un arilalquilfenol, tal como triestilfenol o naftol, o un naftol sustituido con alquilo.

Según una realización particular, la polioxialquilenmonoamina es un compuesto que tiene una fórmula general:

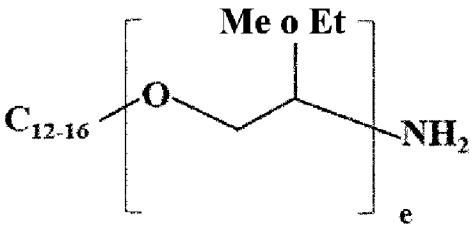


donde Z es un grupo alquilo C_1-C_{40} o un grupo alquil C_1-C_{40} fenol; cada Z' es independientemente hidrógeno, metilo o etilo; y w es un número entero en un intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 50. Los ejemplos particulares incluyen, pero no se limitan a, compuestos que tienen las fórmulas:





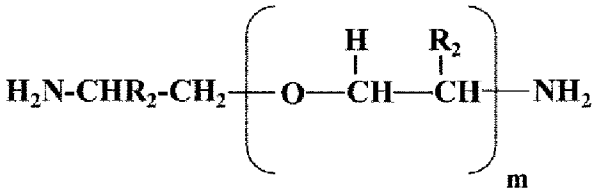
y



donde Me es metilo y Et es etilo; f es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 13 a aproximadamente 14; y e es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 3. Dichas polioxialquilenmonoaminas incluidas en las fórmulas anteriores incluyen las JEFFAMINE® M-600, M-1000, M-

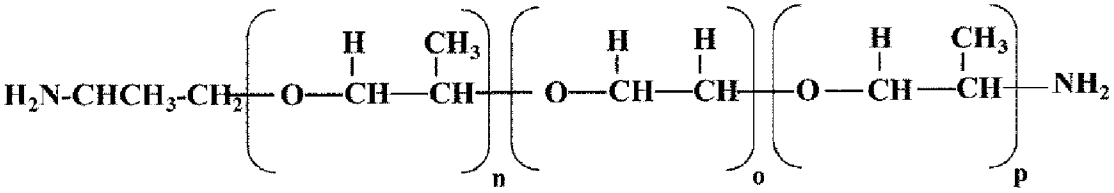
2005, M-2070, FL-1000 (donde f es 14 y Me o Et es metilo), C-300 (donde e es aproximadamente 2,5); aminas XTJ-435 y XTJ-436.

Según otra realización, la polioxialquilenamina es una polioxialquilendiamina. Se describen procedimientos para fabricar polioxialquilendiaminas, por ejemplo, en la patente US-3.654.370. En una realización particular, la polioxialquilendiamina es un polioxialquilendiol terminado en amina. La cadena principal de poliéter para dichos polioxialquilendioles puede incluir óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno o mezclas de los mismos y, por lo tanto, la polioxialquilendiamina primaria puede tener una fórmula general



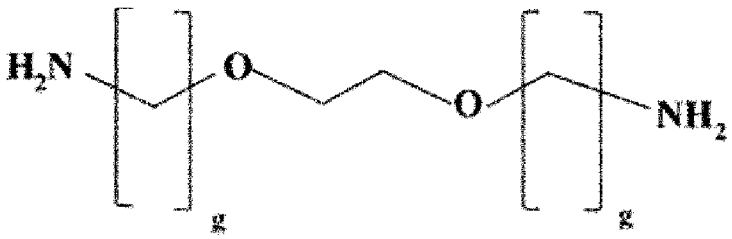
donde m es un número entero dentro de un intervalo de 2 a aproximadamente 100 y cada R_2 es independientemente hidrógeno, metilo o etilo. En algunas realizaciones, cada R_2 es independientemente hidrógeno o metilo y m es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 70, o de aproximadamente 2 a aproximadamente 35 o de 2 a aproximadamente 7. En otras realizaciones, cada R_2 es independientemente hidrógeno o metilo y m es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 6 a aproximadamente 70 o de aproximadamente 6 a aproximadamente 35. En más realizaciones adicionales, cada R_2 es metilo y m es un número entero en un intervalo de 2 a aproximadamente 70. Los ejemplos de estos compuestos incluyen las aminas JEFFAMINE® de la serie D comercializadas por Huntsman Petrochemical LLC, tales como la amina JEFFAMINE® D-230 donde R_2 es metilo y m es aproximadamente 2,6, y la amina JEFFAMINE® D400 donde R_2 es metilo y m es aproximadamente 6,1, así como compuestos análogos ofrecidos por otras empresas que comprenden diaminas primarias de polioxialquileno.

En otra realización, la polioxialquilendiamina tiene una fórmula general



donde n y p son cada uno independientemente números enteros dentro de un intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 y o es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 40. En algunas realizaciones, o es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 40, o de aproximadamente 2 a aproximadamente 13 o de aproximadamente 2 a aproximadamente 10. En otra realización, o es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 9 a aproximadamente 40, o de aproximadamente 12 a aproximadamente 40 o de aproximadamente 15 a aproximadamente 40, o incluso de aproximadamente 25 a aproximadamente 40. En otras realizaciones, n+p es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 6, o de aproximadamente 1 a aproximadamente 4 o de aproximadamente 1 a aproximadamente 3. En otras realizaciones, n+p es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 6 o de aproximadamente 3 a aproximadamente 6. Los ejemplos de estos compuestos incluyen las aminas JEFFAMINE® de la serie ED comercializadas por Huntsman Petrochemical LLC, así como compuestos análogos ofrecidos por otras empresas que comprenden diaminas primarias de polioxialquileno.

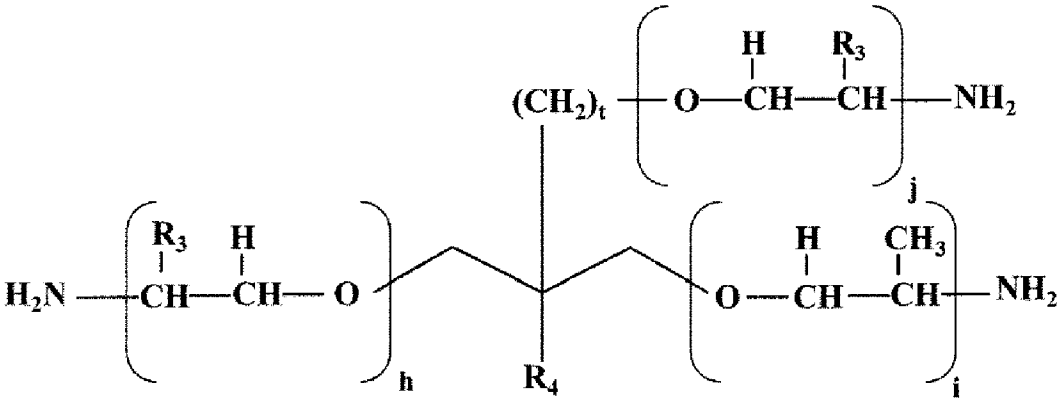
En otra realización más, la polioxialquilendiamina puede tener la fórmula



donde g es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 3. Los ejemplos de estos compuestos incluyen las aminas JEFFAMINE® de la serie EDR comercializadas por Huntsman Petrochemical

LLC, así como compuestos análogos ofrecidos por otras empresas que comprenden diaminas primarias de polioxialquileno.

En otra realización más, la polioxialquilenamina es una polioxialquilentriamina. De manera similar, la polioxialquilentriamina puede basarse en óxido de etileno, óxido de propileno u óxido de butileno, así como mezclas de los mismos, y puede prepararse mediante la reacción de dichos óxidos con un iniciador de triol (por ejemplo, glicerina o trimetilolpropano), seguido de la aminación de los grupos hidroxilo terminales. En una realización, la polioxialquilentriamina puede tener una fórmula general



donde cada R_3 es independientemente hidrógeno, metilo o etilo, R_4 es hidrógeno, metilo o etilo, t es 0 o 1 y h, i y j son independientemente números enteros dentro de un intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 100. En una realización, R_4 es hidrógeno o etilo. En otra realización, cada R_3 es independientemente hidrógeno o metilo, y en algunas realizaciones cada R_3 es metilo. En otra realización más, h+i+j es un número entero dentro de un intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 100 o de aproximadamente 5 a aproximadamente 85. Los ejemplos de estos compuestos incluyen las aminas JEFFAMINE® de la serie T comercializadas por Huntsman Petrochemical LLC, tales como JEFFAMINE® T3000 donde R_3 es metilo, R_4 es hidrógeno, t es 0 y h+i+j es 50, así como compuestos análogos ofrecidos por otras empresas que comprenden triaminas primarias de polioxialquileno.

La cianoacetamida de la presente descripción puede prepararse haciendo reaccionar la diamina de tipo cicloalifático y la polioxialquilenamina con un exceso de ácido cianoacético o un éster metílico o etílico del mismo. En una realización, la diamina de tipo cicloalifático y la polioxialquilenamina pueden estar presentes en una relación en peso dentro de un intervalo de aproximadamente 60:40 a aproximadamente 95:5 o de aproximadamente 80:20 a aproximadamente 95:5 dando como resultado una mezcla de di-cianoacetamidas de ambas aminas.

En una realización, la cianoacetamida puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 10 % en peso a aproximadamente el 40 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente. En otra realización, la cianoacetamida puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro del intervalo de aproximadamente el 15 % en peso a aproximadamente el 35 % en peso o de aproximadamente el 20 % en peso a aproximadamente el 30 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente.

La composición a base de resina epoxi de un componente incluye además una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C. La expresión "base protegida", como se usa en la presente memoria, se refiere a todas las sales o aductos de un compuesto básico o nucleófilo que, tras el calentamiento, libera el compuesto básico o nucleófilo reactivo libre que es capaz de desprotonar la cianoacetamida, reaccionando de este modo con el anillo de oxirano de la resina epoxi e iniciando la reacción de curado. Los compuestos de partida para la preparación de la base protegida pueden ser, por ejemplo, aminas alifáticas, aralifáticas, aromáticas o heterocíclicas, guanidinas y compuestos N-heterocíclicos que presentan un valor de pK_a de ácido conjugado superior a 7,5 (en acetonitrilo), preferiblemente superior a 8,0, más preferiblemente superior a 8,5 y, en particular, superior a 9,5, y que pueden bloquearse de forma reversible mediante la adición de un ácido de Bronsted o Lewis o un epóxido.

Es esencial que, tras el calentamiento a temperaturas superiores a 50 °C, preferiblemente superiores a 85 °C y, más preferiblemente, superiores a 100 °C, se invierta el bloqueo y se libere un compuesto que sea lo suficientemente básico como para desprotonar la cianoacetamida, reaccionando de este modo con el anillo de oxirano de la molécula de epóxido e iniciando la reacción de curado.

Son ejemplos de dichos compuestos aminas alifáticas tales como etilamina o dimetiloctilamina, uronas tales como N'-(4-clorofenil)-N,N-dimetilurea y N'-(3,4-diclorofenil)-N,N-dimetilurea, guanidinas tales como diciandiamida y sales de

diciandiamida/imidazolina, imidazoles tales como 1-metilurea ilimidazol y 1-metil-3-etilimidazol y amidinas tales como 1,8-diazabiciclоundec-7-eno (DBU), aminas terciarias, tales como tris-dimetilaminofenol.

Son ejemplos adicionales de compuestos que pueden usarse como base protegida los alcóxidos alcalinos y los fenolatos alcalinos.

En una realización, la base protegida es un derivado de urea o un aducto o sal de un derivado de imidazol o amidina. Se prefieren particularmente los aductos o sales de 1-metil-3-etilimidazol, 1,8-diazabiciclоundec-7-eno (DBU) o 1,5-diazabiciclo[4.3.0]non-5-eno (DBN).

Los agentes bloqueantes que reducen la alcalinidad de los compuestos que contienen nitrógeno orgánico y que se liberan de nuevo a temperaturas superiores a 50 °C son los ácidos o epóxidos de Bronsted o Lewis. Son ejemplos de ácidos de Bronsted adecuados como agentes bloqueantes fenoles tales como fenol, o, m y p-cresol, bisfenol A y bisfenol F, un polivinilfenol y ácidos carboxílicos tales como ácido acético, ácido 2-etilhexanoico, ácido salicílico, ácido trimelítico y ácido etilendiaminotetraacético (EDTA).

En lugar de los ácidos libres, también pueden aplicarse los anhídridos correspondientes, por ejemplo, el anhídrido trimelítico.

Pueden usarse ácidos de Lewis adecuados tales como trihalogenuros de boro, preferiblemente BF_3 y BCl_3.

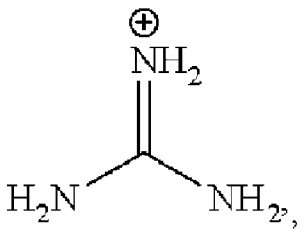
Preferiblemente, la composición según esta descripción comprende como base protegida un aducto o sal de fenol, una sal de ácido carboxílico, un aducto de epóxido o un aducto de trihaluro de boro de un compuesto que contiene nitrógeno orgánico. Se prefieren particularmente composiciones que comprenden como base protegida un aducto de polivinilfenol, una sal de ácido acético, ácido 2-etilhexanoico, ácido etilendiaminotetraacético, ácido salicílico, ácido trimelítico o un aducto de trifluoruro o tricloruro de boro.

Además, las composiciones preferidas según esta descripción comprenden como base protegida un derivado de urea o un aducto o sal de un derivado de imidazol o amidina, por ejemplo, un aducto o sal de 1-metil-3-etilimidazol o 1,8-diazabiciclоundec-7-eno.

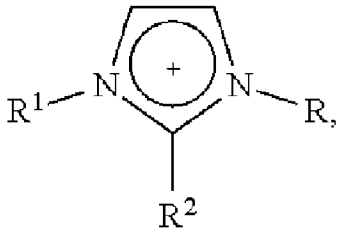
En otra realización, son ejemplos de bases protegidas adecuadas: sales de imidazol tales como 1-metilimidazol/ácido acético, 1-metilimidazol/ácido 2-etilhexanoico y 1H-imidazolio, 3-etil-1-metil-, sal con N-cianocianamida (1:1); sales de anidina tales como DBU/fenol, DBU/m-cresol, DBU/O-cresol, DBU/p-cresol, DBU/ácido acético, DBU/ácido trifluoroacético, DBU/ácido 2-etilhexanoico, DBU/EDTA y DBU/ácido trimelítico; y aductos de trihalogenuro de amidina/boro tales como DBU/BF_3.

En algunas realizaciones, la base protegida está en forma de un aducto de una amina terciaria, tal como tris-dimetilaminofenol y un fenol, tal como un polivinilfenol, y en realizaciones adicionales tiene un tamaño de partícula promedio D50 de menos de 30 micrómetros. El tamaño de partícula promedio D50, como se usa en la presente memoria, se refiere a un tamaño de partícula en el que el porcentaje acumulado del volumen de partículas representa el 50 %. El tamaño de partícula promedio D50 puede medirse usando, por ejemplo, un analizador de distribución de tamaño de partícula por difracción/dispersión láser.

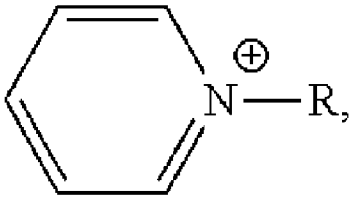
En otra realización más, la base protegida es un líquido iónico. Un líquido iónico se refiere generalmente a una clase de sales mal coordinadas que tienen un punto de fusión relativamente bajo, tal como, por ejemplo, inferior a 100 °C. En determinadas realizaciones, como se describe de cualquier otra manera en la presente memoria, el líquido iónico comprende un compuesto de fórmula $[A]_n^+[Y]_n^-$ donde n es 1 o 2; $[A]^+$ se selecciona de un catión amonio cuaternario que tiene la fórmula $[NR^1R^2R^3R]^+$, un catión fosfonio que tiene la fórmula $[PR^3R^2R^3R]^+$, un catión sulfonio que tiene la fórmula $[SR^1R^2R]+$, un catión guanidinio que tiene la fórmula:



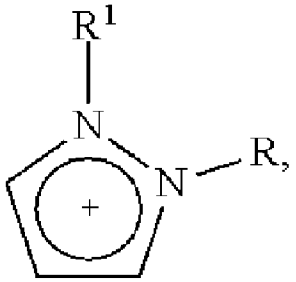
un catión imidazolio que tiene la fórmula:



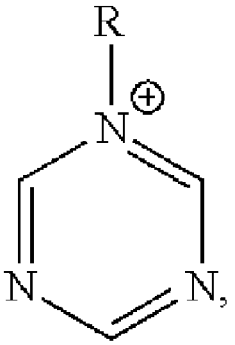
donde el imidazol está opcionalmente sustituido con uno o más grupos seleccionados de alquilo C_1-C_6, alcoxi C_1-C_6, aminoalquilo C_1-C_6, arilo C_5-C_{12} y alquilo C_1-C_6 sustituido con arilo C_5-C_{12}, un catión piridinio que tiene la fórmula:



donde la piridina está opcionalmente sustituida con uno o más grupos seleccionados de alquilo C_1-C_6, alcoxi C_1-C_6, aminoalquilo C_1-C_6, arilo C_5-C_{12} y alquilo C_1-C_6 sustituido con arilo C_5-C_{12}, un catión pirazolio que tiene la fórmula:



donde el pirazol está opcionalmente sustituido con uno o más grupos seleccionados de alquilo C_1-C_6, alcoxi C_1-C_6, aminoalquilo C_1-C_6, arilo C_5-C_{12} y alquilo C_1-C_6 sustituido con arilo C_5-C_{12}, y un catión triazolio que tiene la fórmula:



donde el triazol está opcionalmente sustituido con uno o más grupos seleccionados de alquilo C_1-C_6, alcoxi C_1-C_6, aminoalquilo C_1-C_6, arilo C_5-C_{12} y alquilo C_1-C_6 sustituido con arilo C_5-C_{12}, donde R^1, R^2 y R^3 son cada uno independientemente hidrógeno, alquilo C_1-C_{20}, heteroarilo C_3-C_8 opcionalmente sustituido con uno o más de alquilo C_1-C_6 y halógeno, alquilo C_1-C_6 sustituido con heteroarilo C_3-C_6, el heteroarilo opcionalmente sustituido con uno o más de alquilo C_1-C_6 y halógeno, un poliéter que tiene la fórmula $[-CH_2CH_2O]_mR^a$ donde m está dentro del intervalo de 1-50.000 y R^a se selecciona de alquilo C_1-C_{20}, arilo C_5-C_{12} opcionalmente sustituido con uno o más de alquilo C_1-C_6 y halógeno, y alquilo C_1-C_6 sustituido con arilo C_5-C_{12}, el arilo opcionalmente sustituido con uno o más de alquilo C_1-C_6 y halógeno, y donde R se selecciona de alquilo C_1-C_{20}, alquilo C_1-C_6 sustituido con heteroarilo C_4-C_8, el heteroarilo opcionalmente sustituido con uno o más de alquilo C_1-C_6 y halógeno, y alquilo C_1-C_6 opcionalmente sustituido con arilo C_4-C_{12}, el arilo opcionalmente sustituido con uno o más de alquilo C_1-C_6 y halógeno; y

$[Y]^-$ se selecciona de tetrafluoroborato ($[BF_4]^-$), hexafluorofosfato ($[PF_6]^-$), dicianamida ($[N(CN)_2]^-$), haluros (Cl^-, Br^-, F^-, I^-), hexafluoroantimoniato ($[SbF_6]^-$), nitrato ($[NO_3]^-$), nitrito ($[NO_2]^-$), complejos metálicos aniónicos (por ejemplo, $[CuCl_4]_2^-$, $[PdCl_4]_2^-$, $[AuCl_4]^-$), acetato ($[CH_3COO]^-$), trifluoracetato ($[F_3CCOO]^-$), hexafluoroarsenato ($[AsF_6]^-$), sulfato

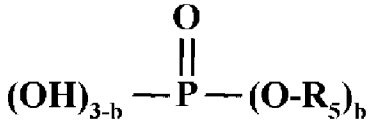
($[SO_4]_2^-$), hidrogenosulfato ($[R'-SO_4]^-$), alquilsulfato ($[R'-SO_4]^-$), tosilato ($[C_7H_7SO_3]^-$), triflato ($[CF_3SO_3]^-$), nonaflato ($[C_4F_9SO_3]^-$), trifluorofosfato de triperfluoroetileno ($[PF_3(C_2F_5)_3]^-$), tricianometida ($[C(CN)_3]^-$), tetracianoborato ($[B(CN)_4]^-$, tiocianato ($[SCN]^-$), carbonato ($[CO_3]_2^-$), carboxilato ($[R'-COO]^-$), sulfonato ($[R'SO_3]^-$), dialquilfosfato ($[R'PO_4R'']^-$), alquil fosfonato ($[R'HPO_3]^-$) y bisulfonilimida ($[(R'-SO_2)_2N]^-$) (por ejemplo, bis(trifluorometilsulfonil)imida), done R' y R'' son cada uno independientemente alquilo alifático o alicíclico C_1-C_{12} lineal o ramificado, arilo C_5-C_{18}, alquilo C_1-C_6 sustituido con arilo C_5-C_{18} o arilo C_5-C_{18} sustituido con alquilo C_1-C_6, el alquilo opcionalmente sustituido con uno o más halógenos.

En una realización, el líquido iónico se selecciona de triflato de 1-butil-3-metilimidazolio, etilsulfato de 1-etil-3-metiletilpiridinio, triflato de 1-butil-1-metilpirrolidinio, triflato de 1-butil-2,3-dimetilimidazolio, 1-butil-3-metilimidazolio tricianometano, metilsulfato de 1-butil-3-metilimidazolio, octilsulfato de 1-butil-3-metilimidazolio, tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio, etilsulfato de 1-etil-3-metilimidazolio, metilfosfonato de 1-etil-3-metilimidazolio, triflato de 1-etil-3-metilimidazolio, bis(trifluorometilsulfonil)imida de 1-butil-1-metilpirrolidinio, tetracianoborato de 1-butil-1-metilpirrolidinio, tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato de 1-butil-1-metilpirrolidinio, bis(trifluorometilsulfonil)imida de 1-butil-3-metilimidazolio, 1-butil-3-metilimidazolio tricianometano, bis(trifluorometilsulfonil)imida de 1-etil-3-metilpiridinio, tetracianoborato de 1-etil-3-metilisobenceno, tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato de 1-etil-3-metilimidazolio, triflato de 1-metil-3-octilimidazolio, tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato de etildimetil(2-metoxietil)amonio, dicianamida de tributilmetilamonio, tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato de triciclohexiltetradecilfosfonio, bis(trifluorometilsulfonil)imida de 1-etil-3-metilimidazolio y una mezcla de los mismos.

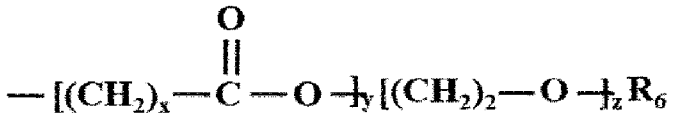
En otra realización, la base protegida puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro del intervalo de aproximadamente el 0,1 % en peso a aproximadamente el 6 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente. En otra realización, la base protegida puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro del intervalo de aproximadamente el 0,5 % en peso a aproximadamente el 3 % en peso o de aproximadamente el 1 % en peso a aproximadamente el 2 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente.

La composición a base de resina epoxi de un componente incluye además un poliácido. El poliácido incluye compuestos que tienen al menos dos grupos ácidos reactivos por molécula. El grupo funcional ácido puede ser un ácido carboxílico o un ácido sulfónico. En algunas realizaciones, el poliácido comprende un compuesto terminado en carboxilo que tiene al menos dos grupos carboxilo por molécula. Los ejemplos de poliácidos adecuados incluyen polímeros que contienen grupos ácido carboxílico, tales como polímeros acrílicos, poliésteres y poliuretanos; y oligómeros, tales como oligómeros y monómeros que contienen grupos éster.

En una realización, el poliácido es un poliéster de un ácido fosfórico con grupos ácidos y es un compuesto que tiene la fórmula



donde b es 1 o 2 y R_5 es



donde R_6 es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, x es un número entero dentro de un intervalo de 4 a 5, y es un número entero dentro de un intervalo de 2 a 15 y x es un número entero dentro de un intervalo de 3 a 15.

Los números anteriores son promedios y pueden no ser números enteros. Dichos compuestos pueden producirse según los métodos descritos en la patente US-5.130.463.

En una realización, el poliácido puede incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 0,05 % en peso a aproximadamente el 3 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente. En otra realización, los grupos poliácidos pueden incluirse en la composición a base de resina epoxi de un componente en una cantidad dentro del intervalo de aproximadamente el 0,075 % en peso a aproximadamente el 1,5 % en peso o de aproximadamente el 0,1 % en peso a aproximadamente el 0,5 % en peso, basándose en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente.

En otras realizaciones, la composición a base de resina epoxi de un componente puede incluir uno o más aditivos que incluyen, pero no se limitan a, plastificantes, aditivos, pigmentos y tintes, tales como negro de carbono, colorantes de óxido y óxido de titanio, así como retardantes de llama, antiespumantes, agentes tixotrópicos (por ejemplo, sílices de pirólisis o poliamidas), agentes de control de flujo, promotores de la adhesión (por ejemplo, epoxisilanos) y antioxidantes (por ejemplo, fenoles impedidos estéricamente). Otros aditivos pueden incluir cargas, por ejemplo: polvo metálico, harina de madera, polvo de vidrio, perlas de vidrio, óxidos semimetálicos y metálicos tales como SiO_2 (arena de sílice, harina de sílice, harina de sílice silanizada, harina de sílice sintética, harina de sílice sintética silanizada), óxido de aluminio, óxido de titanio y óxido de circón, hidróxido metálico tal como $Mg(OH)_2$, $Al(OH)_3$, $Al(OH)_3$ y AlO(OH) silanizado, carburos semimetálicos y metálicos (SiC y carburo de boro), nitruros semimetálicos y metálicos (AlN y BN), carbonatos metálicos (dolomita, tiza, $CaCO_3$), sulfuros metálicos (barita, yeso), harina de roca tal como la de hidromagnesita y huntita y minerales naturales o sintéticos principalmente de la fila de silicatos, tales como zeolitas (en particular tamices moleculares), talco, mica, caolín, wollastonita y otros.

Los aditivos también pueden contener fungicidas, agentes antiespumantes, antiestáticos, lubricantes, agentes antiprecipitación, agentes hidrófobos y agentes desmoldeantes.

Los aditivos opcionales también pueden seleccionarse del grupo de agentes endurecedores, por ejemplo, endurecedores de tipo CTBN, endurecedores de núcleo y cubierta, copolímeros de bloque (tales como los de tipo silicona-butirolactona) y uretanos (por ejemplo, aductos de poliuretano terminados en fenol, tales como el Flexibilizer DY 965 de Huntsman Advanced Materials).

Las composiciones a base de resina epoxi de un componente según esta descripción pueden prepararse mezclando los componentes individuales a temperatura ambiente o a temperaturas ligeramente elevadas y, si es necesario, por medio de molinos adecuados, por ejemplo, molinos de bolas o molinos de púas, amasadoras o mezcladoras.

Según otra realización, la composición a base de resina epoxi de un componente descrita anteriormente puede caracterizarse por que la composición contiene al menos dos de las siguientes propiedades bien equilibradas: (1) un tiempo de gelificación de < 10 min a 130 °C; (2) una viscosidad inferior a 60 mPas a 110 °C; (3) una estabilidad en el almacenamiento de al menos 6 meses; y (4) está libre de CMR sin componentes de H361. El tiempo de gelificación puede determinarse según la norma ISO 9396 (como se describe a continuación). La viscosidad puede determinarse con una configuración placa/placa con un espacio de 0,5 mm en modo de oscilación con una frecuencia angular de 6,3 rad/s (equivalente a 1 Hz). La estabilidad en el almacenamiento puede determinarse comparando la viscosidad de la composición en un tiempo inicial y a los 6 meses.

El curado de las composiciones a base de resina epoxi de un componente descritas en el presente documento puede realizarse de manera conocida. Puede tener lugar, en general, calentando la composición a temperaturas dentro de un intervalo de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 250 °C, preferiblemente de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 180 °C.

Según otra realización, la composición a base de resina epoxi de un componente descrita anteriormente puede caracterizarse por que un producto curado resultante formado mediante el curado de la composición contiene al menos dos de las siguientes propiedades bien equilibradas: (1) una temperatura de transición vítrea (Tv) superior a aproximadamente 160 °C; (2) una resistencia a la tracción de al menos 70 MPa a temperatura ambiente; (3) un módulo de tracción de al menos 1,5 GPa a 140 °C; y (4) una elongación de rotura de al menos el 4 % a temperatura ambiente y a 140 °C. Como se usa en la presente memoria, un "producto curado" se refiere al curado de la composición a base de resina epoxi de un componente mediante el cual se produce una interconexión o reticulación sustancial. La resistencia a la tracción, el módulo y la elongación de rotura pueden determinarse según la norma ISO 527 (como se describe a continuación). La temperatura de transición vítrea puede determinarse según la norma ISO 11357 (como se describe a continuación).

Por lo tanto, según otra realización, se proporciona un producto reticulado que puede obtenerse curando las composiciones a base de resina epoxi de un componente.

Según otra realización, se proporciona un producto envasado que comprende: a) un recipiente que tiene al menos una salida; y b) la composición a base de resina epoxi de un componente de la presente descripción.

Según una realización, el producto envasado de la presente descripción comprende un recipiente que tiene un medio de cierre, tal como una tapa, una cubierta, una tapadera o un tapón para sellar el recipiente. En otra realización, el recipiente sellado también tiene una boquilla o pico de vertido. El recipiente sellado puede tener la forma de un cilindro, óvalo, círculo, rectángulo, bote, cubeta, cuadrado o jarra y contiene la composición a base de resina epoxi de un componente de la presente descripción.

En otra realización más, el recipiente puede estar hecho de cualquier material, tal como acero, vidrio, aluminio, cartón, hojalata, plásticos incluyendo, pero no limitados a, polietileno de alta densidad (HDPE), polipropileno (PP), cloruro de polivinilo (PVC), tereftalato de polietileno (PET), polipropileno orientado (OPP), polietileno (PE) o poliamida, e incluyendo mezclas, laminados u otras combinaciones de estos.

En otra realización más, se proporciona una composición de dos componentes que comprende (a) un primer componente que contiene una resina epoxi y un diluyente reactivo; y (b) un segundo componente que contiene una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina, una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C y un poliácido. Alternativamente, una composición de dos componentes puede comprender (a) un primer componente que contiene una resina epoxi y un diluyente reactivo, una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C y un poliácido y (b) un segundo componente que contiene una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina y una resina epoxi y un diluyente reactivo. Uno o más de los aditivos anteriormente mencionados pueden incluirse en la parte (a) o en la parte (b).

Las composiciones descritas en la presente memoria pueden ser útiles en piezas moldeadas, encapsulados, encapsulación, revestimientos, materiales compuestos o laminados, más específicamente, en piezas fundidas eléctricas o electrónicas, encapsulados eléctricos o electrónicos, encapsulación eléctrica o electrónica, laminados eléctricos, materiales compuestos estructurales o revestimientos protectores. Las composiciones de la presente descripción también pueden usarse en otras diversas aplicaciones de uso final que incluyen, por ejemplo, un adhesivo para unir el primer sustrato a un segundo sustrato, laminados estructurales, laminados eléctricos, revestimientos, piezas moldeadas, estructuras para la industria aeroespacial, como placas de circuitos y similares para la industria electrónica, así como para la formación de esquís, bastones de esquí, cañas de pescar y otros equipos para deportes al aire libre. Las composiciones descritas en la presente memoria también pueden usarse en barnices eléctricos, encapsulantes, semiconductores, tuberías enrolladas con filamentos, tanques de almacenamiento, camisas para bombas y revestimientos resistentes a la corrosión, entre otros.

En otra realización más, también se proporciona un artículo producido curando las composiciones de la presente descripción mediante la aplicación de calor. El artículo puede incluir, por ejemplo, una pieza moldeada, un encapsulado, una encapsulación, un revestimiento, un adhesivo, un material compuesto o un laminado. El artículo también puede incluir, por ejemplo, una placa de alambre impresa, una pieza moldeada eléctrica o electrónica, un encapsulado eléctrico o electrónico, una encapsulación eléctrica o electrónica, un laminado eléctrico, un material compuesto estructural o un revestimiento protector. La reacción de curado de las composiciones puede realizarse a una temperatura, generalmente, dentro de un intervalo de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 250 °C o de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C o de aproximadamente 120 °C y aproximadamente 180 °C. El tiempo de curado puede ser durante un período de tiempo predeterminado que puede variar de minutos a horas, generalmente el tiempo de reacción es de más de aproximadamente 5 minutos y menos de aproximadamente 24 horas, preferiblemente entre aproximadamente 5 minutos y aproximadamente 6 horas, y más preferiblemente entre aproximadamente 5 minutos y aproximadamente 2 horas. En otras realizaciones, el curado puede producirse a una primera temperatura seguida de una segunda temperatura o tratamiento posterior, siendo dichos tratamientos posteriores normalmente a temperaturas superiores a 100 °C o superiores a 140 °C.

En una realización particular, se proporciona el uso de la composición a base de resina epoxi de un componente como composición de impregnación y revestimiento para motores eléctricos, transformadores y generadores (por ejemplo, los conductores enrollados de un estator, rotor, generador o transformador).

Según otra realización, la composición a base de resina epoxi de un componente de la presente descripción puede aplicarse a un sustrato mediante impregnación por goteo, impregnación por inmersión o impregnación al vacío. En algunas realizaciones, el sustrato puede ser uno o más componentes de un motor o generador eléctrico, tales como las bobinas o devanados sobre el conductor de un estator o rotor o transformador o similar. En otras realizaciones adicionales, el sustrato puede comprender una capa aislante primaria y la composición a base de resina epoxi de un componente se aplica sobre la capa aislante primaria mediante impregnación por goteo, impregnación por inmersión o impregnación al vacío. En más realizaciones adicionales, la capa aislante primaria comprende poliéter éter cetona (PEEK).

En la impregnación por goteo, el sustrato se precalienta a una temperatura dentro de un intervalo de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 110 °C durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 60 minutos a aproximadamente 120 minutos en un horno o mediante corriente eléctrica. Después, el sustrato se hace girar y la composición a base de resina epoxi de un componente se gotea sobre el sustrato giratorio, tal como mediante el uso de una bomba y una boquilla adecuadas, durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 180 minutos, dependiendo del tamaño del sustrato para producir un sustrato impregnado. La temperatura se mantiene dentro de un intervalo de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 110 °C durante la impregnación. Después de la impregnación, el sustrato impregnado después se calienta para la gelificación de la composición aplicada a una temperatura dentro de un intervalo de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 140 °C durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 240 minutos. Después, el sustrato impregnado se calienta para el curado final de la composición aplicada a una temperatura dentro de un intervalo de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 180 °C durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 20 minutos a 720 minutos. El calor para la gelificación y el curado final puede producirse, por ejemplo, haciendo pasar una corriente eléctrica a

través del sustrato impregnado o también es posible usar un horno o una fuente de radiación infrarroja (IR) o infrarroja cercana (NIR).

En la impregnación por inmersión, el sustrato puede precalentarse en un horno o mediante corriente eléctrica a una temperatura dentro de un intervalo de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 140 °C. Después, el sustrato se fija en un aparato y se sumerge, mientras gira, en un baño de impregnación rellenado con la composición a base de resina epoxi de un componente. Después de la impregnación completa del sustrato, el sustrato se retira del baño de impregnación mientras continúa girando y calentándose hasta que la composición aplicada se haya gelificado. En algunas realizaciones, el sustrato impregnado después puede calentarse para el curado final de la composición aplicada a una temperatura dentro de un intervalo de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 180 °C durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 20 minutos a aproximadamente 720 minutos. El calor para la gelificación y el curado final puede producirse, por ejemplo, haciendo pasar una corriente eléctrica a través del sustrato impregnado aunque también es posible usar un horno o una fuente de radiación infrarroja (IR) o infrarroja cercana (NIR).

En la impregnación al vacío, el sustrato se calienta a una temperatura dentro de un intervalo de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 110 °C durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 60 minutos a aproximadamente 120 minutos en un horno o mediante corriente eléctrica. Después, el sustrato se coloca en un recipiente de VPI y se aplica vacío, por ejemplo, dentro de un intervalo de aproximadamente 0,5 hPa (0,5 mbar) a aproximadamente 5 hPa (5 mbar). La composición a base de resina epoxi de un componente se inyecta después en el recipiente de VPI durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 180 minutos, dependiendo del tamaño del sustrato para producir un sustrato impregnado. Después de la impregnación, el sustrato impregnado después se calienta para la gelificación de la composición aplicada a una temperatura dentro de un intervalo de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 140 °C durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 240 minutos. Después, el sustrato impregnado se calienta para el curado final de la composición aplicada a una temperatura dentro de un intervalo de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 180 °C durante un período de tiempo, tal como dentro de un intervalo de aproximadamente 20 minutos a 720 minutos. El calor para la gelificación y el curado final puede producirse, por ejemplo, haciendo pasar una corriente eléctrica a través del sustrato impregnado aunque también es posible usar un horno o una fuente de radiación infrarroja (IR) o infrarroja cercana (NIR).

Por lo tanto, en otra realización más se proporciona un proceso para formar un sustrato impregnado que comprende las etapas de: aplicar la composición a base de resina epoxi de un componente de la presente descripción mediante impregnación por inmersión, impregnación al vacío o impregnación por goteo sobre un sustrato para formar un sustrato impregnado y curar la composición aplicada. En algunas realizaciones, el sustrato comprende una capa aislante primaria, tal como una capa de poliéter éter cetona, y la composición a base de resina epoxi de un componente se aplica sobre la capa aislante primaria. En otra realización más, se proporciona un sustrato, tal como un conductor enrollado de un estator, rotor, transformador o generador, impregnado con la composición a base de resina epoxi de un componente.

La presente descripción se describirá ahora con más detalle con referencia a los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplos

Ejemplo 1. Una composición a base de resina epoxi de un componente según la presente descripción.

a) Preparación de una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo norbornano y una polioxialquilenamina:

Se cargan 671 gramos de cianoacetato de etilo y 61,8 gramos de amina Jeffamine® D-230 en un reactor de vidrio: La mezcla se agita y se calienta a una temperatura interna (Ti) de aproximadamente 40 °C. A Ti = 40 °C, se añaden 350 gramos de biciclo[2.2.1]heptano bis(metilamina) a la mezcla durante un período de tiempo de aproximadamente 140 minutos. Al comienzo de la adición de Pro-NBDA, la Ti aumenta de 40 °C a 80 °C durante un período de tiempo de aproximadamente 60 minutos. Una vez que se completa la adición de pro-NBDA, la Ti se aumenta de 80 °C a 90 °C durante un período de tiempo de aproximadamente 30 minutos y después se mantiene durante aproximadamente 1 hora. La destilación del EtOH se inicia después bajando suavemente la presión a 50 hPa (50 mbar) y calentando la camisa del reactor a 110 °C para mantener la Ti a aproximadamente 90 °C. El vacío se cambia a una atmósfera de N_2 y la temperatura de la masa de reacción se aumenta a aproximadamente 140 °C durante un período de tiempo de aproximadamente 30 minutos. La destilación se ajusta al modo de reflujo y la Ti se mantiene a aproximadamente 140 °C hasta que el contenido de amina residual alcanza una meseta (valor típico de 0,15-0,17 eq/kg, intervalo de tiempo aproximado de 4 horas). Después, la Ti se aumenta de 140 °C a aproximadamente 180 °C durante un período de tiempo de aproximadamente 30 minutos. Después, la Ti se mantiene a aproximadamente 180 °C hasta que el contenido de amina restante alcance < 0,09 eq/kg. Mientras la Ti se mantiene a aproximadamente 180 °C, se aplica vacío (50 hPa (50 mbar)) durante aproximadamente 30-60 minutos. Después, el producto de cianoacetamida se descarga y se filtra.

b) Preparación de la composición según la presente descripción

Se colocan 116,34 gramos de la cianoacetamida producida en a) en un recipiente de reactor de vidrio y la temperatura se aumentó a 80 °C - 100 °C para fundir el producto. Se añadieron 274,0 g de una resina epoxi (Araldite® GY 250: resina epoxi de bisfenol-A diglicidil-éter, equivalente epoxi de 180-190 g/eq) y 38,37 gramos de un diluyente reactivo (DY 026 butanodiol-diglicidiléter) al recipiente y la mezcla se agitó y después se enfrió a 30 °C. Se añadieron al recipiente 0,75 gramos de un poliéster de ácido fosfórico con grupos ácidos (copolímero BYK W9010 con grupos ácidos), 5 gramos de una solución de mezcla maestra de abrillantador óptico TINOPAL OB al 1 % en una resina epoxi (resina epoxi Araldite® GY250) y 16,1 gramos de una resina epoxi (resina epoxi Araldite® G250) y la mezcla se agitó. Se añadieron al recipiente 7 gramos de una base protegida (FK EP 796-1: aducto basado en un 52 % de tris-dimetilaminofenol con un 48 % de un polivinilfenol con un peso molecular promedio de 5000 g/mol, suministrado en forma de polvo y que tiene un D50< 30 micrómetros) y la mezcla se mezcló con una mezcladora de alta cizalla. Después, se añadieron 50,2 gramos de un diluyente reactivo (DY 026 butanodiol-diglicidiléter) al recipiente y la mezcla se mezcló con una mezcla de alta cizalla al vacío para producir la composición.

c) Ensayos

La resistencia a la tracción y la elongación de rotura se sometieron a ensayo según la norma ISO 527. La composición de b) se vertió en un molde (precalentado a 110 °C) para preparar placas de 4 mm de grosor y el molde se colocó en un horno durante 20 min a 110 °C, después se calentó a 170 °C y se mantuvo a 170 °C durante una hora. El molde se enfrió lentamente a temperatura ambiente y las placas se desmoldearon y se cortaron para obtener una muestra de ensayo estándar. La norma ISO 527-2 se realizó en una máquina de ensayo universal aplicando una fuerza de tracción a una muestra de ensayo y se midieron la resistencia a la tracción, el módulo y la elongación de rotura de la muestra de ensayo sometida a tensión.

- El tiempo de gelificación se midió según la norma ISO 9396. La composición se cargó hasta un nivel de 4 cm por debajo del borde de un vial de ensayo, manteniéndose el vial de ensayo a una temperatura de 25 °C o 40 °C. Después, se movió una varilla de vidrio o un husillo hacia arriba y hacia abajo en la resina con 10 golpes por minuto. El tiempo de gelificación es equivalente al punto de tiempo en el que la varilla oscilante levantó el vial de ensayo.

- La temperatura de transición vítrea (Tv) se determinó mediante DSC según la norma ISO 11357-2 en muestras preparadas mediante el ciclo de curado mencionado anteriormente. Se pesó una muestra de 10 mg en una cubeta de muestra y se introdujo en un instrumento de DSC. Se enfrió hasta la temperatura inicial, después de lo cual se realizaron la 1.ª y la 2.ª ejecuciones de medición con una capa de gas inerte (N_2) a 50 ml/min, con una velocidad de calentamiento de 10 K/min, enfriando de nuevo a la temperatura inicial entre las ejecuciones. La medición tuvo lugar habitualmente en el intervalo de temperatura de aproximadamente 50 °C por debajo de la temperatura de transición vítrea anticipada a aproximadamente 50 °C por encima de la temperatura de transición vítrea. La temperatura de transición vítrea es aquella temperatura en la 2.ª ejecución de medición a la que se alcanzó la mitad del cambio en la capacidad calorífica específica (0,5 delta cp). Se determina a partir del diagrama de DSC (gráfico del flujo de calor frente a la temperatura) y es la temperatura en el punto de intersección de la línea media entre los valores basales extrapolados antes y después de la transición vítrea, y la curva de medición.

- La viscosidad se midió con una configuración placa/placa con un espacio de 0,5 mm en modo de oscilación con una frecuencia angular de 6,3 rad/s (equivalente a 1 Hz) a 25 °C y 100 °C

Ejemplos comparativos

a) Ejemplo comparativo 1 - una composición de resina epoxi de un componente según el Ejemplo 9 en la patente US-2020/0223977 que incluía una cianoacetamida derivada del bis(aminometil)-triciclo[5.2.1.0 ^{2,6}] decano y no incluía una cianoacetamida derivada de una polioxialquilenamina y un poliácido.

b) Ejemplo comparativo 2 - un sistema de impregnación a base de resina epoxi de un componente disponible en el mercado (sistema Damisol® 3500 HiR) que incluía un catalizador de tipo Bx3NR3.

c) Ejemplo comparativo 3 - un sistema de impregnación a base de poliesterimida disponible en el mercado (sistema MF 8044).

d) Ejemplo comparativo 4 - un sistema de impregnación a base de resina epoxi de un componente disponible en el mercado (sistema XD 4410) que incluía un catalizador de tipo Bx3NR3.

e) Ejemplo comparativo 5 - un sistema de impregnación disponible en el mercado (sistema CY 5841) basado en resina epoxi Bis A/F, diluyente reactivo y tricloro(N,N-dimetiloctilamina)boro.

f) Ejemplo comparativo 6 - una composición de resina epoxi según el Ejemplo 1 de la patente US-2015/0002254 que incluía una resina epoxi curada con diciandiamida y (2,4-bis(N1,N1-dimetilureido)tolueno).

Resultados

Propiedad	Ej. comp. 1	Ej. comp. 2	Ej. comp. 3	Ej. comp. 4.	Ej. comp. 5	Ej. comp. 6	Ej. 1
T_v (°C)	120	122	< 155	120	120	118	168
Estabilidad en el almacenamiento (meses)	< 1 (cristalización)	12	12	>6	>6	< 1	>6
Viscosidad (mPas)	>100 (a 110 °C)	< 100	< 100	10	< 100	70 (a 60 °C)	60 (a 110 °C)
Tiempo de gelificación a 130 °C (minutos)	aproximadamente 10	5	5,5 (a 120 °C)	80	25	22 (a 120 °C)	8
Capacidad de impregnación	Insuficiente	Buena	Buena	Buena	Buena	Insuficiente	Buena
Adhesión a PEEK	Parcialmente	Buena	Insuficiente	Buena	Buena	Buena	Buena
Resistencia a la tracción (Mpa)	-	-	-	45	30	76	80
Elongación de rotura (%)	-	-		1	1,25	4	6
Libre de CMR, H361	Sí	No	Sí	Sí	No	Sí	Sí

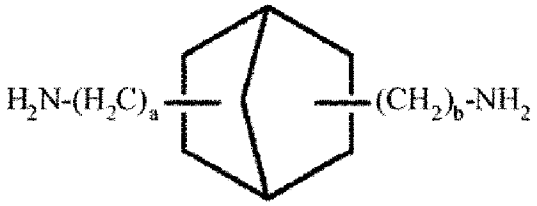
Como se ha mostrado anteriormente, aunque el Ejemplo comparativo 1 es químicamente latente y reacciona rápidamente a 130 °C como se desea, no es adecuado para la impregnación debido a su alta viscosidad. En condiciones en las que la viscosidad es inferior, por ejemplo, a T = 40 °C o en la incorporación de diluyentes reactivos, tenderá a cristalizar. Además, su Tv es demasiado baja para aplicaciones de alta temperatura. El Ejemplo comparativo 2 es un sistema de impregnación reactiva de tipo homopolimerización a base de epoxi que se usa típicamente con un buen rendimiento global para la impregnación por goteo, tal como baja viscosidad, latencia y alta reactividad. Sin embargo, contiene componentes de CMR con el marcador H361 y su Tv es demasiado baja para aplicaciones de alta temperatura. El Ejemplo comparativo 3 es un sistema de impregnación a base de poliesterimida y se usa normalmente para la impregnación por goteo. Aunque este sistema no contiene CMR y su reactividad y estabilidad en el almacenamiento son suficientes, no se adhiere bien a los materiales aislantes primarios (PEEK). Además, su Tv es inferior a 155 °C, lo que limita su uso en aplicaciones de alta temperatura. El Ejemplo comparativo 4 es un sistema a base de epoxi homopolimerizable con buena adherencia a los materiales aislantes primarios y no es tóxico. Sin embargo, su reactividad es demasiado lenta y su Tv es demasiado baja para aplicaciones de alta temperatura. El Ejemplo comparativo 5 también es un sistema a base de epoxi homopolimerizable con buena adherencia a los materiales aislantes primario, sin embargo, es tóxico. Además, su reactividad es demasiado lenta y la Tv es demasiado baja para aplicaciones de alta temperatura. El Ejemplo comparativo 6 es un sistema epoxi que tiene una Tv y una reactividad demasiado bajas. Otra desventaja de este sistema es la presencia de partículas sólidas de diciandiamida, que podrían conducir a efectos de filtración que impidan la impregnación y el curado adecuados del material entre los alambres. El Ejemplo de la invención 1 resuelve todos los problemas mencionados anteriormente: ofrece una Tv alta (>160 °C), es estable en el almacenamiento como sistema de un componente durante un mínimo de 6 meses, cura rápidamente a 130 °C (< 10 min), impregna bien gracias a su baja viscosidad y buena humectabilidad/adherencia a materiales aislantes primarios termoplásticos (tales como PEEK) y no es tóxico.

Aunque la fabricación y el uso de diversas realizaciones de la presente invención se han descrito en detalle anteriormente, debe apreciarse que la presente invención proporciona muchos conceptos de la invención aplicables que pueden incorporarse en una amplia variedad de contextos específicos. Las realizaciones específicas analizadas en la presente memoria son meramente ilustrativas de formas específicas de fabricar y usar la invención, y no delimitan el alcance de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Una composición a base de resina epoxi de un componente que comprende: (a) una resina epoxi; (b) un diluyente reactivo; (c) una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina; (d) una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C; y (e) un poliácido.

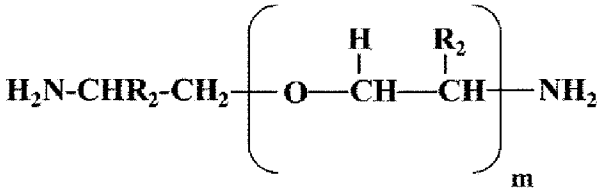
2. La composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1, en donde la diamina de tipo cicloalifático es una diamina de tipo norbornano que tiene la fórmula



donde a y b son cada uno un número entero de 0 a 2 con la condición de que a + b = 2.

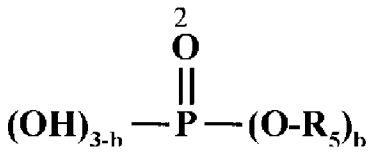
3. La composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 2, en donde la diamina de tipo norbornano es 2,5-bis(aminometil)norbornano o 2,6-bis(aminometil)norbornano o una mezcla de los mismos.

4. La composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 2, en donde la polioxialquilenamina es un compuesto de polioxialquilendiamina que tiene una fórmula

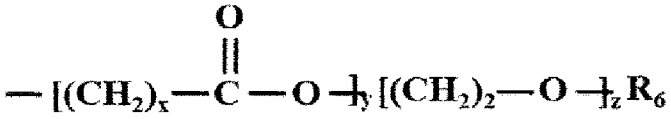


donde m es un número entero de 2 a aproximadamente 100 y cada R_2 es independientemente hidrógeno, metilo o etilo, preferiblemente en donde cada R_2 es independientemente hidrógeno o metilo y m es un número entero de 2 a aproximadamente 70.

5. La composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1, en donde el poliácido es un poliéster de un ácido fosfórico con grupos ácidos que tienen la fórmula



donde b es 1 o 2 y R_5 es



donde R_6 es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, x es un número entero dentro de un intervalo de 4 a 5, y es un número entero dentro de un intervalo de 2 a 15 y x es un número entero dentro de un intervalo de 3 a 15.

6. La composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1, en donde el diluyente reactivo es un diluyente reactivo epoxi.

7. La composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1, en donde la base protegida está en forma de un aducto de una amina terciaria y un fenol, preferiblemente en donde la base protegida

está en forma de un aducto de una amina terciaria y un fenol que tiene un tamaño de partícula promedio D50 de menos de 30 micrómetros medido como se indica en la descripción.

8. La composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1, en donde la base protegida es un líquido iónico.

9. La composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1, en donde

(a)la resina epoxi está presente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 40 % en peso a aproximadamente el 70 % en peso;
(b)el diluyente reactivo está presente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 10 % en peso a aproximadamente el 40 % en peso;
(c)la cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina está presente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 10 % en peso a aproximadamente el 40 % en peso;
(d)la base protegida en forma de aducto o sal está presente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 0,1 % en peso a aproximadamente el 6 % en peso; y
(e)el poliácido está presente en una cantidad dentro de un intervalo de aproximadamente el 0,05 % en peso a aproximadamente el 3 % en peso, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición a base de resina epoxi de un componente.

10. Un producto envasado que comprende a) un recipiente que tiene al menos una salida; y b) la composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1, preferiblemente en donde la composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1 tiene una estabilidad en el almacenamiento de al menos 6 meses.

11. Uso de la composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1 para impregnar, revestir de manera protectora o adherir una pieza moldeada eléctrica o electrónica, un encapsulado eléctrico o electrónico, una encapsulación eléctrica o electrónica, un laminado eléctrico o un material compuesto estructural u, opcionalmente, como adhesivo para unir un primer sustrato a un segundo sustrato u, opcionalmente, como una composición de impregnación o revestimiento para motores eléctricos, transformadores y generadores.

12. Un proceso de formación de un sustrato impregnado que comprende las etapas de aplicar la composición a base de resina epoxi de un componente de la reivindicación 1 sobre un sustrato mediante impregnación por inmersión, impregnación al vacío o impregnación por goteo para formar un sustrato impregnado y curar la composición aplicada, opcionalmente, en donde el sustrato comprende una capa aislante primaria que comprende poliéter éter cetona y la composición a base de resina epoxi de un componente se aplica sobre la capa aislante primaria.

13. El proceso de la reivindicación 12, en donde el sustrato es un conductor enrollado de un rotor o estator.

14. Una composición de dos componentes que comprende: (a) una resina epoxi y un diluyente reactivo; y (b) una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina, una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C y un poliácido.

15. Una composición de dos componentes que comprende: (a) un primer componente que contiene una resina epoxi y un diluyente reactivo, una base protegida en forma de un aducto o sal que puede liberar una base tras calentarse a una temperatura superior a aproximadamente 50 °C y un poliácido y (b) un segundo componente que contiene una cianoacetamida derivada de una diamina de tipo cicloalifático y una polioxialquilenamina y una resina epoxi y un diluyente reactivo.