



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI 1005890-7 A2**

(22) Data de Depósito: 21/12/2010
(43) Data da Publicação: 02/04/2013
(RPI 2204)



(51) *Int.Cl.:*
C08L 63/02

(54) **Título:** SISTEMA DE RESINA CURADA, E, MÉTODO PARA PREPARAR UM SISTEMA DE RESINA CURÁVEL

(30) **Prioridade Unionista:** 22/12/2009 US 61/284637

(73) **Titular(es):** Angus Chemical Company, Dow Global Technologies, Inc.

(72) **Inventor(es):** Asghar Akber Peera, Ian Tomlinson

(57) **Resumo:** SISTEMA DE RESINA CURADA, E, MÉTODO PARA PREPARAR UM SISTEMA DE RESINA CURÁVEL. Uma nova classe de compostos, isto é, diamino-álcoois, é descrito, junto com um processo para a sua produção e seu uso como endurecedores ou agentes de cura, para sistemas de resina epóxi, alguns dos quais tendo temperaturas de transição vítrea, Tgs, tais como maiores do que cerca de 120°C.

“SISTEMA DE RESINA CURADA, E, MÉTODO PARA PREPARAR UM SISTEMA DE RESINA CURÁVEL”

Campo da Invenção

5 A presente invenção diz respeito a uma nova classe de compostos, isto é, diamino-álcoois, um processo para produzir os mesmos e seu uso na preparação resinas epóxi tendo temperaturas altas de transição vítrea (Tg).

Fundamentos da Invenção

10 Os compostos de amina simples são conhecidos por fornecer propriedades neutralizantes, dispersantes e endurecedoras quando adicionados a revestimentos, pastas minerais e formulação epóxi. Os métodos para a fabricação de composto de amina simples são bem documentados e conhecidos na técnica e quando o objetivo é preparar aminas primárias, as vias preferidas frequentemente envolvem compostos de nitroálcool intermediários.

Os processos para a fabricação dos compostos de nitroálcool intermediários são conhecidos e tipicamente a reação de nitro aldol (Reação de Henry) entre nitroalcanos e aldeídos. Existe referência ocasional à preparação de dinitroálcoois que envolve uma adição de Michael tandem e
20 Reação de Henry de um nitroalcano com um aldeído α,β -insaturado aldeído. Por exemplo, ver "Secondary dinitro alcohols," Smith, Curtis W. (Shell Development Co.) 1949 e Patente U. S. Nº 2,475,996, que descreve a fabricação do nitro álcool 2,5,6-trimetil-2,6-dinitro-3-heptanol. Este nitro álcool também é preparado como um intermediário para a fabricação de um
25 inibidor de vasopectidase, como debatido em Efficient Asymmetric Synthesis of the Vasopectidase Inhibitor BMS-189921 de Janak Singh et al., Org. Lett. (2003), 5, 17, 3155-3158. Além disso, a fabricação do composto de nitro álcool 2,6-dinitro-5-fenil-heptan-3-ol foi descrito em David St. Clair Black et. al. Australian Journal of Chemistry, 1976, 29(11), 2511. Também é bem

estabelecido, compostos de nitroálcool podem ser facilmente convertidos aos compostos de aminoálcool pela hidrogenação com o hidrogênio em um catalisador adequado, por exemplo níquel de Raney ou um catalisador com base em platina ou paládio (Pt ou Pd na forma elementar ou como óxidos, com ou sem suportes, por exemplo, carbono). Aqueles habilitados na técnica também estão cientes que outros agentes redutores que reduzirão nitroalcanos a aminas primárias incluem combinações de metal/ácido, por exemplo, ferro/ácido acético e hidretos de alumínio. Os agentes redutores preferidos incluem gás hidrogênio em combinação com qualquer um dos catalisadores: níquel de Raney, platina ou paládio.

Os compostos de diamino-álcool e seus usos, por outro lado, são representados de maneira não corrente na técnica anterior.

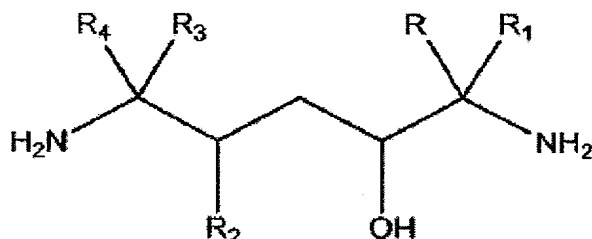
As aminas e os aminoálcoois são conhecidos serem agentes endurecedores ou de cura, para resinas epóxi. Existem diversas aminas que são correntemente usadas de maneira comercial como agentes endurecedores ou de cura que resultam em resinas com Tg alto, entretanto, estes são, tipicamente, diaminas cicloalifáticas ou aromáticas. Alguns dos exemplos de aminas e da Tg da resina produzida quando curada com resina epóxi D.E.R. 331 comercialmente disponível da Dow Chemical Company, Midland, MI, incluem cicloexano-1,2-diamina (Tg: 152 °C); isoforona diamina (IPDA) (147 °C) e 4-((4-aminocicloexil)metil)cicloexanamina (163 °C). As diaminas que são alifáticas de cadeia reta são úteis como endurecedores, mas tipicamente não resulta em uma resina com Tg alta. Os exemplos de diaminas alifáticas são Dytek (Tg: 104 °C), AEP (Tg: 106 °C) e TMD (Tg: 104 °C). Similarmente, os amino álcoois são usados como agentes endurecedores ou de cura comercialmente hoje, devido à sua capacidade para a cura em temperaturas baixas do que as aminas simples, mas estas aminas também não permitem a formação de resinas epóxi curadas com temperaturas de transição vítrea altas (Tg). Alguns dos exemplos mais comuns de amino álcoois

incluem, sem limitação, etanolamina (EA), dietanolamina (DEA), 2-amino-2-metil-1-propanol (AMP) que é comercialmente disponível da ANGUS Chemical of Buffalo Grove, Illinois, USA) e 2-amino-2-etil-1,3-propanodiol (AEPD) [Asghar verificamos se temos dados T_g para qualquer um destes amino-álcoois], também comercialmente disponíveis da ANGUS Chemical of Buffalo Grove, Illinois, USA, etc. Bem conhecido e pesadamente usados, sistemas endurecedores de amina na indústria incluem, mas não são limitados a, isoforonodiamina (IPDA), metaxilenodiamina (MXDA), aminoetilpiperazina (AEP), etilenodiamina, etc. Adicionalmente, o uso de TRIS-AMINO, que é uma funcionalidade de amina primária que possui alcanolamina não volátil comercialmente disponível da ANGUS Chemical of Buffalo Grove, Illinois, USA, foi relatado na literatura de patente. As Patentes U. S. N° 4,330,644, 3,607,833 e 7,001,938, bem como Publicação de Pedido de Patente U. S. N° US2007/0065669, cada um descreve o uso de TRIS-AMINO em várias composições com base em epóxi.

Entretanto, muitos dos amino endurecedores com base em álcool correntemente usados apenas fornecem resinas epóxi curadas com temperaturas de transição vítrea de menos do que cerca de 120 °C e são, portanto, frequentemente instável para aplicações de temperatura alta. Um endurecedor com base em amino álcool que podem resultar em uma resina com uma temperatura de transição vítrea alta (isto é, mais do que cerca de 120 °C) útil para aplicações de temperatura alta deve ser de valor. A vantagem adicional de amino álcool versus aminas alifáticas simples são as propriedades melhoradas resultando da presença da funcionalidade de álcool. Existe literatura precedente que o desempenho de adesão de um revestimento epóxi ocorre devido à interação de grupos hidroxila com a superfície à qual o revestimento aplicado. Além disso, também é conhecido que o grupo hidroxila tem efeito catalítico do perfil de cura, desta maneira permite a cura em temperaturas inferiores (ver, por exemplo, Patente U. S. N° 3,943,104).

Sumário da Invenção

A presente invenção fornece um sistema de resina curada que compreende: (a) 35 a 90 % em peso de pelo menos uma resina epóxi e (b) 0,1 % a 35 % de um composto de diamino-álcool tendo a fórmula:



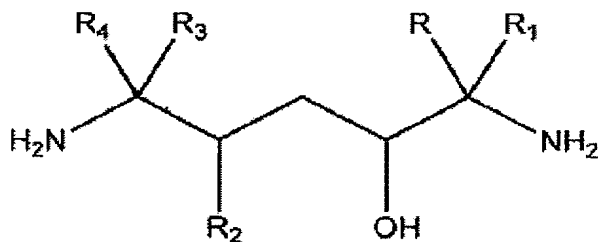
5 em que R é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₁ é independentemente hidrogênio ou alquila; alternativamente, R e R₁ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; R₂ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₃ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₄ é independentemente hidrogênio ou alquila e alternativamente, R₃ e
10 R₄ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; em que todas as porcentagens em peso são fundamentadas no peso total do sistema de resina curada. A resina epóxi pode ser um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de: epóxidos cicloalifáticos (acíclicos), epóxidos cicloalifáticos modificados com glicóis, resinas fenólica de epóxi-novolac, resinas epóxi
15 (poliepóxi) multifuncionais, resinas epóxi com base em bisfenol A e resinas epóxi com base em bisfenol F.

Em uma forma de realização do sistema de resina curada da presente invenção, a resina epóxi compreende uma mistura de pelo menos duas resinas epóxi.

20 Em uma forma de realização particular, o composto de diamino-álcool pode ser o produto de 2-nitropropano e um aldeído selecionado do grupo que consiste de crotonaldeído e cinamaldeído. Por exemplo, R, R₁, R₂, R₃ e R₄ são, cada um, metila.

A presente invenção também fornece um método para preparar
25 um sistema de resina curável que compreende misturar: (a) 35 a 65 % em

peso de pelo menos uma resina epóxi e (b) 0,1 a 35 % em peso de um composto de diamino-álcool tendo a fórmula:



em que R é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₁ é independentemente hidrogênio ou alquila; alternativamente, R e R₁ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; R₂ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₃ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₄ é independentemente hidrogênio ou alquila e alternativamente, R₃ e R₄ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; em que todas as porcentagens em peso são fundamentadas no peso total do sistema de resina curada. A resina epóxi pode ser um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de: epóxidos cicloalifáticos (acíclicos), epóxidos cicloalifáticos modificados com glicóis, resinas novolac fenólicas de epóxi, resinas epóxi (poliepóxi) multifuncionais, resinas epóxi com base em bisfenol A e resinas epóxi com base em bisfenol F.

Em uma forma de realização do método da presente invenção, a resina epóxi compreende uma mistura de pelo menos duas resinas epóxi.

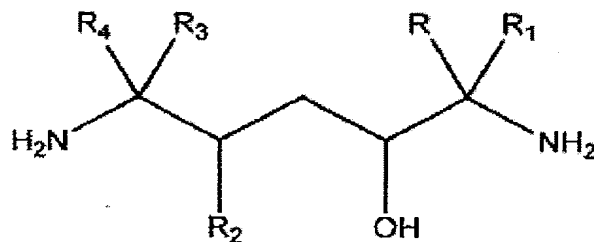
Em uma forma de realização particular do método inventivo, o composto de diamino-álcool pode ser o produto de 2-nitropropano e um aldeído selecionado do grupo que consiste de crotonaldeído e cinamalaldeído.

Por exemplo, R, R₁, R₂, R₃ e R₄ são, cada um, metila.

Descrição Detalhada da Invenção

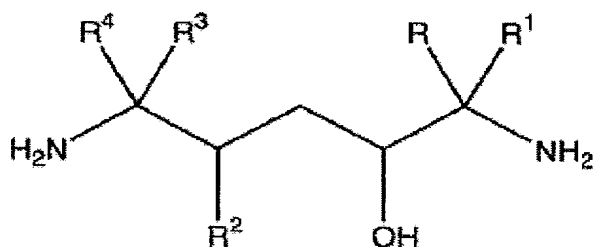
Uma classe nova e útil de composto amino, isto é, diamino-álcoois, foi descoberta, juntos com os processos para a sua fabricação. Estes compostos são produzidos por Reação de Michael e de Reação tandem de nitroalcano com um ou mais aldeídos α,β -insaturados e, opcionalmente, pós-

reagido com um aldeído tal como formaldeído. Estes podem ser representados pela seguinte fórmula:



em que R é independentemente hidrogênio, alquila, arila ou -CH₂OH; R₁ é independentemente hidrogênio, alquila ou -CH₂OH; 5
alternativamente, R e R₁ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; R₂ é independentemente hidrogênio, metila, alquila, fenila ou fenila substituída; R₃ é independentemente hidrogênio, alquila, fenila ou fenila substituída ou -CH₂OH; R₄ é independentemente hidrogênio, alquila ou -CH₂OH e alternativamente, R₃ e R₄ podem ser ligados juntos para formar um 10
cicloalquila.

A categoria precedente de diamino-álcoois inclui vários graus de poli-álcoois ("polióis") bem como diamino mono-álcoois simples. Os diamino mono-álcoois mais simples devem ter a seguinte fórmula:

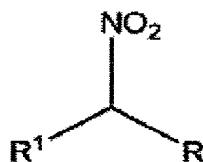


em que R é independentemente hidrogênio, alquila, fenila ou 15
fenila substituída; R₁ é independentemente hidrogênio ou alquila; alternativamente, R e R₁ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; R₂ é independentemente hidrogênio, alquila ou fenila ou fenila substituído; R₃ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₄ é independentemente hidrogênio ou alquila e alternativamente, R₃ e R₄ podem 20
ser ligados juntos para formar um cicloalquila.

Os diamino mono-álcoois da presente invenção podem ser

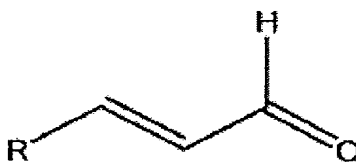
produzidos pela reação de um nitroalcano e um aldeído α,β -insaturado que produz um composto de dinitro álcool intermediário. Esta reação é tipicamente operada em temperaturas entre 0 °C e 100 °C sob pressão atmosférica, por exemplo, sem limitação entre 0 °C e 50 °C. Os requerentes observaram surpreendente e convenientemente que esta reação precede sequencialmente com a adição de Michael de nitroalcano à olefina que ocorre primeiro, seguido pela reação de aldol (Henry) em que o segundo nitroalcano é adicionado ao aldeído, para produzir uma espécie simples de intermediário de dinitro mono-álcool.

O nitroalcano pode ser um nitroalcano primário ou secundário tendo a fórmula:



em que R é hidrogênio, R¹ é hidrogênio, alquila, fenila ou fenila substituída ou em que R é alquila, fenila ou fenila substituído e R¹ é alquila ou R e R¹ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila. Por exemplo, sem limitação, nitrometano, nitroetano, 2-nitropropano, nitrocicloexano etc. são todos nitroalcanos adequados para o uso como materiais de partida para preparar os compostos de diamino-álcool de acordo com a presente invenção. Mais particularmente, o nitroalcano primário ou secundário pode ser um nitroalcano C₁-C₂₀, um nitroalcano C₁-C₁₀ ou ainda um nitroalcano C₂-C₆.

Os aldeídos α,β -insaturados adequados têm a seguinte fórmula:



em que R é hidrogênio, metil (alquila), fenila ou fenila

substituída. Os aldeídos insaturados incluem, mas não são limitados a, acroleína, crotonaldeído, cinamaldeído, derivados de cinamaldeído substituído no anel aromático, etc.

5 A reação de Michael-Henry sequencial precedente entre o nitroalcano e aldeído insaturado ocorre na presença de um catalisador adequado que inclui, mas não limitado a, bases orgânicas, tais como 1,8-Diazabicyclo[5.4.0]undec-7-eno ("DBU"), 2-dimetilamino-2-metil-1-propanol ("DMAMP"), trimetilamina (TMA), dimetilisopropilamina (DMIPA), N,N,N',N'-tetrametilguanidina (TMG), base de Verkade, etc.
10 Alternativamente, bases inorgânicas, tais como carbonato de potássio, e hidróxido de sódio também podem ser usados como catalisadores para a reação de Michael-Henry sequencial descrita acima.

Os materiais de partida são fornecidos em uma razão molar de nitroalcano a aldeído de tipicamente 2:1. A reação pode ser realizada com ou
15 sem um solvente, de acordo com a preferência do prático. Os solventes adequados incluem mas não são limitados a tetraidrofurano, 2-metiltetraidrofurano, dioxano.

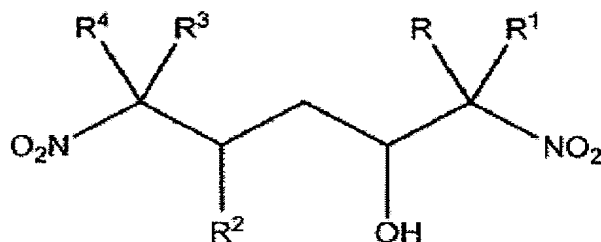
Quando o produto desejado é um composto de diamino poli-álcool, o (1) nitroalcano é um nitroalcano primário e o processo para a
20 produção do composto de diamino poli-álcool ainda compreende, após reagir o (1) nitroalcano primário e (2) aldeído α,β -insaturado, mas antes de reduzir o nitro álcool resultante, ainda reage o nitro álcool resultante com (3) um aldeído, tal como formaldeído, para formar um composto de dinitro poli-álcool, que, então, ainda é reduzido sob condições de hidrogenação e na
25 presença de um catalisador.

Mais particularmente, a produção de compostos de diamino poli-álcool (poliol) procede como segue: (A) reagir (1) um nitroalcano primário e (2) um aldeído α,β -insaturado para formar um dinitroálcool; (B) ainda reage o dinitroálcool com (3) um aldeído, tal como formaldeído, para

formar um produto de dinitro poli-álcool (por exemplo, um dinitro-diálcool ou dinitro-triálcool) e (C) então, ainda reduzir o produto de dinitro poli-álcool ao produto de diamino poli-álcool correspondente sob condições de hidrogenação, na presença de um catalisador. A reação é realizada sob condições em que a adição de Michael do nitroalcano ocorre mais rapidamente do que a Reação de Henry (isto é, temperaturas entre 0 °C e 100 °C sob pressão atmosférica, por exemplo, sem limitação, entre 0 °C e 50 °C), permitindo que as reações sequenciais produzam o dinitro poli-álcool. O (1) nitroalcano e o (2) aldeído são fornecidos em uma razão molar de 2:1 durante a primeira etapa de reação que produz o dinitro álcool. O nitroalcano primário pode ser um nitroalcano C₁-C₂₀ primário, por exemplo, sem limitação, nitroalcano C₁-C₁₀ primário. O aldeído α,β -insaturado pode ser selecionado do grupo que consiste de: acroleína, crotonaldeído, cinamalaldeído e derivados de cinamalaldeído substituído no anel aromático.

A reação subsequente do dinitro álcool com um segundo aldeído, tal como formaldeído, ocorre após a finalização da reação para formar o nitro álcool foi confirmada (por exemplo, tal como por métodos analíticos conhecido por pessoas de habilidade comum na técnica que inclui, mas não limitado a, cromatografia gasosa cromatografia líquida de alto desempenho). A razão do formaldeído ao dinitro álcool é tipicamente 2:1 para esta etapa de reação sequencial. Novamente, esta reação pode ser realizada com ou sem o solvente, de acordo com a preferência do prático, tal como, sem limitação, tetraidrofurano, 2-metiltetraidrofurano, dioxano.

O composto de dinitro álcool intermediário produzido pela reação de Michael-Henry sequencial descrita acima tem a seguinte fórmula:



em que R é independentemente hidrogênio, alquila, arila ou -CH₂OH; R₁ é independentemente hidrogênio, alquila ou -CH₂OH; alternativamente, R e R₁ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; R₂ é independentemente hidrogênio, metila, alquila, fenila ou fenila substituída; R₃ é independentemente hidrogênio, alquila, fenila ou fenila substituída ou -CH₂OH; R₄ é independentemente hidrogênio, alquila ou -CH₂OH e alternativamente, R₃ e R₄ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila.

Em uma forma de realização particular, o nitroalcano é 2-nitropropano e o aldeído α,β -insaturado é crotonaldeído ou cinamalaldeído, que deve produzir um composto de dinitro mono-álcool.

O intermediário de dinitro álcool, mono- ou poli-álcool, ainda é então reduzido sob condições de hidrogenação na presença de um catalisador adequado para produzir o diamino-álcool desejado que compreende dois grupos amino, cada um dos quais é ligado a um átomo de carbono terciário. Os catalisadores de desidrogenação adequados incluem, sem limitação, níquel de Raney, ou um catalisador com base em platina ou paládio, (por exemplo, platina ou paládio na forma elementar ou como óxidos, com ou sem suportes, por exemplo, carbono). Outros agentes de redução adequados incluem, sem limitação, combinações de metal/ácido, por exemplo, ferro/ácido acético e hidretos de alumínio. Um exemplo de um sistema de catalisador de hidrogenação adequado para o uso de acordo com a presente invenção é gás hidrogênio em combinação com qualquer um de níquel de Raney, platina ou paládio.

A hidrogenação de dinitro álcool para produzir o diamino-álcool pode ser realizada em pressões entre 100 e 1000 libras por polegada quadrada ("psi") (6,89 e 68,95 bar) e temperaturas entre 30 °C e 100 °C. Um solvente pode ser usado, tal como, sem limitação, tetraidrofurano ou metanol.

Os diamino-álcoois da presente invenção são endurecedores

úteis para sistemas de resina epóxi, alguns dos quais são capazes de produzir resinas epóxi curadas com temperaturas de transição vítrea (T_g) maior do que 120 °C. Tais sistemas de resina epóxi curáveis podem ser formados pela mistura de pelo menos uma resina epóxi, os diamino-álcool descritos anteriormente, bem como, opcionalmente, um catalisador, outros endurecedores, agentes de resistência, retardantes de chama e outros aditivos conhecidos e usados por pessoas habilitadas na técnica relevante. O sistema de resina epóxi curável pode ser então curado, por exemplo, sem limitação e dependente do tipo particular de resina epóxi usada e sua aplicação pretendida, pela exposição a temperaturas elevadas, exposição à luz ultravioleta, etc.

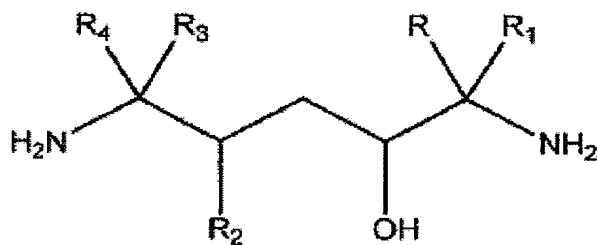
A temperatura de transição vítrea ou T_g, pode ser medida por qualquer método adequado conhecido e praticado por pessoas habilitadas na técnica relevante, incluindo, mas não limitado a, calorimetria de varredura diferencial (DSC) ou análise térmica mecânica dinâmica (DMTA), como pela ASTM D5045.

A medição da temperatura de transição vítrea por DSC pode ser realizada, por exemplo, usando-se um mecanismo de teste Q100 DSC, comercialmente disponível da T.A. Instruments of New Castle, Delaware, USA e ajustada por varreduras de 10 °C/minuto. O tamanho da amostra é tipicamente mantida sob 15 miligramas. Cadinhos herméticos com furos punccionados nas tampas podem ser usados para conter as amostras na célula de DSC. As varreduras de DSC são analisadas quanto à T_g final usando-se metade das tangentes extrapoladas (análise de T_g).

A medição da temperatura de transição vítrea por DMTA pode ser realizada, por exemplo, de acordo com ASTM D5045, em uma frequência angular de 1 Hertz (Hz) e filamento de 0,1 %, série em três amostras retangulares. A faixa de temperatura escolhida para estes exemplos podem estar entre 30 °C e 2800 °C. o tamanho da amostra se tipicamente 17

milímetros (mm) de comprimento, 13 mm de largura e 4 mm de espessura. As amostras são inseridas entre grampos ajustáveis e os grampos são ajustados usando-se uma chave de torque. As amostras são então submetidas a oscilações no modo de torção. As amostras são submetidas a uma inclinação de temperatura dinâmica em 3 °C/minuto. Uma taxa de aquecimento mais lenta pode ser utilizada para manter o equilíbrio térmico e considerar a massa térmica da amostra. A armazenagem e o módulo de perda bem como tangente delta são registrados.

Um sistema de resina curada de acordo com a presente invenção compreende: (a) 35 a 90 % em peso de pelo menos uma resina epóxi e (b) 0,1 a 35 % em peso de um composto de diamino-álcool tendo a fórmula:

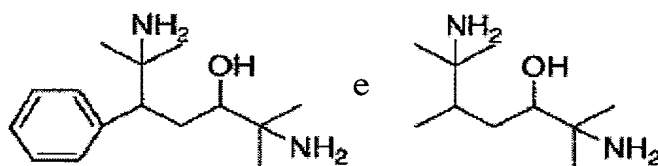


em que R é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₁ é independentemente hidrogênio ou alquila; alternativamente, R e R₁ pode ser ligado junto para formar um cicloalquila; R₂ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₃ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₄ é independentemente hidrogênio ou alquila e alternativamente, R₃ e R₄ pode ser ligado junto para formar um cicloalquila; em que todas as porcentagens em peso são fundamentadas no peso total do sistema de resina curada.

Como é familiar e está dentro da capacidade das pessoas de habilidade comum na técnica relevante, as quantidades até a quantidade estequiométrica do endurecedor de álcool de diamino, relativo a resina de epóxi, são considerados "quantidades efetivas" de acordo com a presente invenção. Mais particularmente, a quantidade estequiométrica do endurecedor de álcool de diamino é calculada pela adição junto do números de equivalentes na base de peso por grupo -NH deslocável no álcool amino

utilizado. Geralmente, como é também entendido pelas pessoas de habilidade comum, uma quantidade menor de um endurecedor de álcool de diamino do peso molecular mais alto será requerido do que de um endurecedor de álcool de diamino do peso molecular inferior. Por exemplo, considerando 35 % em peso de um endurecedor de álcool de diamino derivado de crotonaldeído pode ser adequado para a produção de um sistema de resina de epóxi de acordo com a presente invenção, se um endurecedor de álcool de diamino derivado de cinamaldeído foram usados em vez de, então alguma quantidade menos do que 35 % em peso deve ser apropriado.

Os álcoois de diamino preferidos para o uso como endurecedores nos sistemas de resina de epóxi são aqueles em que a funcionalidade de amina é ligado a um carbono terciário, tal como, por exemplo, compostos da seguinte fórmula:



Estes materiais são obtidos nas duas etapas, como descrito no detalhe anteriormente mencionado, pela reação de um mol de cinamaldeído ou crotonaldeído com dois mols de 2-nitropropano, seguido pela hidrogenação usando um catalisador de níquel de Raney.

Os álcoois de diamino mais efetivos para fornecer os sistemas de resina de epóxi tendo Tg's altas são então R₂ é uma cadeia de alquila ou grupo de fenila e quando R, R₁, R₃ e R₄ são os grupos de metila.

Os álcoois de diamino multifuncionais podem ser usados como um sistema endurecedor para curar uma variedade das resinas epóxi e ultimamente dão os materiais Tg altas (Tg maior do que 140 °C). O Tg relacionados pelos sistemas de resina de epóxi curados que incorporam alguns destes álcoois de diamino, particularmente os adutos de 2-nitropropano, são maiores (por pelo menos 20 °C) do que epóxis contendo endurecedores de

álcool amino convencional. Este é particularmente benéfico nas aplicações de temperatura alta. Além disso, estes materiais curam muito efetivamente e não tem uma densidade alta do grupo de hidroxila, deste modo que atrai menos água e está retorna dá melhor propriedade total do sistema final.

5 A funcionalidade de diamina fornece os locais múltiplos pela cura de uma resina epóxi e, deste modo, permite a reação dos grupos epóxi múltiplos usando um mol do álcool de diamino para produzir diversos novos locais de álcoois secundários no sistema epóxi. Este é benéfico como é amplamente acreditado que os álcoois secundários auxiliam na promoção de adesão ao metal em uma formulação de revestimento epóxi. Sem pretender a ser limitada pela teoria, a funcionalidade de álcool é também acreditado ter um efeito catalítico durante o processo de cura. Similarmente, o controle da estequiometria da resina epóxi a diamina tal que a resina curada mantém uma concentração alta da funcionalidade secundária de amina também é
10 antecipada para intensificar a adesão desta resina as superfícies resultando em uma resina Tg alta fortemente alterada em aplicações onde estas duas propriedades são importantes.

Novamente, sem pretender a ser limitada pela teoria, uma característica notável da presente invenção é que o álcool de diamino da presente invenção tem aminas múltiplas antes do que os grupos de hidroxila múltiplo, como nos compostos amino mais tipicamente usado pelos sistemas epóxi. Este pode fornecer para a cura efetiva da resina e também permite a modificação da cadeia principal do endurecedor de diamina pela mudança do comprimento de cadeia de alquila. Esta técnica também permite a adição de
20 qualquer grupo funcional desejado tal como grupos de fenila, grupos de alquila, grupos de hidroxila e qualquer grau de amina (primária, secundária ou terciária) que deve ser beneficiar no controle de Tg.

Além disso, o método descrito acima da síntese usado na preparação dos álcoois de diamino permite a colocação cuidadosa da

funcionalidade desejada na molécula. Os métodos de síntese permite a criação de diaminas da funcionalidade de amina alta em um compacto completo mas molécula altamente substituída. O valor Tg da resina epóxi curada pode ser mudado pela mudança da natureza da nitro parafina usado para construir as moléculas.

Os álcoois de diamino podem ser usados com qualquer tipo de resina epóxi, que significa, com aquele termo é usado neste, compostos contendo um ou mais grupos de oxirano reativos ($-C_2H_3O$), referido neste como "grupos epóxi" ou "funcionalidade epóxi". As resinas epóxi adequadas incluem aqueles compostos contendo pelo menos um grupo epóxi vicinal. A resina epóxi pode ser saturada ou insaturado, alifático, cicloalifático, aromático ou heterocíclico e pode ser substituído. A resina epóxi também pode ser monomérica ou polimérica.

Mais particularmente, resinas epóxi adequadas para o uso de acordo com a presente invenção incluem, por exemplo sem limitação, epóxidos cicloalifáticos (acíclicos), epóxidos cicloalifáticos modificados com glicóis, resinas novolac fenólicas de epóxi, resinas epóxi (poliepóxi) multifuncionais, resinas epóxi com base em bisfenol A, e resinas epóxi com base em bisfenol F, entre outros, bem como misturas destes.

Os epóxidos cicloalifáticos incluem, por exemplo, diepóxidos dos ésteres de cicloalifáticos dos ácidos dicarboxílicos, tal como bis(3,4-epoxicicloexilmetil)oxalato, bis(3,4-epoxicicloexilmetil)adipato, diepóxido de vinilcicloexeno e diepóxido de diciclopentadieno. As resinas epóxi cicloalifáticas comercialmente disponíveis incluem carboxilato de 3,4-epoxicicloexilmetil-3,4-epoxicicloexano e outras resinas epóxi cicloalifáticas sob as indicações do nome comercial ERL, D.E.R. e D.E.N., todos os disponíveis de The Dow Chemical Company of Midland, Michigan, USA. Também, CELLOXIDO 2021, CELLOXIDO 2021P, EPOLEAD GT301 são resinas epóxi cicloalifáticas comercialmente disponível de Daicel Chemical

Industries, Ltd of Japan. Os epóxidos cicloalifáticos modificados com glicóis incluem, por exemplo, um epóxi alifático modificado com polipropileno glicol, polibutadieno epoxidizado, resina de silicone contendo funcionalidade epóxi, resinas de éster vinílico epóxi, resinas glicidadas, óleos epoxidados, etc. ERL-4299 (bis(3,4-epoxicicloexil) adipato) é comercialmente disponível de The Dow Chemical Company e séries CELLOXIDO 2080 (ε-caprolactona modificado por (3',4'-epoxicicloexano)metil 3',4'-epoxicicloexil-carboxilato) é comercialmente disponível da Daicel Chemical Industries, Ltd.

As resinas novolac fenólicas de epóxi adequadas para o uso na presente invenção incluem, sem limitação, condensados de fenóis com formaldeído que são obtidos sob condições ácidas, tal como fenol novolacs, bisfenol A novolacs e cresol novolacs. Resinas epóxi multifuncionais incluem, por exemplo, sem limitação, éter diglicídico resorcinol (1,3-bis-(2,3-epoxipropoxi)benzeno), triglicidil paminofenol (4-(2,3-epoxipropoxi)-N,N-bis(2,3-epoxipropil)anilina), compostos de poliepóxi com base nas aminas aromáticas e epicloroidrina, tal como N,N'-diglicidil-anilina, N-diglicidil-4-aminofenil, etc. e misturas de tais compostos.

Outras resinas epóxi adequadas para o uso na presente invenção incluem, mas não são limitadas a, 4,4'-diidroxidifenil dimetil metano (isto é, bisfenol A), bis(4-hidroxifenol)metano (isto é, bisfenol F), éter diglicídico de Bisfenol F e outras resinas com base em bisfenil A e bisfenil F. D.E.R. 332, D.E.R. 383 e D.E.R. 331 são as resinas epóxi com base em bisfenol A comercialmente disponível de The Dow Chemical Company. D.E.R. 354 e D.E.R. 354LV são as resinas epóxi com base em bisfenol F também comercialmente disponível de The Dow Chemical Company.

Estes materiais podem ser usados com outros endurecidos e/ou sistemas catalíticos dependendo da aplicação. O material também pode ser usado como um 'endurecedor modificado' ou pré-polímero pela reação deste, inicialmente, com LER (resina epóxi líquida) e então usando o produto de

reação na formulação de resina epóxi final.

Os agentes endurecedores adicionais ou de cura também podem ser incluídos no sistema de resina de acordo com a presente invenção. Os agentes de cura de amida e/ou amina adequados incluem aqueles compostos que contém uma porção de amina primária e compostos que contém duas ou mais amina secundária primária ou porções de amida ligado a uma porção orgânica central comum. Exemplos de agentes de cura contendo amina adequada incluem álcoois amino, etileno diamina, dietileno triamina, polioxipropileno diamina, trietileno tetramina, diciandiamida, melamina, cicloexilamina, benzilamina, dietilanilina, metilenodianilina, m-fenilenodiamina, diaminodifenilsulfona, 2,4 bis(p-aminobenzil)anilina, piperidina, N,N-dietil-1,3-propano diamina e outros e adutos solúveis de aminas e poliepóxidos e seus sais. Agentes de cura de amida adequados incluem a diciandiamida e poliamidoaminas. Poliamidoaminas são tipicamente o produto de reação de um poliácido e uma amina.

Adicionalmente, agentes de cura de tiol podem ser usados com a presente invenção. Como usado neste, "tiol" também inclui politiol e agentes de cura de polimercaptano. Tióis adequados incluem, mas não são limitadas a, tióis alifáticos tal como metanoditiol, propanoditiol, cicloexanoditiol, 2-mercaptoetil-2,3-dimercaptossuccinato, dietileno glicol bis(2-mercaptoacetato), pentaeritritol tris(tioglicolato), tióis aromáticos tal como di-, tris-, ou tetra-mercaptobenzeno, dimercaptobifenol, toluenoditiol, entre outros.

Os aceleradores adicionais, ou catalisadores, podem ser adicionados a composição de resina epóxi. Os aceleradores incluem aqueles compostos que catalisam a reação da resina epóxi com o agente de cura. Os aceleradores são compostos contendo amina, fosfina, nitrogênio heterocíclico, amônio, fosfônio, arsênio ou porções de sulfônio. Exemplos incluem imidazol, imidazolidinas e imidazolina. Outros catalisadores incluem

iniciadores de radical livre, tal como azo compostos, incluindo azoisobutironitrila e peróxidos orgânicos, tal como perbenzoato de butila terciária, peroctato de butila terciária, peróxido de metil etil cetona, peróxido de acetoacético e peróxido de benzoila, entre outros.

5 O sistema de resina de acordo com a presente invenção ainda pode compreender aditivos retardantes de chama incluindo, sem limitação, aditivos bromidatos tal como tetrabromobisfenol A (TBBA) e derivados destes e bromidatos de não aditivos tal como compostos derivado de DOP (9,10-diidro-9-oxa-10-fosfafenantreno 10-óxido), por exemplo, DOP-
10 hidroquinona, produtos de condensação de DOP com éter glicidílico, derivados de novolacs e retardantes inorgânicos tal como triidrato de alumínio e fosfinito de alumínio.

O sistema de resina de acordo com a presente invenção ainda pode compreender agentes endurecedores para a redução de fragilidade no
15 sistema de resina curado. Os agentes endurecedores incluem, mas não são limitadas a, compostos de borracha, copolímeros de bloco (por exemplo, copolímeros de bloco anfifílicos), butadieno terminado de carboxila, agentes endurecedores com base em polissulfeto, butadieno nitrila terminado de amina e politioéteres. Como é bem conhecido e entendido pelas pessoas de
20 habilidade comum na técnica, agentes endurecedores podem estar presentes nos sistemas de resina de epóxi em quantidades entre 0,1 e 30 % em peso, com base no peso total do sistema de resina.

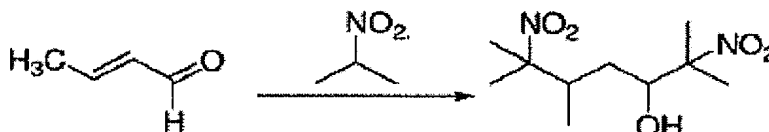
Os aditivos conhecidos e convencionais e enchedores também podem ser incluídos no sistema de resina da presente invenção. Tais aditivos e
25 enchedores podem incluir, por exemplo, ácido bórico, sílica, vidro, talco, pós metálicos, agentes umectantes, pigmentos, agentes de coloração, agentes de liberação modelo, agentes de ligação, varredores de íon, estabilizadores UV, agentes de flexibilização e agentes espessantes. Estes também podem incluir outras resinas tal como resinas de poliol, resinas de poliésteres, resinas

fenólicas, bem como outros agentes tal como pela redução da viscosidade e estabilização, como são bem conhecidos na indústria.

EXEMPLOS

Exemplo 1

5 Síntese de 2,5,6-trimetil-2,6-dinitroheptan-3-ol
(intermediário de dinitro álcool)



Um frasco de fundo redondo de 3 bocas equipado com uma barra de agitação, termoligação, funil de gotejamento coberto com a entrada de nitrogênio e o condensador foi carregado com 2-nitropropano ("2-NP") (50 g, 0,56 mols, 5,0 equivalentes) e quantidade catalítica de DBU. A solução amarela foi misturada sob nitrogênio por cerca de trinta minutos. Para esta mistura foi adicionado crotonaldeído (7,9 g, 9,2 mL, 0,112 mols, 1,0 equivalente) às gotas em um período de vinte minutos. A adição de crotonaldeído foi feito em três condições diferentes, como seguem e todos destes produziram os mesmos resultados.

Condições:

A: Adição às gotas de crotonaldeído quando a mistura 2-NP/DBU está a -30 °C e aquecido em temperatura ambiente.

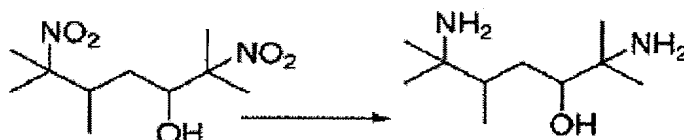
20 B: Adição às gotas de crotonaldeído quando a mistura 2-NP/DBU está a 20 °C e aquecido em temperatura ambiente.

C: Adição às gotas de crotonaldeído quando a mistura 2-NP/DBU está em temperatura ambiente

Em cada caso, após adição completa, a reação foi agitada por aproximadamente 5 a 6 horas em temperatura ambiente. Durante este período, sólido branco retirado da solução. Neste ponto, a análise GC mostrou a ausência de qualquer crotonaldeído na mistura de reação. Após deixar a mistura de reação agitar durante a noite em temperatura ambiente e sob

nitrogênio, o sólido branco foi isolado pela filtração à vácuo e o sólido foi lavado em toda parte com água. O sólido foi secado em ar, seguido pela secagem à vácuo, a 45 °C. O rendimento total do álcool nitro desejado foi 72 % (27,8 g). O teste de ressonância magnética nuclear ("RMN") e cromatografia líquida (LC) mostrou que o produto foi > 99 % puro. ¹H RMN (CDCl₃): δ 0,82-1,56 (m, 18H), 4,02-4,07 (m, 1 H), ¹³C RMN (CDCl₃): a 14,1, 20,7, 22,5, 23,1, 23,6, 33,5, 37,9, 73,1, 91,8 e 92,1 ppm. A reação também foi realizada com razão molar menor do aldeído insaturado ao nitroalcano. Os resultados similares foram obtidos ao exemplo acima, quando uma razão de aldeído insaturado ao nitroalcano foi 1:2,9.

Síntese de 2,6-diamino-2,5,6-trimetileptan-3-ol
(diamino-álcool)

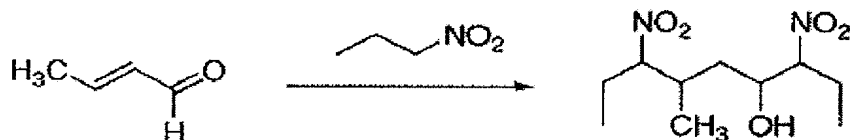


25 g do álcool nitro acima foi dissolvido em 200 mL de metanol e hidrogenado sob autoclave a 60 °C usando 14,2 g de RaNi 3111 como um catalisador e a pressão 600 psi. Após o trabalho que inclui a filtração do catalisador e remoção de metanol, aproximadamente 11 g (59 % de rendimento) do líquido incolor/verde claro viscoso inferior foi obtido. RMN e análise de espectroscopia de massa da cromatografia de gás ("GC-MS") confirmou a presença do álcool amino desejado. A espectrometria de massa de ionização química Cl-MS mostrou [M+H] = 189 e GC mostrou que a pureza do material a ser 94 %. O ponto de ebulição do material foi aproximadamente 110 °C a 120 °C a 0,5 a 1,5 torr. ¹H RMN (CDCl₃): δ 0,48-1,22 (m, 18H), 2,84-2,89 (m, 1H), ¹³C RMN (CDCl₃): δ 16,8, 25,2, 27,9, 30,8, 34,7, 42,2, 51,8, 52,8 e 77,3 ppm.

O produto do diamino-álcool deste exemplo 1 é rotulado "CROT-AMP-NH₂" na tabela abaixo.

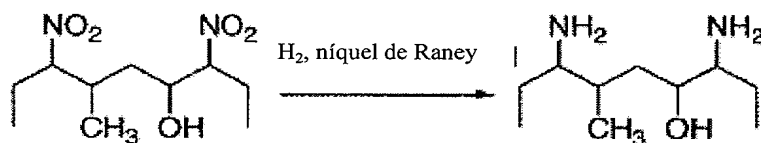
Exemplo 2

Síntese de 6-metil-3,7-dinitrononan-4-ol
(intermediário de dinitro álcool)



Um frasco de fundo redondo de 3 bocas equipado com uma barra de agitação, termoligação, funil de gotejamento coberto com entrada de nitrogênio e o condensador foi carregado com 2-Nitropropano (50 g, 0,56 mols, 5,0 equivalentes) e quantidade catalítica de DBU. A solução amarela profunda foi misturada sob nitrogênio por cerca de trinta minutos. Para esta mistura foi adicionada crotonaldeído (7,9 g, 9,2 mL, 0,112 mols, 1,0 equivalente) às gotas em um período de vinte minutos. A adição de crotonaldeído neste caso foi feito em temperatura ambiente e durante a adição, exotermia de cerca de 12 °C a 15 °C foi observada. Após adição completa, a reação foi agitada em temperatura ambiente por 6 horas. Neste ponto, a análise GC mostrou a ausência de crotonaldeído a partir da mistura. A reação foi deixada agitar em temperatura ambiente durante a noite e análise de cromatografia líquida de alto desempenho (HPLC) mostrou a presença de apenas dois picos que correspondem ao 1-NP no qual está em excesso e o produto desejado (aduto 1 CA + 2NP). O excesso 1-NP foi removido pela destilação à vácuo e o líquido viscoso laranja resultante foi submetido a hidrogenação. Este material foi de cerca de 37,2 g de peso total entretanto ainda tem algum 1-NP remanescente.

Síntese de 3,7-diamino-6-metilnonan-4-ol
(intermediário de diamino-álcool)



37,2 g do álcool nitro acima foi dissolvido em 50 mL de metanol e hidrogenado sob hidrogênio na autoclave a 60 °C, usando 14,3 g de

RaNi 3111 como um catalisador e na pressão 600 psi. Após o trabalho que inclui a filtração do catalisador e remoção de metanol, aproximadamente 18 g (64 % de rendimento) do líquido amarelo viscoso inferior foi obtido. A análise GC-MS confirmou a presença do álcool amino desejado. Cl-MS mostrou $[M+H] = 189$ e GC mostrou que a pureza do material a ser 50 %. Os restantes foram os materiais de ebulição inferiores.

Exemplo 3

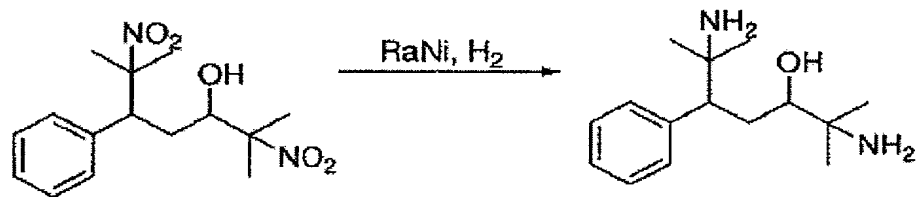
Síntese de 2,6-dimetil-2,6-dinitro-5-fenileptan-3-ol
(intermediário de dinitro álcool)



Um frasco de fundo redondo de 3 bocas equipado com uma barra de agitação, termoligação, funil de gotejamento coberto com entrada de nitrogênio e o condensador foi carregado com 2-Nitropropano (101,1 g, 1,14 mols, 6,0 equivalentes) e quantidade catalítica de DBU. A solução amarela foi misturada sob nitrogênio por cerca de vinte minutos. Para esta mistura foi adicionado trans-cinamaldeído (25,0 g, 0,19 mols, 1,0 equivalente) às gotas em um período de vinte minutos. Durante a adição de trans-cinamaldeído a nitro parafina, um exotermia de aproximadamente 22 °C foi observado. Após adição completa, a mistura de reação foi aquecida a 50 °C por 4 horas. Após o período de aquecimento, a mistura foi deixada esfriar levemente em temperatura ambiente. Quando uma temperatura de mistura de reação atingiu 36,8 °C, um sólido amarelo claro retirado da solução. O sólido foi filtrado através de um funil Buchner e lavado em toda parte com pentano e éter. O pó branco foi deixado secar sob vácuo por 1 hora. O rendimento total do álcool nitro desejado foi 62 % (36 g). RMN mostrou que o produto foi > 99 % puro. ^1H RMN (CDCl_3): δ 1,45-2,27 (m, 15H), 3,52-3,54 (m, 1H), 3,67-3,74 (m, 1H), 7,17-7,34 (m, 5H), ^{13}C RMN (CDCl_3): a 20,8, 22,4, 23,2, 25,8, 31,3,

50,3, 72,9, 91,5, 91,6, 128,1, 128,7, 129,4, 136,6 ppm.

Síntese de 2,6-diamino-2,6-dimetil-5-fenileptan-3-ol
(diamino-álcool)



50 g do álcool nitro acima foi dissolvido em 300 ml de metanol e hidrogenado na autoclave a 60 °C usando 24,3 g de RaNi 3111 como um catalisador e na pressão 600 psi. Após o trabalho que inclui a filtração do catalisador e remoção de metanol, aproximadamente 40 g (68 % de rendimento) do líquido incolor/amarelo claro viscoso alto foi obtido. RMN e Análise GC-MS confirmou a presença do álcool amino desejado. Cl-MS mostrou [M+H] = 251 e GC mostrou que a pureza do material a ser 78 % reto a partir da autoclave. O restante do material visto ser monoaduto obtido da reversão da reação de Henry. A mistura foi purificada pela destilação à vácuo aproximadamente 96,2 % de pureza do material desejado foi obtido. O ponto de ebulição do material foi aproximadamente 145 °C-155 °C a 0,9-1,1 torr, ¹H RMN (CDCl₃): δ 0,91-0,99 (m, 12H), 1,67-1,81 (m, 3H), 2,71-2,76 (m, 2H), 7,08-7,23 (m, 5H), ¹³C RMN (CDCl₃): δ 24,6, 27,9, 28,3, 29,8, 31,6, 51,8, 52,6, 54,2, 75,9, 126,3, 127,8, 129,4, 142,0 ppm.

O produto do diamino-álcool deste exemplo 3 é rotulado "CINNAM-AMP-NH₂" na tabela abaixo.

Exemplo 4

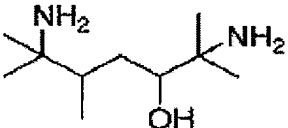
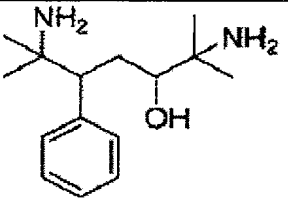
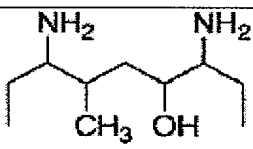
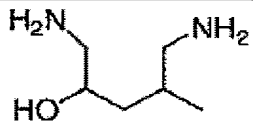
Formulação de Epóxi

Abaixo (Tabela) é o resumo do perfil de cura e dados de temperatura de transição de vidro. Os materiais que tem as aminas em um carbono terciário tem valor Tg altos. O material com o anel aromático tem o Tg mais alto do material avaliado. Este trabalho foi realizado usando calorimetria de varredura diferencial não isotérmica (DSC).

O DSC tem extensivamente usado para estudar os cinéticos de cura de tais sistemas epóxi pelo estudo do fluxo de calor as amostras como uma função de temperatura Dow D.E.R.TM 331 foi usado como uma resina de matriz. É uma resina de propósito geral amplamente usado na indústria e considerado como um bom ponto de partida para os estudos preliminares. Os termogramas DSC foram obtidos para a resina e misturas endurecidas. A maneira exotérmica pode ser usada como uma indicação da observação do progresso da reação. Uma vez a reação de cura é feita, a parte pode ser esfriada e outro DSC realizado pode ser realizado para observar o Tg. As análises DSC foram realizadas usando os instrumentos de calorimetria de varredura diferencial TA Model Q100. O instrumento foi conectado a um sistema de esfriamento refrigerado e autoamostrador. 10 a 20 mg da mistura viscosa uniforme pré-misturada foi colocada em volume alto (100 µL) no cadinho de aço inoxidável e selado com uma tampa. O cadinho de amostra foi colocada na célula da amostra DSC em temperatura ambiente e um cadinho vazio também foi colocado na célula de referência DSC. O aquecimento foi feito em uma faixa de temperatura ambiente a 250 °C com as taxas de aquecimento de 10 °C/min sob gás de purgação de nitrogênio. As quantidades estequiométricas dos agentes de cura foram usados e foram calculados através de um número de hidrogênio de amina ativo. Alguns dos endurecedores comerciais usados com D.E.R. 331 (exemplos comparativos) são os seguintes valores Tg:

D.E.R. 24 (Tg: 129,5 °C); Trimetil Hexano diamina -TMD (Tg: 104 °C); Aminoetilpiperazina -AEP (Tg: 106 °C); IPD ((Tg: 147 °C); Cicloexano Bis(metilamina) (Tg: 130 °C); Dytek A ((Tg: 104 °C); Encamina MCA (Tg: 62 °C);

Tabela

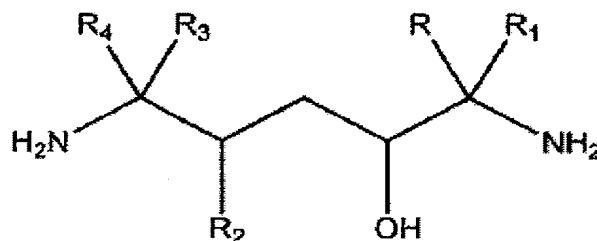
Molécula (Estrutura)	Tg (°C)	Exotermia -1 (°C)	Exotermia -2 (°C)
 Crot-AMP-NH₂	142	118	187
 Cinnam-AMP-NH₂	144	128	207
 1-NP Derivado	108	123	175
 NM derivado	78	99	114

REIVINDICAÇÕES

1. Sistema de resina curada, caracterizado pelo fato de que compreende:

(a) 35 a 90 % em peso de pelo menos uma resina epóxi e

(b) 0,1 a 35 % em peso de um composto de diamino-álcool tendo a fórmula:



em que R é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₁ é independentemente hidrogênio ou alquila; alternativamente, R e R₁ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; R₂ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₃ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₄ é independentemente hidrogênio ou alquila e alternativamente, R₃ e R₄ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; em que todas as porcentagens em peso são fundamentadas no peso total do sistema de resina curada.

2. Sistema de resina curada de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a dita pelo menos uma resina epóxi compreende uma mistura de pelo menos duas resinas epóxi.

3. Sistema de resina curada de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o dito sistema de resina curada tem uma temperatura de transição vítrea maior do que 120 °C.

4. Sistema de resina curada de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o dito composto de diamino-álcool é o produto reduzido de 2-nitropropano e um aldeído selecionado do grupo que consiste de crotonaldeído e cinamaldeído.

5. Sistema de resina curada de acordo com a reivindicação 1,

caracterizado pelo fato de que R, R₁, R₃ e R₄ são, cada um, alquila e R₂, é metila ou fenila e em que o dito sistema de resina curada tem uma temperatura de transição vítrea maior do que 120 °C.

6. Sistema de resina curada de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a dita pelo menos uma resina epóxi é um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de: epóxidos cicloalifáticos (acíclicos), epóxidos cicloalifáticos modificados com glicóis, resinas novolac fenólicas de epóxi, resinas epóxi (poliepóxi) multifuncionais, resinas epóxi com base em bisfenol A, resinas epóxi com base em bisfenol F e misturas destes.

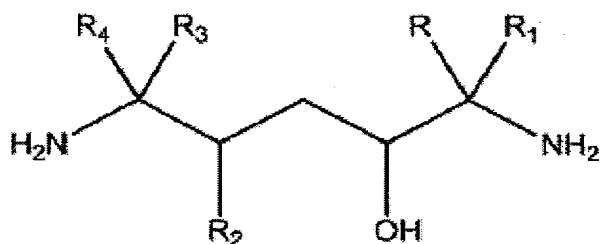
7. Sistema de resina curada de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que ainda compreende um ou mais dos seguintes: um catalisador, um endurecedor adicional, um enrijecedor, um aditivo retardador de chama, um enchedor e uma resina não epóxi.

8. Método para preparar um sistema de resina curável, caracterizado pelo fato de que compreende misturar:

a) 35 a 65 % em peso de pelo menos uma resina epóxi e

b) 0,1 a 35 % em peso de um composto de diamino-álcool

tendo a fórmula:



em que R é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₁ é independentemente hidrogênio ou alquila; alternativamente, R e R₁ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; R₂ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₃ é independentemente hidrogênio, alquila ou arila; R₄ é independentemente hidrogênio ou alquila e alternativamente, R₃ e R₄ podem ser ligados juntos para formar um cicloalquila; em que todas as

porcentagens em peso são fundamentadas no peso total do sistema de resina curada.

5 9. Método de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o dito sistema de resina curável tem uma temperatura de transição vítrea maior do que 120 °C após a cura.

10 10. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o dito composto de diamino-álcool é o produto reduzido de 2-nitropropano e um aldeído selecionado do grupo que consiste de crotonaldeído e cinamaldeído.

11. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que R, R₁, R₃ e R₄ são, cada um, alquila e R₂, é metila ou fenila e em que o dito sistema de resina curável tem uma temperatura de transição vítrea maior do que 120 °C após a cura.

15 12. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que a dita pelo menos uma resina epóxi é um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de: epóxidos cicloalifáticos (acíclicos), epóxidos cicloalifáticos modificados com glicóis, resinas novolac fenólicas de epóxi, resinas epóxi (poliepóxi) multifuncionais, resinas epóxi com base em bisfenol A, resinas epóxi com base em bisfenol F e misturas destes.

RESUMO

“SISTEMA DE RESINA CURADA, E, MÉTODO PARA PREPARAR UM SISTEMA DE RESINA CURÁVEL”

5 Uma nova classe de compostos, isto é, diamino-álcoois, é descrito, junto com um processo para a sua produção e seu uso como endurecedores ou agentes de cura, para sistemas de resina epóxi, alguns dos quais tendo temperaturas de transição vítrea, Tgs, tais como maiores do que cerca de 120 °C.