

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 394 553**

51 Int. Cl.:

**C08G 59/18** (2006.01)

**C08G 59/50** (2006.01)

**C08G 59/56** (2006.01)

**C08G 59/62** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.12.2008 E 08864160 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **01.09.2010 EP 2222747**

54 Título: **Fenalcamina y mezclas de aminas saladas como agentes de curado para resinas epoxi**

30 Prioridad:

**19.12.2007 US 14823 P**

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

**01.02.2013**

73 Titular/es:

**COGNIS IP MANAGEMENT GMBH (100.0%)  
HENKELSTR. 67  
40589 DÜSSELDORF, DE**

72 Inventor/es:

**SATO, SETSUO;  
SHAH, SHAILESH, C.;  
BUENO, RAMIRO, CARIELO;  
MOON, ROBERT, M. y  
FERREIRA, ARNALDO**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

ES 2 394 553 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Fenalcamina y mezclas de aminas saladas como agentes de curado para resinas epoxi

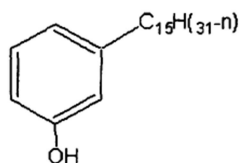
Campo de la Invención

5 La invención se relaciona de manera general con fenalcamina y mezclas de aminas saladas, y más particularmente, con fenalcamina y mezclas de aminas saladas como agentes de curado de resinas epoxi adecuadas para curar las resinas epoxi bajo condiciones de curado a baja temperatura.

Estado de la Técnica

10 Las fenalcaminas son agentes de endurecimiento epoxi comprendidos de cardanol, formaldehído, y una diamina orgánica. El cardanol se produce a partir del Líquido de Cáscara de Nuez de Anacardo (CNSL). Se puede producir fenalcamina por medio de una reacción Mannich para producir un polímero de bajo peso molecular al condensar un mol de alquil fenol, dos moles de formaldehído y dos moles de una poliamina. La poliamina puede ser aromática o alifática. Comercialmente, se utilizan etileno diamina y dietilenotriamina para producir Cardolita NC541 y Cardolita NC 540, respectivamente.

15 Las fenalcaminas son productos de la reacción (productos de condensación) de cardanol (I), que, químicamente, es un alquilfenol C15 y un constituyente principal del aceite que se puede obtener a partir de CNSL, con aminas alifáticas (primarias o secundarias) y formaldehído.



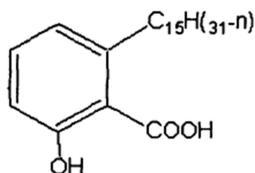
Cardanol (I)

En donde  $n = 0, 2, 4, 6$  (2 veces el número de enlaces dobles).

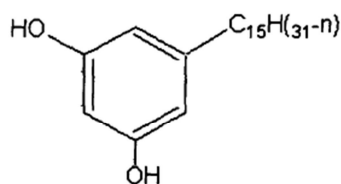
20 La etapa de condensación se lleva a cabo al agregar primero formaldehído a la reacción, en el presencia de por lo menos una cantidad catalítica de una amina, produciendo por lo tanto un pre-polímero metilol alquil fenol C15, seguido por condensación con una poliamina, que libera agua. La temperatura durante síntesis debe ser menor de  $90^{\circ}\text{C}$  para minimizar el desarrollo del color.

25 Se puede encontrar información adicional de las fenalcaminas en la publicación: Zhishen Dat et al., "Phenalkamines: Multipurpose Epoxy Curing Agent"; Cardolite Corporation, Newark, New Jersey, USA; Reprint EPI-ERF Conference, Septiembre 1994.

30 El CNSL crudo contiene predominantemente ácido anacárdico (II). La destilación de CNSL en el presencia de ácido da una composición que contiene principalmente cardanol y, como un producto secundario, cardol (III), ver, por ejemplo, Patente Estadounidense No. 6,262,148, y Patente Estadounidense No. 6,229,054. Se ha encontrado que la destilación del CNSL crudo proporciona una composición que contiene principalmente cardanol y, como un producto secundario, cardol y cantidades pequeñas de 2-metil cardol y ácido anacárdico.



Ácido anacárdico (II)



Cardol (III)

La mezcla de cardanol/cardol así obtenida tiene tres desventajas técnicas:

(1) producción mediante destilación del CNSL crudo implica pérdidas de parte del cardanol a través de la polimerización de tal manera que, finalmente, el rendimiento de cardanol en el destilado es solo 50-60 %;

5 (2) inicialmente la mezcla de cardanol/cardol amarillenta pálida cambia durante el almacenamiento, rápidamente se torna de color marrón, que se atribuye a la presencia de cardol; y

(3) productos resultantes de la mezcla de cardanol/cardol también experimentan cambios indeseados en el color durante el almacenamiento.

10 El producto resultante es efectivo como un endurecedor epoxi, pero tiene un color oscuro, con base en la escala de Gardner, de más de 12. El color oscuro en el producto existente se debe a impurezas, que incluyen cardoles (un dihidroxi alquil fenol) que conduce a polimerización rápida y reacciones de oxidación, que generan cuerpos de color precursores, ya sea durante almacenamiento o durante la fabricación de la fenalcamina. Los procesos de fabricación actuales no separan las impurezas de cardol en un nivel satisfactorio en el que no ocurre oscurecimiento. Adicionalmente, a bajas temperaturas, es decir, 0°Celsius, es lenta la velocidad del curado.

15 El documento US 4 751 278 A está dirigido a aductos de monoepóxidos con diaminas que son útiles como agentes de curado para composiciones de resina epoxi a muy baja temperatura (de - 4°C a 10°C) (ver columna 2, l.57 a columna 3, l.16). El ejemplo 5 describe tres composiciones distintas de estos agentes de curado que son:

- una fenalcamina (NC-540),

- otra fenalcamina (NC-541) o

20 - un aducto preparado a partir de 0,85 moles de butil glicidil éter (0,85 de eq. de epoxi bloquea la amina primaria) y 1 mole de mxililendiamina (2 equivalentes de amina primaria), la composición contiene 0,8 partes en peso de ácido salicílico (0,03 equivalentes de ácido).

Subsiste una necesidad de agentes de curado de resina epoxi que curan efectivamente a temperaturas reducidas.

#### DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

25 En el resumen descrito, de acuerdo con un aspecto de la invención, un agente de curado para resinas epoxi incluye: una mezcla de fenalcamina con una poliamina salada o un aducto epoxi de poliamina salada para formar un agente de curado para una resina epoxi, en donde se bloquean por lo menos un tercio de los grupos amina primarios de la poliamina salada o el aducto epoxi de poliamina salada.

30 De acuerdo con otro aspecto de la invención, un método para elaborar un agente de curado para resinas epoxi, incluye las etapas de: proporcionar una fenalcamina, y mezclar la fenalcamina con una poliamina salada o un aducto epoxi de poliamina salada para formar un agente de curado para una resina epoxi, en donde se bloquean por lo menos un tercio de los grupos amina primarios de la poliamina salada o el aducto epoxi de poliamina salada.

35 Como se utiliza aquí, los términos "comprende", "que comprende", "incluye", "que incluye", "tiene", "que tiene", o cualquier otra variación de los mismos, significa que se pueden incluir otros elementos o componentes. Por ejemplo, un proceso, método, artículo, o aparato que comprende una lista de elementos no se limita necesariamente a los elementos mencionados expresamente, pero pueden incluir otros elementos inherentes, o no expresamente mencionados, para dichos procesos, métodos, artículo, o aparato. Adicionalmente, a menos que se indique expresamente lo contrario, el término "o" se refiere a un "o" inclusivo y no a un "o" exclusivo. Por ejemplo, la condición A "o" B se satisface por uno cualquiera de los siguientes: A es verdadero (incluido) y B es falso (omitido);

40 A es falso (omitido) y B es verdadero (incluido); y A y B son verdaderos (ambos incluidos).

Los términos "un" o "uno" como se utiliza aquí son para describir elementos y componentes de la invención. Esto se hace para conveniencia del lector y para proporcionar un sentido general de la invención. El uso de "un" o "uno" se debe entender que incluye uno o por lo menos uno. Adicionalmente, el singular también incluye el plural, a menos que se indique lo contrario. Por ejemplo, la referencia a una composición que contiene "un compuesto" incluye por lo menos uno o más compuestos.

De acuerdo con un aspecto de la invención, las fenalcaminas se preparan con cardanol sustancialmente puro. El cardanol se prepara al retirar sustancialmente los oligómeros (con pesos moleculares de 1,000 a 3,000) del CNSL crudo mediante destilación, que incluye destilación de ruta corta simple (terminación rápida del proceso para suprimir o minimizar los procesos secundarios, tal como polimerización u oxidación). Durante destilación, aproximadamente 15 % a 20 % en peso del CNSL se retira en la forma de oligómeros.

La destilación de ruta corta se puede conducir como sigue. Etapa 1: primeras series de 2 % a 5 % en peso (con base en el CNSL utilizado) se retiran a temperaturas de 150°C a 200°C y a presiones de 1-5 mmHg, seguido por una fracción principal a temperaturas de 220°C a 260°C y presiones de 1-5 mmHg. Esta fracción principal (el destilado de la etapa 1) se denomina como cardanol crudo. Etapa 2: El destilado de la Etapa 1 se hace reaccionar con ácido bórico ( $H_3BO_3$ ), para convertir los fenoles dihidricos presentes en los ésteres de ácido bórico correspondientes. La relación molar del cardanol crudo de la Etapa 1 a ácido bórico se puede ajustar a una relación de 3:0.07 a 3:0.1. La temperatura de la reacción se puede ajustar a un rango de aproximadamente 120°C a aproximadamente 150°C. El tiempo de reacción está entre 30 y 90 minutos. El agua formada durante la reacción se puede retirar continuamente del sistema. La cantidad de ácido bórico utilizado es una cantidad estequiométrica en relación con los cardoles presentes en el cardanol crudo de la Etapa 1. Etapa 3: La mezcla de la Etapa 2 se somete a destilación en la que los constituyentes de baja ebullición se retiran, y los ésteres de ácido bórico de relativamente alto peso molecular permanecen en el residuo. La destilación se puede conducir in vacuo bajo las condiciones de una destilación de ruta corta o una destilación fraccional convencional.

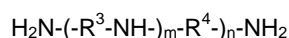
Si se desea, la fracción principal de la Etapa 3 se puede tratar con cantidades pequeñas de adsorbentes y/o agentes de reducción. Ejemplos de agentes de reducción adecuados incluyen, pero no se limitan a: hidrosulfito de sodio ( $Na_2S_2O_4$ ), metabisulfito de sodio ( $Na_2S_2O_5$ ), borohidruro de sodio ( $NaBH_4$ ), hidruro de aluminio y litio ( $LiAlH_4$ ), cloruro de estaño ( $SnCl_2$ ) o silicato de magnesio. Ejemplos de adsorbentes adecuados incluyen, pero no se limitan a, silicato de magnesio, o compuestos químicamente equivalentes. La cantidad de adsorbentes o agentes de reducción utilizados puede ser de 0.1 % a 5 % en peso (con base en la fracción principal obtenida en la Etapa 3).

Alternativamente, el destilado en la Etapa 2 se puede hacer reaccionar con anhídrido acético, para unir los cromóforos indeseados. La cantidad de anhídrido acético utilizado puede ser de aproximadamente 1 % a 5 % en peso, con base en el destilado, y la temperatura de la reacción se puede ajustar de aproximadamente 50°C a 70°C. El ácido acético formado se puede retirar continuamente (retirado) del sistema. La mezcla resultante se somete a destilación fraccional.

Se puede utilizar una columna de fraccionamiento con más de 6 placas teóricas para destilación fraccional. En una realización, se utiliza una columna de fraccionamiento típica con un cabezal, sección rectificante, placa de carga, sección de extracción e inferior para la destilación fraccional continua. Los cardanoles se retiran en el extremo superior (cabezal) de la columna, y los cardoles en el extremo inferior (inferior). Con el fin de evitar sobrecalentamiento, la destilación se lleva a cabo a temperaturas que varían de 180°C- 210°C/0.5-1.5 mmHg en el cabezal de la columna de fraccionamiento y 230°C-260°C/1.5-3 mmHg en el extremo inferior de la columna. La corriente de producto en el extremo inferior de la columna contiene una fracción que es rica en cardoles y contiene solo cantidades pequeñas de cardanoles y ésteres de ácido acético.

Los cardanoles utilizados de acuerdo con un aspecto de la invención tienen una pureza mayor de 98 %, en donde están presentes los cardoles a menos de 0.2 %. Al utilizar cardanoles de alta pureza que son sustancialmente libres de cardoles, en combinación con una poliamina salada o un aducto epoxi poliamina, la viscosidad es menor debido a la cantidad reducida de cardoles presentes.

De acuerdo con un aspecto de la invención, las poliaminas pueden tener cualquier amina que tiene dos o más funcionalidades de amina primarias, que incluyen los compuestos que tienen funcionalidades de amina secundarias además de dos o más grupos amina primarios. Las diaminas y poliaminas adecuadas se representan por la fórmula:



en donde  $R^3$  y  $R^4$  son grupos de hidrocarbilo divalentes, con 2 a 20 átomos de carbono, y m y n son enteros que varían de 0 a 5, en donde m + n es igual a por lo menos 1. Los grupos hidrocarbilo pueden ser grupos alquileo lineales o ramificados, grupos cicloalifáticos o contener grupos aromáticos, dado que las aminas adheridas son aminas alifáticas primarias o secundarias.

Ejemplos de diaminas y poliaminas incluyen, pero no se limitan a: etilenoaminas tal como 1,2-etanodiamina (EDA), N-(2-aminoetil)-1,2-etanodiamina (DETA), N,N-bis(2-amino-etil)-1,2-etanodiamina (TETA), N-(2-aminoetil)- N'-[(2-amino-etil)amino-etil]-1,2-etanodiamina (TEPA), aminoetilpiperazina, y polietilenopoliaminas mayores, 1,3-bencenodimetanamina (MXDA- metaxilileno diamina); 1,3-ciclohexanodimetanamina (1,3-BAC); 1,2-diaminociclohexano (DACH); norbomanodiamina; isoforona diamina; 5-amino-1,3,3-trimetilciclo-hexanometanamina (IPDA); trimetilhexametilendiamina (TMD); 1,3-pentanediamina (DYTEK™ EP); 2-metil-1,5-pentanediamina (DYTEK™A); 1,6-hexanodiamina (HMDA) y 4,4'-diaminodiecilohexilmetano (PACM).

Los materiales funcionales epoxi adecuados para preparar los aductos epoxi poliamina incluyen, pero no se limitan a: Resinas epoxi bisfenol A, que incluye el diglicidil éter de Bisfenol-A con pesos equivalentes de epoxi que varían de 170-525; resinas epoxi de Bisfenol F, que incluye el diglicidil éter de Bisfenol F con pesos equivalentes de epoxi que varían de 156-190; resinas novolac epoxi Bisfenol F; resinas novolac epoxi cresol; y diversos "diluyentes" epoxi reactivos mono-, di- y tri-funcionales tal como butil glicidil éter, alquil glicidil éteres C<sub>8-10</sub>, alquil glicidil éteres C<sub>12-13</sub>, alquil glicidil éteres C<sub>12-14</sub>, cresil glicidil éter, 1,4-butanediol diglicidil éter, neopentilglicol diglicidil éter, y resorcinol diglicidil éter. Los materiales funcionales epoxi se hacen reaccionar con una diamina o poliamina, para formar un aducto epoxi poliamina. La reacción se puede conducir a una temperatura de 20°C a 80°C o mayor, depe ndiendo de la selección de reactivos. Los aductos se pueden preparar mediante métodos convencionales.

Las aminas saldas útiles como modificadores de agentes de curado epoxi para las fenalcaminas son aquellas en donde por lo menos un tercio de los grupos amina primarios se bloquean al reaccionar con un epoxi, o se "salan" al agregar un grupo donante de hidrógeno ácido. Esta modificación de un agente de curado epoxi amina funcional se ha encontrado que es muy resistente para la reacción con dióxido de carbono atmosférico y humedad para producir los bicarbonatos o carbamatos caracterizado como el manto de amina indeseable. Estos agentes de curado también exhiben respuesta de cura rápida cuando reacciona con resinas epoxi y otros materiales epoxifuncionales, y que al seleccionar los componentes apropiados, los sistemas exhiben excelentes características de cura a temperaturas significativamente menores de lo que se logró previamente. Si un aducto de amina producido por la reacción de diaminas y/o polilaminas con una resina epoxi u otros materiales epoxi funcionales se hace reaccionar adicionalmente con suficientes grupos donantes de hidrógeno ácido para bloquear o "sal", por lo menos un tercio, y, alternativamente, puede ser aproximadamente la mitad, de la mayor parte o todos los grupos amina primarios restantes, el agente de curado así producido tampoco exhibe reacción con dióxido de carbono atmosférico y humedad, y también exhibe excelentes características de cura a temperatura baja.

Los agentes de curado de la invención están presentes en una cantidad efectiva para curar la resina epoxi. Debido a los índices rápidos de cura proporcionados por los agentes de curado de la invención, no se requieren aceleradores, pero se pueden utilizar para aumentar adicionalmente el índice de cura del sistema de resina epoxi. Se pueden utilizar diversos aceleradores compatibles con amina, dado que los aceleradores son solubles en el agente de curado. Ejemplos de aceleradores adecuados incluyen, pero no se limitan a: 2,4,6-tris-(dimetilaminometil) fenol, N,N-di-etiletanolamina, y N,N-dimetilbencilamina. Las concentraciones de los aceleradores puede ser de 0.1 % a 10 %, con base en el peso del agente de curado.

Una resina epoxi curable puede tener una equivalencia 1,2-epoxi de uno o más, y preferiblemente, el promedio, aproximadamente 1.5 o más grupos epóxido por molécula. La resina epoxi puede ser saturada o insaturada, lineal o ramificada, alifática, cicloalifática, aromática o heterocíclica, y también puede tener sustituyentes, tal como bromo, que no interfieren materialmente con la reacción de curado. La resina epoxi puede ser monomérica o polimérica, líquida o sólida, pero es preferiblemente líquida a temperatura ambiente.

Las resinas epoxi adecuadas incluyen éteres glicidilo preparadas al hacer reaccionar epiclorhidrina con un compuesto que contiene por lo menos uno, y preferiblemente dos o más, grupos hidroxilo llevados a cabo bajo condiciones de reacción alcalinas. Ejemplos de resinas epoxi adecuadas incluyen, pero no se limitan a: poliglicidil éteres de fenoles polihídricos, novolacs epoxi o resinas polifenólicas gliciladas similares, poliglicidil éteres de alcoholes, glicoles o poliglicoles, y poliglicidil ésteres de ácidos policarboxílicos.

Una resina epoxi particularmente adecuada es con base en un poliglicidil éter de un fenol polihídrico. Los poliglicidil éteres de fenoles polihídricos se pueden producir, por ejemplo, al hacer reaccionar una epihalohidrina con un fenol polihídrico en la presencia de un álcali. Ejemplos de fenoles polihídricos adecuados incluyen, pero no se limitan a: 2,2-bis(4-hidroxifenil) propano (Bisfenol-A); 2,2-bis(4-hidroxi-3-tert-butilfenil) propano; 1,1-bis(4-hidroxifenil) etano; 1,1-bis(4-hidroxifenil) isobutano; bis(2-hidroxi-1-naftil)metano; 1,5-dihidroxi-naftaleno; y 1,1-bis(4-hidroxi-3-alkuilfenil) etano. También se pueden obtener fenoles polihídricos adecuados obtenidos de la reacción de fenol con aldehídos tal como formaldehído (Bisfenol-F). Los productos de fusión de estos poliglicidil éteres de fenoles polihídricos con compuestos fenólicos tal como Bisfenol-A también son adecuados como resinas epoxi, tal como aquellas descritas en la Patente Estadounidense No. 3,477,990 y Patente Estadounidense No. 4,734,468. Ejemplos comerciales de resinas epoxi preferidas incluyen, por ejemplo, Resinas EPON® 862, 828, 826, 825 y 1001 disponibles de Hexion Specialty Chemicals y resinas epoxi comercialmente disponibles de Dow Chemical Company tal como DER™330; 331; 354; 661; y 671.

Las resinas epoxi también se pueden mezclar con un glicidil éter de un alcohol aromático o alifático, glicol o poliglicol, o un glicidil éster de un ácido monocarboxílico. Ejemplos incluyen, pero no se limitan a: butil glicidil éter, fenil glicidil éter, cresil glicidil éter, 1,4-butanediol diglicidil éter, y el glicidil éster de ácido neodecanoico. Los glicidil éteres y ésteres se pueden mezclar con una resina epoxi en cantidad de 1 % a 50 % con el fin de afectar las características de humectación, viscosidad, flexibilidad, características de adhesión, y otras propiedades. Las Resinas EPON® 815, 813, y 8132 (disponibles de Hexion Specialty Chemicals) y DER™ 324 (disponible de Dow Chemical Company) son ejemplos de resinas epoxi que contienen dichos modificadores.

Adicionalmente para facilitar la manipulación o aplicación o uso en diversos ambientes, el agente de curado o el sistema de resina epoxi se puede diluir con cantidades menores de solventes compatibles, que incluye, pero no se limita a, hidrocarburos alifáticos o aromáticos, alcoholes, glicol éteres, cetonas, y ésteres.

Los componentes del agente de curado de acuerdo con un aspecto de la invención, es decir, fenalcamina y amina salada, pueden estar presentes en relaciones de 95:5; 90:10; y 80:20, dependiendo de la aplicación deseada.

El agente de curado puede contener auxiliares y aditivos, por ejemplo, aditivos de control de flujo, agentes antiespumantes, o agentes anticorrimiento. Otros aditivos pueden incluir pigmentos, agentes de refuerzo, rellenos, elastómeros, estabilizantes, extensores, plastificantes, o retardantes de flama, dependiendo de la aplicación pretendida. Otros aditivos convencionales que no afectan materialmente las características básicas y la eficacia de la composición, también pueden estar presentes.

La composición de curado de resina epoxi se puede utilizar en aplicaciones que incluyen, pero no se limitan a: adhesivos, recubrimientos, pisos, fundición, y encapsulación.

Ventajosamente, aumentar la velocidad de curado a condiciones ambiente permite regresar rápidamente al servicio del sustrato que se recubre con un sistema epoxi. El aumento de la velocidad de curado a bajas temperaturas proporciona la capacidad de recubrir productos bajo condiciones ambientales adversas y ayuda a extender la estación de pintura de un sistema de resina epoxi. Si dichos sistemas de curado rápido también pueden evitar el manto, que es un revestimiento en polvo blanco en la parte superior de una película epoxi formada debido al carbonato insoluble formado mediante la reacción de aminas primarias libres con dióxido de carbono en el presencia de humedad, luego también se pueden evitar fallas de adhesión entre capas.

A menos que se defina de otra forma, todos los términos técnicos y científicos utilizados aquí tienen el mismo significado comúnmente entendido por una persona mediadamente versada en la técnica a la que pertenece la invención. Aunque los métodos y materiales similares o equivalentes a aquellos descritos aquí se pueden utilizar en la práctica o prueba de la invención, se describen adelante métodos y materiales adecuados. Los materiales, métodos y ejemplos son solo ilustrativos, y no pretenden ser limitantes.

## EJEMPLOS

### Ejemplo 1

Síntesis de fenalcamina utilizando dietilenotriamina (DETA)

Un reactor adecuado se carga con 5.60 moles de cardanol, y 0.58 moles de DETA.

Bajo agitación, y bajo un flujo de nitrógeno, se alcanza una temperatura de 45° C. Después de esto, se agregan 12.83 moles de formaldehído durante un periodo de aproximadamente una hora, sin exceder una temperatura límite de 70° C. La reacción se mantiene durante 90 minutos adicionales. Después de esto, se agregan lentamente 10.70 mols de DETA, mientras se mantiene la temperatura a 70° C. Cuando se completa la adición de DETA, la reacción continúa durante una hora adicional. Después de esto, la mezcla de reacción se calienta a 85° C, bajo vacío de hasta 50 mm/hg para retirar el agua y otros materiales de punto de ebullición menor. La reacción se mantiene bajo vacío en el reactor hasta que se retira el agua. El reactor se deja enfriar y la fenalcamina se descarga después de esto.

Resultados Analíticos:

Aspecto: Claro, líquido viscoso

Gardner: 6

Valor de Amina: 502 mg de KOH/g

## ES 2 394 553 T3

Viscosidad a 25°C: 910 cps

### Ejemplo 2

Síntesis de amina salada

5 Un reactor adecuado se carga con 5.5 g de ácido salicílico (0.08 eq. de ácido), 27 g de Bisfenol A (0.24 eq. de ácido), 10 g de alcohol bencílico, y 51 g de metilxileno diamina (0.75 eq. de amina primaria). Bajo un flujo de nitrógeno, la mezcla en el reactor se calienta a una temperatura de 60°C y se mantiene durante 15 minutos. Se agrega lentamente 6.5 g de DER 331 (0.03 amina primaria de bloques eq. epoxi), y la temperatura se mantiene a 100°C. Luego de la terminación de la adición de DER 331, la temperatura se eleva a 160°C, y se mantiene durante una hora. El reactor se deja enfriar, y se descarga el agente de curado epoxi.

10 Cálculo:

La fracción de amina primaria bloqueada o "salada" =  $(0.08 + 0.24 + 0.03)/0.75 = 0.47$

Resultados analíticos:

Aspecto: Líquido claro

Gardner: 1

15 Valor de amina: 420 mg de KOH/g

Viscosidad a 25°C: 3600 cps

### Ejemplo 3

Se combinan 950 gramos de fenalcamina obtenida del Ejemplo 1 con 50 gramos de la amina salada obtenida del Ejemplo 2.

20 **Ejemplo 4**

Se combinan 900 gramos de fenalcamina obtenidos del Ejemplo 1 con 100 gramos de la amina salada obtenida del Ejemplo 2.

### Ejemplo 5

25 Se combina 800 gramos de fenalcamina obtenida del Ejemplo 1 con 200 gramos de la amina salada obtenida del Ejemplo 2.

Tabla 1

Tiempo de secado (hora)	Control (Ej. 1)	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5
25°C Superficie Seca	2.10	2.00	1.10	1.10
25°C Fijado por pulsación	4.00	3.45	1.60	2.20
25°C Secado por paso	5.80	5.80	4.00	2.60
0°C de Superficie Seca	5.70	4.40	3.60	3.50
0°C Fijado por pulsación	14.00	11.75	8.90	9.50
0°C Secado por paso	18.00	13.80	13.20	12.90
Tiempo Gel (minutos)				

## ES 2 394 553 T3

(continuación)

Tiempo de secado (hora)	Control (Ej. 1)	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5
0°C	28.0	25.50	23.00	18.00

5 El control en la Tabla 1 es la fenalcamina del Ejemplo 1, y no incluye la amina salada del Ejemplo 2. Como se ilustra por los datos anteriores, se puede ver que la adición de una amina salada a una fenalcamina, en varias relaciones, es decir, 95:5; 90:10; y 85:5, proporciona ventajosamente un agente de curado con tiempo de secado reducido a 25° C, y también a 0° C. El desempeño de tiempos de secado muestra una mejora mayor a 25° C con 55 % de reducción en el tiempo de curado, un factor principal en la rapidez con la que la parte recubierta se puede volver a poner en servicio. La mejora también se ve a 0°C, que es indicador de la mejora del desempeño en aplicaciones de revestimiento al aire libre en puentes, tanques, tuberías y barcos en climas fríos.



**REIVINDICACIONES**

1. Un agente de curado para resinas epoxi, que comprende:

una mezcla de fenalcamina con una poliamina salada o un aducto epoxi de polamina salada para formar un agente de curado para una resina epoxi, en donde por lo menos se bloquean un tercio de los grupos amina primarios de la poliamina salada o el aducto epoxi de poliamina salada.

5

2. El agente de curado de acuerdo con la Reivindicación 1, en donde se bloquean la mitad de los grupos amina primarios.

3. Un método para elaborar un agente de curado para resinas epoxi, que comprende las etapas de:

proporcionar una fenalcamina; y

10

mezclar la fenalcamina con una poliamina salada o un aducto epoxi de polamina salada para formar un agente de curado para una resina epoxi, en donde se bloquean por lo menos un tercio de los grupos amina primarios de la poliamina salada o el aducto epoxi de poliamina salada.

4. El método de acuerdo con la Reivindicación 3, en donde se bloquean la mitad de los grupos amina primarios de la poliamina salada o el aducto epoxi de poliamina salada.