

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 447 467**

51 Int. Cl.:

C08J 3/24 (2006.01)

B29C 70/54 (2006.01)

B29B 13/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.09.2009 E 09786250 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.11.2013 EP 2478040**

54 Título: **Proceso para prolongar la ventana de procesamiento de resinas termoestables**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.03.2014

73 Titular/es:

**HEXCEL COMPOSITES, LTD. (50.0%)
Duxford Cambridge CB2 4QD, GB y
HEXCEL COMPOSITES S.A. (50.0%)**

72 Inventor/es:

**MORTIMER, STEPHEN;
PATEL, NEAL y
VILLALON, ESTEBAN**

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 447 467 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

Proceso para prolongar la ventana de procesamiento de resinas termoestables

5 **Antecedentes de la invención**1. Campo de la invención

10 La presente invención se refiere en general a procesos de moldeo de materiales compuestos líquidos (LCM) en los que una resina termoestable se inyecta en un molde que contiene un cuerpo fibroso. La resina infiltra la totalidad del cuerpo fibroso y se cura dentro del molde para formar una estructura de material compuesto final. Más en particular, la presente invención se dirige a prolongar la ventana de procesamiento de las resinas de LCM, de modo que dichas resinas puedan infiltrarse en estructuras mayores y más complejas.

15 2. Descripción de técnica relacionada

Los materiales compuestos se usan en una amplia diversidad de cometidos en los que una estructura debe presentar una alta relación entre resistencia y peso. Los dos componentes básicos de los materiales compuestos son una matriz de resina y una estructura de soporte fibrosa que refuerza la resina. Existe una gran diversidad de procesos para combinar las resinas y los soportes fibrosos entre sí para formar estructuras que pueden curarse para formar estructuras de materiales compuestos finales. El proceso concreto usado depende de muchos factores, incluida la resina y los tipos de fibras, el tamaño de la estructura, la complejidad, el coste, los requisitos de peso y resistencia y aspectos de control de calidad.

25 Por ejemplo, en muchos casos, un proceso adecuado para la preparación de estructuras de materiales compuestos consiste simplemente en impregnar manualmente la resina en el soporte fibroso mediante un cepillo o un rodillo. En otros casos, la resina se impregna en el soporte fibroso mediante equipos especializados para formar un soporte fibroso preimpregnado (prepreg). Seguidamente se colocan una o más capas de preimpregnado sobre o dentro de un molde para obtener la forma deseada que después se cura para formar la estructura de material compuesto final.

30 Los procesos de moldeo de materiales compuestos líquidos (LCM) son procesos populares que se han usado ampliamente para la preparación de estructuras de materiales compuestos. Dos ejemplos de procesos de LCM son el moldeo por transferencia de resina (RTM) y la infiltración de resina líquida (LRI). Los procesos de RTM y LRI se usan ampliamente en industrias como la aeroespacial, en las que es necesario fabricar piezas o estructuras complejas que deben cumplir límites estrictos con respecto a la resistencia y el peso de manera fiable y reproducible. Generalmente, los procesos de RTM implican la inyección de la resina en un molde que contiene un soporte fibroso preformado. La cantidad de resina que se inyecta en el molde y las condiciones del proceso dentro del molde se controlan cuidadosamente para asegurar que la resina se infiltre completa y uniformemente en todo el soporte fibroso. Los procesos de LRI usan un molde que tiene una membrana flexible como superficie superior del dispositivo. La resina líquida se absorbe en el molde al practicar el vacío en dicho molde. La resina pasa rápidamente sobre la superficie de la preforma de fibra por medio de una capa de un "medio de flujo" de alta porosidad. La resina se infiltra a través del espesor de la preforma y después se cura antes de desmoldear el ensamblaje acabado de fibra y resina.

45 Las resinas que se usan en los procesos de LCM se denominan normalmente resinas de LCM. Las resinas de bismaleimida y las resinas epoxídicas son populares resinas de LCM. Un tipo especial de resina de LCM epoxídica que contiene un endurecedor amínico particulado es útil en los casos en que se requiere una gran dureza. Este tipo de resina de LCM puede obtenerse comercialmente de Hexcel Corporation (Dublin, California, EE.UU.) y Cytec Corporation (Anaheim, California, EE.UU.) con los nombres comerciales ST15 y PR520, respectivamente. Estas resinas de LCM epoxídicas contienen un componente de resina epoxídica y un endurecedor amínico. El endurecedor amínico está presente como partículas, que están dispersas en todo el componente de resina epoxídica. En la práctica, se ha observado que las partículas de endurecedor son mayores que las aberturas en muchos de los soportes fibrosos. Como resultado, las partículas son intrínsecamente filtradas de la resina de LCM por el soporte fibroso cuando la resina se inyecta en el molde.

55 Una consideración importante para cualquier proceso de LCM que use endurecedores particulados es asegurarse de que las partículas de endurecedor se disuelven antes de que puedan ser filtradas por el soporte fibroso. Las partículas de endurecedor amínico que se usan típicamente en las resinas de LCM epoxídicas endurecidas con aminas se disuelven en el componente de resina epoxídica a temperaturas aproximadas de 150°C a 160°C. Esta temperatura de disolución de las partículas es solo de 30°C a 40°C inferior a la temperatura de moldeo o de curado que se usa normalmente para estas resinas. Por consiguiente, los usuarios del proceso de LCM se enfrentan constantemente con el problema de calentar la resina lo suficiente para asegurar la disolución de las partículas, evitando al mismo tiempo la gelificación o el curado prematuros de la resina de LCM.

65 El procedimiento convencional para el procesamiento de resinas de LCM epoxídicas que contienen endurecedores amínicos de partículas es usar una combinación de un calentamiento previo a la inyección y un calentamiento en el

molde para asegurar que las partículas de endurecedor se disuelven antes de que puedan quedar atrapadas por el soporte fibroso. Típicamente, la temperatura del molde se mantiene por encima de la temperatura de disolución y la resina se precalienta a la temperatura de disolución antes de la inyección solo durante el tiempo necesario para asegurar que la combinación del precalentamiento y la temperatura del molde da como resultado la disolución de las partículas en el momento oportuno. La temperatura del molde se eleva hasta la temperatura de curado final solo después de que la estructura fibrosa ha quedado completamente saturada. Este procedimiento ha funcionado bien y asegura que el endurecedor amínico se distribuye uniformemente junto con la resina.

La viscosidad de la resina de LCM, cuando esta se inyecta en el molde, debe ser suficientemente baja para permitir la penetración de dicha resina en el soporte fibroso. La viscosidad de la resina aumenta gradualmente con el tiempo debido a reacciones químicas, hasta que alcanza un punto en el que dicha resina ya no puede fluir y se detiene cualquier infiltración posterior del soporte fibroso. La "ventana de procesamiento" es el tiempo que tarda la resina en pasar de ser un material de viscosidad relativamente baja que fluye a través del soporte fibroso a ser un material de viscosidad relativamente alta que no fluye y que hace difícil, si no imposible, cualquier infiltración posterior de la resina.

La ventana de procesamiento para las resinas de LCM que incluyen un endurecedor amínico particulado en el proceso convencional descrito anteriormente es de aproximadamente 30 a 45 minutos. Esta duración de la ventana de procesamiento resulta adecuada para muchos casos en los que la estructura fibrosa es suficientemente pequeña y el soporte poroso es suficientemente poroso para permitir la infiltración completa de la resina antes de que esta se vuelva demasiado viscosa. Sin embargo, hay muchos casos, en los que la completa infiltración de la resina de LCM en la preforma fibrosa puede requerir mucho más de 45 minutos. Este es el caso especialmente para estructuras de gran tamaño y/o complejas. Por consiguiente, es deseable prolongar la ventana de procesamiento en el LCM para las resinas de LCM que contienen endurecedores particulados, de modo que pueda moldearse una gama más amplia de estructuras de materiales compuestos.

El documento US-A-2009/202809 desvela un ensamblaje reforzado con fibras.

El documento US-A-6083855 desvela métodos para la fabricación de redes sin huecos impregnadas de resina.

El documento US-A-2005/009943 desvela un recubrimiento de textura macroscópica y un proceso para la preparación del mismo.

Sumario de la invención

De acuerdo con la presente invención, se descubrió que la ventana de procesamiento para resinas de moldeo de materiales compuestos líquidos (LCM) que contienen endurecedores particulados puede prolongarse si la resina se somete a una etapa de tratamiento térmico previa a su introducción en el molde y se mantiene a una temperatura inferior a la temperatura de disolución de las partículas hasta alcanzar el grado deseado de infiltración de la resina en el soporte fibroso.

La invención se basa en el descubrimiento de que la ventana de procesamiento en el LCM para una resina de LCM dada puede prolongarse si la resina sin curar se calienta primeramente a la temperatura de disolución del endurecedor particulado durante un tiempo suficiente para disolver las partículas y formar una mezcla de resina tratada térmicamente. La mezcla de resina tratada térmicamente se enfría después para formar una mezcla de resina de baja viscosidad adecuada para su inyección en el molde y su infiltración en la estructura fibrosa.

Como característica de la invención, la mezcla de resina de baja viscosidad en el molde se mantiene a una temperatura de permanencia que es inferior a la temperatura de disolución del endurecedor concreto. La mezcla de resina se mantiene a la temperatura de permanencia durante un tiempo de permanencia suficiente para la completa infiltración de la resina en la estructura fibrosa. Al final del tiempo de permanencia, la mezcla de resina se cura a la temperatura de curado de la resina. El tiempo de permanencia máximo para la mezcla de resina de baja viscosidad corresponde a la ventana de procesamiento para la resina.

La presente invención se adecúa especialmente para el uso en procesos de LCM en los que se necesitan ventanas de procesamiento relativamente prolongadas con el fin de asegurar la completa infiltración de la resina en soportes fibrosos de gran tamaño y/o complejos. Se descubrió que la ventana de procesamiento para las resinas de LCM que contienen endurecedores particulados puede más que duplicarse cuando la resina se trata térmicamente y después se somete a una temperatura de permanencia en el molde de acuerdo con la presente invención. La invención es adecuada también para su uso en procesos de LCM en los que se requiere una ventana de procesamiento prolongada con el fin de asegurar una infiltración completa y uniforme de la resina a través de la estructura de soporte fibrosa. Una ventana de procesamiento prolongada es ventajosa en los casos en los que la porosidad del soporte fibroso u otras características del diseño dificultan la infiltración de la resina en la pieza. El tiempo de infiltración adicional proporcionado por la invención asegura que el soporte fibroso se infiltra completa y uniformemente con la resina.

Las características y ventajas relacionadas de la presente invención descritas anteriormente y muchas otras se entenderán mejor con referencia a la descripción detallada siguiente, tomada en conjunto con los dibujos acompañantes.

5 Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una representación en forma de diagrama que muestra un proceso de LCM convencional en la mitad superior de la figura en comparación con un proceso de LCM ejemplar de acuerdo con la presente invención, que se muestra en la mitad inferior de la figura.

10 La figura 2 es una gráfica que muestra cómo la viscosidad de dos resinas de LCM ejemplares aumenta rápidamente al usar el procesamiento de LCM de la técnica anterior en comparación con la viscosidad de la resina de LCM procesada de acuerdo con la presente invención.

15 Descripción detallada de la invención

La presente invención implica la modificación de procesos de LCM existentes que utilizan resinas que incluyen un endurecedor particulado, con el fin de prolongar la ventana de procesamiento de la resina de LCM mientras esta se encuentra en el molde. La prolongación de la ventana de procesamiento en el molde aumenta ventajosamente el tiempo durante el que la resina es capaz de fluir dentro del molde y la estructura de soporte fibrosa situada en este. La invención puede aplicarse a cualquier proceso de LCM, incluidos los procesos de RTM y LRI, en que la resina de LCM es una mezcla de una resina termoestable y un endurecedor particulado disperso dentro de la resina termoestable. La presente invención es aplicable a todos los tipos de resinas de LCM, incluidas resinas de LCM de bismaleimida y resinas de LCM epoxídicas que contienen endurecedores particulados. La invención se usa preferentemente para prolongar la ventana de procesamiento de resinas de LCM epoxídicas que contienen un endurecedor amínico particulado. Estos tipos de resinas de LCM epoxídicas están disponibles comercialmente con los nombres comerciales ST15 y PR520 y pueden obtenerse de Hexcel Corporation (Dublin, California, EE.UU.) y Cytec Corporation (Anaheim, California, EE.UU.), respectivamente.

30 En la mitad inferior de la figura 1 se muestra una representación en forma de diagrama de un proceso de LCM ejemplar preferido de acuerdo con la presente invención. Con fines de comparación, en el cuadro 10 de la mitad superior de la figura 1 se muestra un proceso de LCM convencional. Una resina de LCM epoxídica que contiene endurecedores amínicos particulados es típicamente una pasta de viscosidad relativamente alta a temperatura ambiente. Según se muestra en 12, en el cuadro 10, la pasta de resina de LCM se calienta a una temperatura de aproximadamente 80 °C para reducir inicialmente la viscosidad a entre 200 y 1.000 mPas. Esta temperatura inicial se denomina normalmente como "temperatura del recipiente" de la resina de LCM y la viscosidad de la resina de LCM en el recipiente se denomina "viscosidad del recipiente".

40 La resina de LCM a la temperatura del recipiente se transfiere según se muestra en 14 a un precalentador de inyección 16 en el que la resina de LCM se calienta a una temperatura de disolución de aproximadamente 150 °C para disolver parcialmente el endurecedor amínico particulado y reducir la viscosidad de la resina de LCM a aproximadamente 45 mPas. La resina de LCM se inyecta después en el molde 18 en el que se mantiene a una temperatura que al menos es superior a la temperatura de disolución, para asegurar que las partículas continúan disolviéndose. No siempre se requiere un precalentador. El precalentamiento de la resina puede incorporarse en el diseño del molde, de modo que no se requiere un precalentador independiente. El "precalentamiento" de la resina dentro del molde es posible, siempre que haya tiempo suficiente para que las partículas se disuelvan en el molde antes de alcanzar la preforma fibrosa.

50 La temperatura del molde 18 se aumenta hasta la temperatura de curado de entre aproximadamente 180 °C y 190 °C después de que el soporte fibroso situado en el molde haya sido completamente infiltrado o "empapado" con la resina de LCM. El molde se mantiene a la temperatura de curado durante una hora o más, para asegurar el curado completo de la resina de LCM.

55 La ventana de procesamiento para una resina de LCM se considera como el tiempo que requiere la resina de LCM para, una vez en el molde, alcanzar una viscosidad de aproximadamente 1.000 mPas. A esta viscosidad, la resina de LCM es demasiado viscosa para continuar fluyendo de manera considerable a través de la mayoría de las estructuras fibrosas. Para resinas de LCM como ST15 y PR520, que se procesan según se expone en el cuadro 10, la ventana de procesamiento puede tener una duración de hasta 45 minutos, si el molde se mantiene próximo a la temperatura de disolución. La ventana de procesamiento es significativamente menor si el molde se calienta inicialmente a la temperatura de curado.

65 El proceso de LCM de acuerdo con la presente invención sigue el mismo procedimiento básico que el proceso de LCM convencional mostrado en el cuadro 10, excepto por una serie de diferencias significativas que prolongan inesperadamente la ventana de procesamiento de la resina de LCM. Al igual que en los procesos de LCM convencionales, en la presente invención se calienta inicialmente la pasta de resina de LCM a una temperatura del recipiente, según se muestra en 20, con el fin de reducir la viscosidad de la resina. La temperatura del recipiente

puede variar de aproximadamente 65°C a aproximadamente 95°C, en que la temperatura del recipiente preferida es de aproximadamente 80°C. Temperaturas del recipiente mayores son útiles para bombear la resina más fácilmente, ya que la viscosidad de la resina es menor. Sin embargo, esto debe sopesarse con la reducida estabilidad térmica y/o el progreso de la viscosidad que tienen lugar a las temperaturas más altas. En general, se prefiere que la temperatura del recipiente sea lo mayor posible para reducir la viscosidad de la resina, mientras no se reduzca excesivamente la estabilidad térmica de la resina o se produzca un progreso excesivo de la viscosidad o el curado.

La viscosidad de la resina de LCM en el recipiente puede variar entre aproximadamente 200 mPas y 1.000 mPas, en lo que se prefieren las viscosidades en el extremo inferior del intervalo. Las resinas de los tipos ST15 y PR520 tienden a ser bastante viscosas. Por consiguiente, se prefiere que la temperatura del recipiente para las resinas de los tipos ST15 y PR520 sea de aproximadamente 80°C, para proporcionar una resina con una viscosidad de aproximadamente 900 mPas.

A diferencia del proceso de LCM convencional, la presente invención requiere someter la resina de LCM a una etapa de tratamiento térmico en la que la resina de LCM se calienta desde la temperatura del recipiente hasta la temperatura de disolución del endurecedor particulado, según se muestra en 22. Para las resinas de LCM epoxídicas que contienen un endurecedor amínico particulado, como ST15 y PR520, la temperatura de disolución es normalmente de aproximadamente 150°C a aproximadamente 160°C. La temperatura de disolución puede ser diferente para otros tipos de endurecedores particulados y puede variar desde aproximadamente 140°C a aproximadamente 170°C. La resina de LCM se mantiene a la temperatura de disolución solo mientras sea necesario para disolver sustancialmente todo el endurecedor particulado y formar una mezcla de resina tratada térmicamente.

Se considera que el endurecedor particulado se ha disuelto sustancialmente en la resina de LCM cuando se ha disuelto completamente al menos el 95% de las partículas. Preferentemente, no más del 2% de las partículas de endurecedor permanecerá en la mezcla de resina tratada térmicamente. Las más preferidas son mezclas de resina tratadas térmicamente en las que la proporción de partículas de endurecedor que no se ha disuelto completamente es inferior al 1%. El tiempo necesario para formar la mezcla de resina tratada térmicamente variará en función de una serie de factores, incluida la cantidad de resina de LCM que se está tratando, la temperatura de disolución, el tamaño de las partículas de endurecedor y el tipo de partículas. En general, la resina de LCM se mantendrá a la temperatura de disolución durante un periodo de algunos segundos hasta algunos minutos. Preferentemente, el tiempo que la resina de LCM se mantiene a la temperatura de disolución dura solo lo suficiente para asegurar que las partículas de endurecedor se hayan disuelto sustancialmente. Para resinas de LCM como ST15 y PR520, se prefieren periodos de tiempo de disolución de aproximadamente 30 segundos. La resina de LCM puede calentarse en un proceso de tipo discontinuo o la resina puede calentarse en un proceso del tipo de flujo continuo.

De acuerdo con la presente invención, la mezcla de resina tratada térmicamente se enfría a una temperatura de 10°C a 50°C inferior a la temperatura de disolución para formar una mezcla de resina de baja viscosidad, en el intervalo de aproximadamente 100 mPas hasta menos de 1.000 mPas. Se prefiere que la viscosidad de la mezcla de resina de baja viscosidad sea inferior a aproximadamente 900 mPas y con mayor preferencia que se encuentre en el intervalo de aproximadamente 100 mPas a aproximadamente 600 mPas. Para resinas de LCM del tipo ST15, se prefiere enfriar la mezcla de resina tratada térmicamente a una temperatura aproximadamente 30°C inferior a la temperatura de disolución (120°C) para formar una mezcla de resina de baja viscosidad, de aproximadamente 150 mPas. La mezcla de resina de baja viscosidad se introduce en el molde para la resina según se muestra en 24. La mezcla de resina de baja viscosidad no se calienta antes de su inyección en el molde de transferencia de resina, porque las partículas de endurecedor ya se han disuelto. Para las resinas de LCM del tipo PR520, se prefiere enfriar la mezcla de resina tratada térmicamente a una temperatura aproximadamente 40°C inferior a la temperatura de disolución (120°C) para formar una mezcla de resina de baja viscosidad, de aproximadamente 600 mPas.

La mezcla de resina de baja viscosidad se mantiene en el molde 26 a una temperatura inferior a la temperatura de disolución del endurecedor particulado. Esta temperatura se denomina en este documento "temperatura de permanencia". La temperatura de permanencia deberá ser aproximadamente 10°C a 50°C inferior a la temperatura de disolución. Preferentemente, la temperatura de permanencia debería ser lo más baja posible con el fin de prolongar la ventana de procesamiento. Sin embargo, esto debe sopesarse con el hecho de que la viscosidad de la resina tiende a aumentar a medida que disminuye la temperatura. Para mayor complicación, a medida que la resina de LCM se cura, su viscosidad aumenta y este aumento de la viscosidad debido al curado de la resina también aumenta al aumentar la temperatura. Todos estos factores afectan a la duración de la ventana de procesamiento y a la capacidad de las resinas de infiltrar completamente el soporte fibroso. Para las resinas de LCM ST15 y PR520, se observó que una temperatura de permanencia de entre aproximadamente 100°C y aproximadamente 130°C proporciona una combinación preferida de prolongación de la ventana de procesamiento y bajos niveles de viscosidad. Se prefieren especialmente temperaturas de permanencia de aproximadamente 120°C.

El término "tiempo de permanencia", según se usa en este documento, es el periodo de tiempo que se mantiene la resina de LCM a la temperatura de permanencia en el molde. El tiempo de permanencia es igual a la ventana de procesamiento cuando el molde se mantiene a la temperatura de permanencia hasta que la resina de LCM alcanza una viscosidad de 1.000 mPas. La resina de LCM en el molde puede mantenerse a la temperatura de permanencia hasta que la resina alcanza el nivel de viscosidad de 1.000 mPas. Esto resulta en una máxima prolongación de la

ventana de procesamiento para una resina de RTM dada. Por ejemplo, la ventana de procesamiento y tiempo de permanencia disponible para una resina de RTM de los tipos ST15 y PR520 se prolonga hasta más de 100 minutos cuando el molde se mantiene durante todo el periodo a una temperatura de permanencia de 120°C. El tiempo de permanencia disponible puede prolongarse hasta más de 120 minutos cuando el molde se mantiene durante todo el periodo a una temperatura de permanencia de 100°C. Se prefieren tiempos de permanencia disponibles de al menos 80 minutos, con tiempos de permanencia disponibles especialmente preferidos de al menos 100 minutos.

En la práctica, es deseable prolongar la ventana de procesamiento, si es necesario, solo durante el tiempo suficiente para asegurar que la resina de LCM se haya infiltrado completamente en toda la estructura fibrosa y que el molde esté completamente lleno de resina. En estos casos, se aumenta la temperatura de la resina de LCM hasta la temperatura de curado antes de que dicha resina alcance la máxima viscosidad de la ventana de procesamiento de 1.000 mPas. Como resultado, el tiempo de permanencia puede ser inferior al tiempo de permanencia disponible (ventana de procesamiento), debido a un aumento temprano de la temperatura desde la temperatura de permanencia hasta la temperatura de curado. Se prefiere aumentar la temperatura de la resina de LCM en el molde por encima de la temperatura de permanencia una vez que la estructura fibrosa se ha infiltrado completamente con la resina de LCM y el molde se ha llenado completamente. La infiltración completa de la estructura fibrosa puede determinarse mediante sensores colocados dentro del molde. Sin embargo, la infiltración completa de la estructura fibrosa se determina típicamente esperando a que la resina de LCM salga a través de aberturas de salida situadas apropiadamente en el molde para asegurar que la resina de LCM ha pasado a través de la estructura fibrosa antes de alcanzar dichas salidas.

Una vez que la estructura fibrosa se ha infiltrado completamente y el molde se ha llenado completamente, la temperatura de la resina de LCM se aumenta desde la temperatura de permanencia hasta la temperatura de curado. Para la mayoría de las resinas de LCM, la temperatura de curado para el proceso de la presente invención es de entre aproximadamente 170°C y 210°C. Para resinas de LCM epoxídicas como ST15 y PR520 se prefieren temperaturas de curado de entre aproximadamente 180°C y 190°C. El soporte fibroso infiltrado se mantiene en el molde a la temperatura de curado durante el mismo tiempo que en los procesos de LCM convencionales.

El tipo concreto de material de soporte fibroso que se filtra con la resina de LCM al usar el proceso de la presente invención puede ser cualquiera de los materiales de soporte fibrosos adecuados para el procesamiento por LCM. Algunas fibras ejemplares usadas para formar los soportes fibrosos incluyen fibras de carbono, fibras de vidrio, fibras cerámicas y fibras de aramida como Kevlar. Las fibras pueden orientarse al azar, estar tejidas o ser unidireccionales. La invención es especialmente útil para el procesamiento por LCM de materiales de soporte fibrosos que requieren un tiempo adicional para la infiltración de la resina. Estos tipos de materiales de soporte fibrosos incluyen estructuras fibrosas de gran tamaño con formas complejas que pueden dificultar la infiltración uniforme de la resina. En general, se prefieren aquellas estructuras fibrosas que requieren más de 45 minutos para la infiltración completa de la resina en la estructura. Además del tamaño y la forma, el tiempo de infiltración también depende del tipo de estructura fibrosa. Típicamente, las estructuras fibrosas tejidas y trenzadas tienen mayor permeabilidad y se infiltran con relativa facilidad. Las estructuras fibrosas de telas unidireccionales y no rizadas (NCF) tienen mucha menor permeabilidad y se infiltran más lentamente. La prolongación de la ventana de procesamiento proporcionada por la presente invención es especialmente útil para tales estructuras fibrosas de baja permeabilidad.

Algunos ejemplos prácticos son los siguientes:

Ejemplo 1

Una muestra de 10 g de la resina de LCM ST15 se calentó a una temperatura de disolución de 150°C durante 30 segundos con el fin de disolver todo el endurecedor amínico particulado y formar una mezcla de resina tratada térmicamente. La mezcla de resina tratada térmicamente se enfrió a 120°C para proporcionar una mezcla de resina de baja viscosidad, de aproximadamente 150 mPas. La mezcla de resina de baja viscosidad se sometió después a una temperatura de moldeo o de permanencia de 120°C. Según muestra la curva 30 en la figura 2, la resina de RTM no alcanzó el límite de viscosidad de la ventana de procesamiento de 1.000 mPas durante más de 100 minutos.

Ejemplo 2

Una muestra de 10 g de la resina de LCM ST15 se calentó a una temperatura de disolución de 150°C durante 30 segundos con el fin de disolver todo el endurecedor amínico particulado y formar una mezcla de resina tratada térmicamente. La mezcla de resina tratada térmicamente se enfrió a 100°C para proporcionar una mezcla de resina de baja viscosidad, de aproximadamente 350 mPas. La mezcla de resina de baja viscosidad se sometió después a una temperatura de moldeo o de permanencia de 100°C. Según muestra la curva 32 en la figura 2, la resina de LCM no alcanzó el límite de viscosidad de la ventana de procesamiento de 1.000 mPas durante más de 120 minutos.

Ejemplo comparativo 1

Una muestra de 10 g de la resina de LCM ST15 se calentó a una temperatura de 150°C y después se sometió a una temperatura de moldeo de 150°C. Según muestra la curva 34, la resina de LCM ST15 alcanzó el límite de viscosidad

de la ventana de procesamiento de 1.000 mPas en un tiempo de 45 minutos.

Ejemplo 3

5 Una muestra de 10 g de la resina de LCM PR520 se calentó a una temperatura de disolución de 160 °C durante 30 segundos con el fin de disolver todo el endurecedor amínico particulado y formar una mezcla de resina tratada térmicamente. La mezcla de resina tratada térmicamente se enfrió a 120 °C para proporcionar una mezcla de resina de baja viscosidad, de aproximadamente 600 mPas. La mezcla de resina de baja viscosidad se sometió después a una temperatura de permanencia de 120 °C. Según muestra la curva 36 en la figura 2, la mezcla de resina de baja viscosidad no alcanzó el límite de viscosidad de la ventana de procesamiento de 1.000 mPas durante más de 120 minutos.

Ejemplo comparativo 2

15 Una muestra de 10 g de la resina de LCM PR520 se calentó a una temperatura de 150 °C y después se sometió a una temperatura de moldeo de 150 °C. Según muestra la curva 38, la resina de LCM PR520 alcanzó el límite de viscosidad de la ventana de procesamiento de 1.000 mPas en un tiempo de 35 minutos.

Ejemplo 4

20 La resina de LCM epoxídica ST15, que contiene partículas de un endurecedor amínico, se calienta a una temperatura del recipiente de 80 °C para formar una mezcla de resina sin curar con una viscosidad del recipiente de 900 mPas. La mezcla de resina sin curar se calienta a 150 °C durante 30 segundos para disolver las partículas del endurecedor amínico y formar una mezcla de resina tratada térmicamente. La mezcla de resina tratada térmicamente se enfría a una temperatura de 120 °C para formar una mezcla de resina de baja viscosidad, de 150 mPas. La mezcla de resina de baja viscosidad se inyecta en un molde de transferencia de resina estándar que contiene una preforma hecha de dos capas de tela no rizada (NCF) de fibra de carbono HTS de 4x268 g/m² (+45°, 0°, -45°, 90°) y dos capas de NCF de fibra de carbono HTS de 4x268 g/m² (-45°, 0°, +45°, 90°), obtenida de Saertex (Saebeck, Alemania). Las dimensiones de la preforma son 800 mm x 800 mm x 4 mm.

30 La resina de baja viscosidad se mantiene en el molde a una temperatura de permanencia de 120 °C durante un tiempo de permanencia de al menos 100 minutos, durante el cual, el molde se llena completamente y la preforma se empapa completamente. La presión en el molde se mantiene a 300 kPa. Después de 100 minutos, la temperatura se eleva a 190 °C durante dos horas, para curar completamente la pieza.

Ejemplo 5

35 La resina de LCM epoxídica ST15, que contiene partículas de un endurecedor amínico, se calienta a una temperatura del recipiente de 80 °C para formar una mezcla de resina sin curar con una viscosidad del recipiente de 900 mPas. La mezcla de resina sin curar se calienta a 150 °C durante 30 segundos para disolver las partículas del endurecedor amínico y formar una mezcla de resina tratada térmicamente. La mezcla de resina tratada térmicamente se enfría a una temperatura de 100 °C para formar una mezcla de resina de baja viscosidad, de 350 mPas. La mezcla de resina de baja viscosidad se infiltra en una preforma hecha de dos capas de tela no rizada (NCF) de fibra de carbono HTS de 4x268 g/m² (+45°, 0°, -45°, 90°) y dos capas de NCF de fibra de carbono HTS de 4x268 g/m² (-45°, 0°, +45°, 90°), obtenida de Saertex (Saebeck, Alemania). Las dimensiones de la preforma son 1.000 mm x 1.000 mm x 4 mm.

50 La resina de baja viscosidad se mantiene en el molde de infiltración a una temperatura de permanencia de 100 °C durante un tiempo de permanencia de al menos 120 minutos hasta que el molde de infiltración se llena completamente y la preforma queda completamente empapada. Después de 120 minutos, la temperatura se eleva a 190 °C durante dos horas para curar completamente la pieza.

55 Como puede observarse en los ejemplos anteriores, la presente invención proporciona una prolongación significativa de la ventana de procesamiento para resinas de LCM que contienen endurecedores particulados. Esta prolongación de la ventana de procesamiento se consigue mediante la combinación del tratamiento térmico de la resina de LCM a una temperatura superior a la temperatura de disolución de las partículas antes de la introducción de la resina en el molde y el mantenimiento posterior de la temperatura del molde inferior la temperatura de disolución.

60 La etapa de tratamiento térmico proporciona la ventaja de disolver las partículas de endurecedor anticipadamente, para asegurar que dichas partículas no sean filtradas por el soporte fibroso cuando la resina de LCM se inyecta en el molde. Se descubrió que esta etapa de tratamiento térmico podía llevarse a cabo sin aumentar la viscosidad de la resina de LCM a niveles inaceptables bien antes o después de su inyección en el molde de transferencia de resina. Dado que las partículas de endurecedor se disuelven antes de que la resina entre en el molde, no es necesario que el molde esté a la temperatura de disolución, lo que constituye la práctica convencional para asegurar la disolución completa de las partículas en el molde. De acuerdo con la presente invención, la etapa de tratamiento térmico permite mantener el molde a temperaturas inferiores a la temperatura de disolución, lo que resulta en los aumentos

significativos e inesperados de la ventana de procesamiento de las resinas de LCM que contienen endurecedores particulados. Como resultado, las piezas de materiales compuestos que anteriormente eran demasiado grandes o complejas para formarse por LCM con el uso de resinas epoxídicas que contienen endurecedores particulados pueden prepararse ahora con el uso de este popular método de moldeo.

5 Habiendo descrito de este modo las realizaciones ejemplares de la presente invención, los expertos en la técnica deberán observar que las descripciones incluidas son solo ejemplares y que pueden realizarse diversas otras alternativas, adaptaciones y modificaciones dentro del alcance de la presente invención. Por consiguiente, la presente invención no queda limitada por las realizaciones anteriormente descritas, sino que solo queda limitada por
10 las reivindicaciones siguientes.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos que comprende las etapas siguientes:
 - 5 proporcionar una mezcla de resina sin curar que comprende una resina termoestable y un endurecedor particulado disperso dentro de dicha resina termoestable, en que dicho endurecedor particulado tiene una temperatura de disolución por encima de la cual dicho endurecedor particulado se disuelve en dicha resina termoestable, en que dicha resina sin curar se encuentra a una temperatura del recipiente y tiene una viscosidad del recipiente;
 - 10 calentar dicha mezcla de resina sin curar a una temperatura de disolución durante un tiempo suficiente para disolver dicho endurecedor particulado y formar una mezcla de resina tratada térmicamente;
enfriar dicha mezcla de resina tratada térmicamente a una temperatura inferior a dicha temperatura de disolución para formar una mezcla de resina de baja viscosidad;
 - 15 introducir dicha mezcla de resina de baja viscosidad en un molde que contiene una estructura fibrosa;
mantener dicha mezcla de resina de baja viscosidad dentro de dicho molde a una temperatura de permanencia, que es inferior a dicha temperatura de disolución, durante un tiempo de permanencia suficiente para infiltrar dicha estructura fibrosa con dicha mezcla de resina de baja viscosidad; y
 - 20 curar dicha mezcla de resina de baja viscosidad a una temperatura de curado.
- 25 2. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha resina termoestable es una resina epoxídica y dicho endurecedor particulado es un endurecedor amínico.
3. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la viscosidad de dicha mezcla de resina de baja viscosidad es de entre aproximadamente 100 mPas y 600 mPas.
- 30 4. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la viscosidad de dicha mezcla de resina de baja viscosidad es de aproximadamente 150 mPas.
5. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha temperatura del recipiente es de entre aproximadamente 65 °C y 95 °C.
- 35 6. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha temperatura de disolución es de entre aproximadamente 140 °C y 170 °C.
7. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 2, en el que dicha temperatura de permanencia es al menos 10 °C inferior a dicha temperatura de disolución.
- 40 8. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha temperatura de permanencia es de entre aproximadamente 100 °C y 130 °C.
- 45 9. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 8, en el que dicho tiempo de permanencia es de al menos 80 minutos, preferentemente dicho tiempo de permanencia es de al menos 100 minutos.
- 50 10. Un proceso de moldeo de materiales compuestos líquidos de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha temperatura de curado es de entre aproximadamente 170 °C y 210 °C.
11. Un proceso para prolongar el tiempo que tarda una mezcla de resina en alcanzar una viscosidad de 1.000 mPas en un molde, en el que dicha mezcla de resina contiene una resina termoestable en la que se halla disperso un endurecedor particulado, en que dicho método comprende las etapas siguientes:
 - 55 calentar dicha mezcla de resina a una temperatura de disolución durante un tiempo suficiente para disolver dicho endurecedor particulado para formar una mezcla de resina tratada térmicamente;
enfriar dicha mezcla de resina tratada térmicamente para formar una mezcla de resina de baja viscosidad antes de la introducción de dicha mezcla de resina de baja viscosidad en dicho molde; e
 - 60 introducir dicha mezcla de resina de baja viscosidad en dicho molde, en que la temperatura dentro de dicho molde es inferior a dicha temperatura de disolución.
- 65 12. Un método de acuerdo con la reivindicación 11, en el que la viscosidad de dicha mezcla de resina de baja viscosidad antes de su introducción en dicho molde de transferencia de resina es de entre aproximadamente 100

mPas y 600 mPas.

13. Un método de acuerdo con la reivindicación 11, en el que dicha temperatura de disolución es de entre aproximadamente 140°C y 170°C.

5 14. Un método de acuerdo con la reivindicación 11, en que la temperatura dentro de dicho molde es al menos 10°C inferior a dicha temperatura de disolución.

10 15. Un método de acuerdo con la reivindicación 14, en el que el tiempo que tarda dicha mezcla de resina de baja viscosidad en alcanzar una viscosidad de 1.000 mPas es de al menos 80 minutos.

16. Un método de acuerdo con la reivindicación 14, en el que la temperatura dentro de dicho molde se eleva hasta la temperatura de curado de dicha mezcla de resina después de introducir dicha mezcla de resina de baja viscosidad en dicho molde de transferencia de resina.

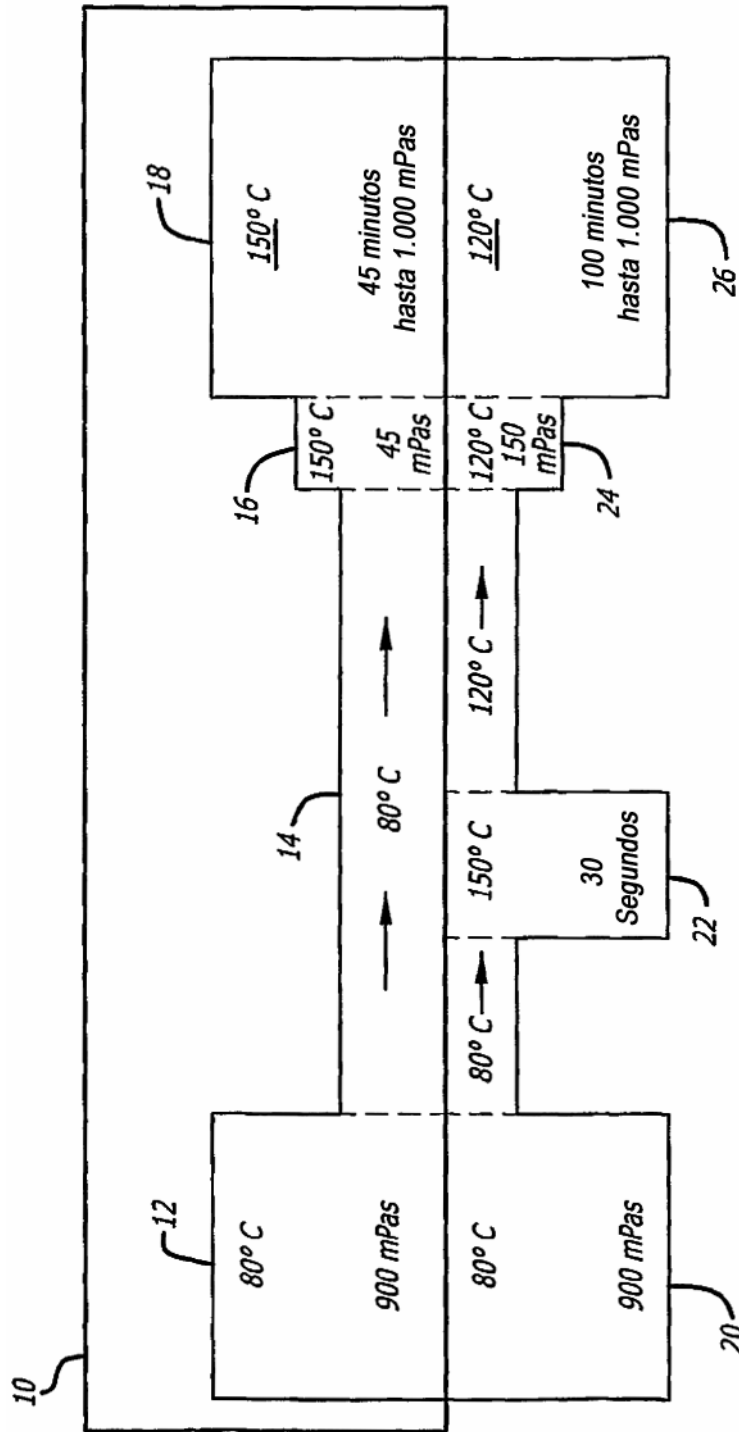


FIG. 1

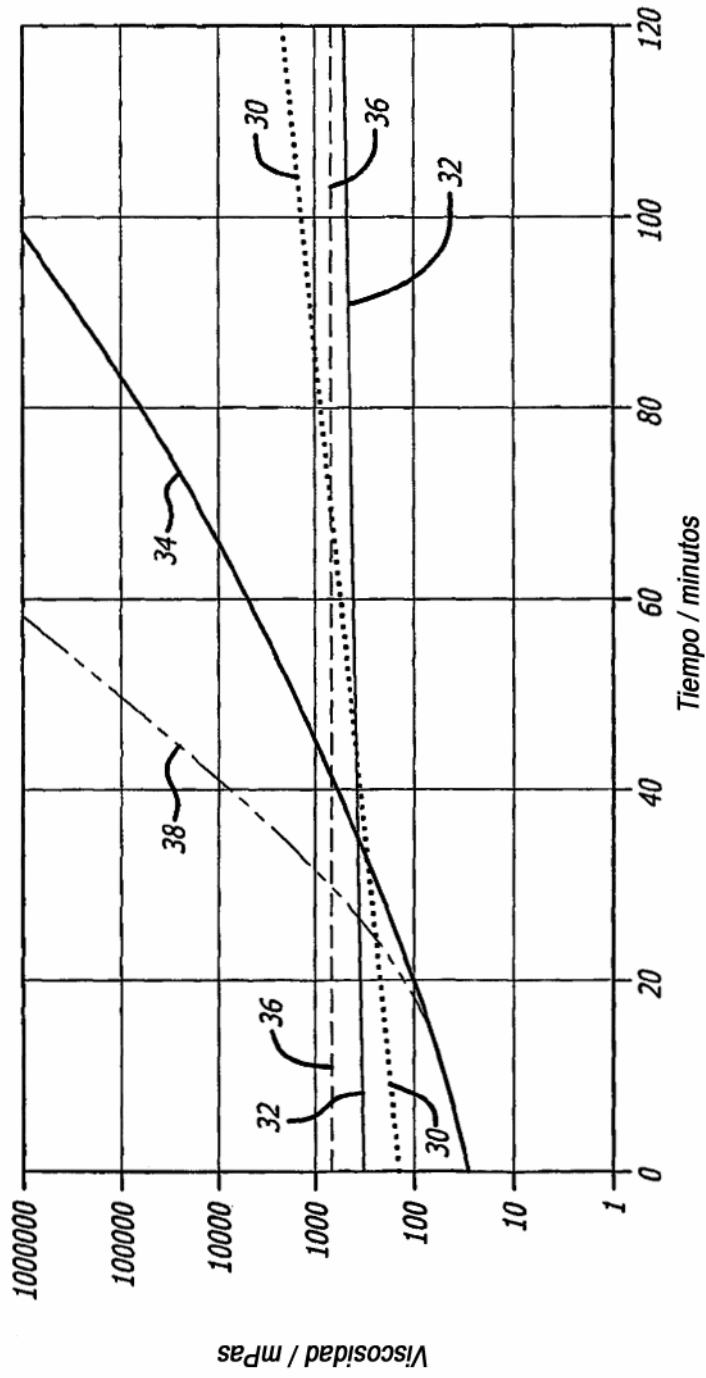


FIG. 2