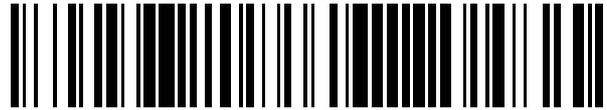


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 647**

51 Int. Cl.:

C08G 59/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.10.2010 E 10773266 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.01.2015 EP 2488566**

54 Título: **Proceso de dispensación homogénea para una composición de epoxi con alto contenido de relleno**

30 Prioridad:

14.10.2009 WO PCT/EP2009/063424

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

27.04.2015

73 Titular/es:

**HENKEL AG & CO. KGAA (100.0%)
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE**

72 Inventor/es:

GAN, YOKE AI

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 534 647 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 de dispensación homogénea para una composición de epoxi con alto contenido de relleno

5 La presente invención se refiere a un proceso para la producción de una composición homogénea de epoxi que contiene una elevada cantidad de relleno, a partir de tres componentes unidos por separado, un conjunto de partes que comprende estos tres componentes, así como la composición de epoxi lista para su uso obtenida por el proceso de la invención.

10 Los adhesivos de epoxi son versátiles en tanto a que pueden utilizarse para pegar diversos sustratos de manera efectiva y pueden formularse para curar tanto a temperatura ambiente como a temperaturas elevadas. Aunque generalmente se caracterizan por ser quebradizos, pueden formularse para ser más flexibles sin perder la resistencia a los esfuerzos. En el mercado de la industria general los adhesivos de epoxi se utilizan en muebles, electrodomésticos, etc. Adicionalmente, las aplicaciones de pegado estructural en la construcción de edificios o autopistas dependen de las características de rendimiento de los adhesivos de epoxi. En el mercado de los automóviles, se utilizan adhesivos de epoxi en conjuntos de subcomponentes (motor y no motor). Los epoxis también pueden utilizarse en el montaje de misiles, reparación de compuestos, etc., de aplicaciones aeroespaciales. Los adhesivos de epoxi pueden ser de tipo 1-K (componente) o de tipo 2-K (componente) dependiendo de los requisitos de la aplicación. En epoxis 2-K (componente) normalmente se utilizan equipos automáticos de dispensación estática o dinámica para mezclar el adhesivo justo antes de su aplicación.

15 La mayoría de las composiciones de resina de epoxi convencionales son composiciones en dos partes que comprenden la parte principal y el agente de curación. A menudo se incorporan agentes de relleno en las composiciones de epoxi en cualquier momento de la producción para mejorar las propiedades para cumplir los requisitos de aplicación. En general, los contenidos en agente de relleno son bajos y no superan un contenido del 50% aproximadamente del volumen de la composición. Con las técnicas convencionales de 2 componentes resulta difícil obtener composiciones de epoxi homogéneas listas para su uso, dado que una desventaja durante el proceso de producción es la tendencia de los agentes de relleno a aglomerarse o sedimentarse. Adicionalmente, también es difícil asegurar un mezclado y dispensación homogéneos de productos de epoxi con elevados contenidos de relleno mediante los equipos automáticos de dispensación estática o dinámica. Los agentes de relleno se acumularán, se aglomerarán y bloquearán el área de mezclado de los componentes de mezclado estático o dinámico.

25 El objeto de la presente invención es, por lo tanto, proporcionar un proceso para producir una composición de epoxi con un alto contenido de agente de relleno y que no presente los problemas anteriormente mencionados, tales como aglomeración y sedimentación durante el proceso de producción.

30 Sorprendentemente, con el método de acuerdo con la presente invención pueden obtenerse fácilmente composiciones de epoxi homogéneas listas para su uso con un alto contenido de agente de relleno. Por consiguiente, la presente invención proporciona un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 para producir una composición de epoxi lista para su uso que tenga un contenido de agente de relleno de al menos el 55% del volumen con respecto a la composición total de epoxi lista para su uso, que comprende:

- proporcionar un líquido A, que comprende al menos una resina de epoxi,
- proporcionar un líquido B, que comprende al menos un agente de curación,
- 45 - proporcionar un componente sólido C, que comprende al menos un agente de relleno,
- en el cual en una primera etapa se llena un recipiente de mezclado con uno de los líquidos A o B,
- en una segunda etapa se deposita el componente sólido C encima de la fase líquida en el recipiente de mezclado,
- en una tercera etapa se deposita el líquido restante A o B encima del componente sólido C,
- 50 - en una cuarta etapa se mezclan los componentes para obtener la composición de epoxi lista para su uso.

El término "composición de epoxi lista para su uso" generalmente significa una mezcla reactiva que se obtiene mezclando el primer componente, que comprende al menos una resina de epoxi, el segundo componente, que comprende al menos un agente de curación, y el tercer componente, que comprende al menos un agente de relleno, en el cual el agente de relleno se selecciona de tal modo que pueda reaccionar con la resina de epoxi en condiciones a 20°C sin la necesidad de añadir ningún tipo de energía de activación.

Tal como se utilizan en la presente invención, los términos "sólido" y "líquido" se refieren a las condiciones físicas de los componentes a una temperatura de 20°C y a una presión ambiental de 1013 mbar.

60 Tal como se utiliza en la presente invención, el término "depositado encima de" significa que las fases se colocan por capas dentro del recipiente de mezclado las unas encima de las otras con diferentes bordes de fase. Es preferible que no se produzca apenas un mezclado intermedio en los bordes de fase. Como mucho el mezclado intermedio en las líneas de separación de fase tendrá lugar sólo en un grado tan bajo que no se produzca un contacto sustancial entre la capa inferior y la capa superior (sin contacto entre los líquidos A y B) debido al componente sólido intermedio C, que compone al menos el 55 % del volumen de la composición total de epoxi lista para su uso. Puede

resultar preferible no mezclar más del 5 % en peso, preferiblemente no más del 3 % en peso, más preferiblemente no más del 3 % en peso, más preferiblemente no más del 0,5 % en peso del líquido B con el líquido A durante el proceso de llenado (antes del comienzo de la etapa de mezclado 4).

5 El presente procedimiento inventivo supera el problema existente para incorporar mayores contenidos de agente de relleno por encima del 55 % del volumen en mezclas desaireadas de composiciones de epoxi convencionales de manera homogénea. En los sistemas 2K convencionales, se observa regularmente la sedimentación de los agentes de relleno durante los tiempos de almacenamiento, así como durante el proceso de dispensación. Adicionalmente, puede elegirse libremente cualquier velocidad de mezclado de los líquidos A y B y el componente sólido C, y controlarse de manera consistente mediante un pesado preciso de estas premezclas. El proceso de acuerdo con la presente invención resuelve los problemas del proceso de producción de las composiciones de epoxi listas para su uso, ayuda a simplificarlo, aumenta el ahorro de tiempo y coste, así como los rendimientos de producción de productos homogéneos.

10
15 Más preferiblemente la composición presenta un contenido de agente de relleno de al menos el 60 % del volumen, más preferiblemente de al menos el 65 % del volumen, con respecto a la composición de epoxi lista para su uso. Preferiblemente, la composición de epoxi presenta un contenido de agente de relleno por debajo del 70 % del volumen con respecto a la composición de epoxi lista para su uso, dependiendo de los requisitos de aplicación tales como una aplicación con un volumen de retracción muy bajo, encapsulación, etc.

20 Adicionalmente se ha observado que podrán obtenerse los mejores efectos con respecto a la separación de las fases previamente al mezclado, así como con respecto a la homogeneidad de la composición de epoxi lista para su uso resultante, si el líquido A y/o el líquido B presentan viscosidades entre 1000 y 20000 mPas, preferiblemente entre 2000 y 15000 mPas, más preferiblemente entre 3000 y 10000 mPas (medidos a 22 °C con un viscosímetro Brookfield de tipo RV-T, con husillo 6, a una velocidad de rotación de 20 rpm). En una realización particular preferida, tanto el líquido A como el líquido B presentan una viscosidad dentro de los órdenes anteriormente mencionados.

25
30 Preferiblemente, el proceso de acuerdo con la presente invención se caracteriza por que el líquido A y/o el líquido B son desaireados antes de su deposición en el recipiente de mezclado. Más preferiblemente, el procedimiento de mezclado durante el proceso de producción se lleva a cabo en vacío a una temperatura de entre 20 °C y 60 °C. La temperatura no deberá exceder los 60 °C, dado que la mezcla de epoxi comenzaría a curarse. La temperatura de la mezcla puede aumentar durante el proceso de mezclado debido a la fricción de los agentes de relleno, por lo que preferiblemente las condiciones de mezclado se controlan a través de un medio de refrigeración durante el proceso, para asegurar que la temperatura de la mezcla no exceda los 60 °C.

35
40 En una realización preferida de la presente invención, el recipiente de mezclado está equipado con una unidad de mezclado que presenta una función de rotación. El término "función de rotación" significa que se hace girar el recipiente de mezclado alrededor de un eje que es perpendicular al plano de la abertura de entrada del recipiente de mezclado. Adicionalmente, es preferible que el recipiente de mezclado esté equipado con una función de revolución adicional. El término "función de revolución" significa que el eje de rotación del recipiente de mezclado está orientado con respecto a la plomada en un ángulo superior a 15 °, preferiblemente superior a 30 °, y se sobrepone un movimiento de revolución de todo el sistema alrededor de la plomada, a modo de eje de revolución. La velocidad de rotación y la velocidad de revolución del equipo dependen del peso y el tamaño del recipiente lleno de las composiciones de epoxi. Los expertos en la técnica cuentan con el conocimiento para ajustar estos parámetros.

45
50 Preferiblemente, el proceso de mezclado se lleva a cabo con un equipo que tenga tanto función de rotación como de revolución, y que esté comercializado por ejemplo por las compañías Thinky Co. Ltd y EME Co. Ltd. (como el UFO-5).

Dado que el proceso de curado y endurecimiento de la composición de epoxi lista para su uso comienza inmediatamente después de que los líquidos A y B entren en contacto entre sí, es preferible dispensar rápidamente la mezcla resultante desde el recipiente de mezclado y aplicar la misma. Puede ser particularmente preferible que el tiempo de dispensación (medido desde el final del momento de mezclado hasta que el recipiente de mezclado esté vacío) sea inferior a 15 minutos, más preferiblemente inferior a 10 minutos, más preferiblemente inferior a 5 minutos.

55 Una ventaja adicional de la presente invención es que el proceso puede semiautomatizarse de manera bastante sencilla. En dicho proceso semiautomatizado pueden pesarse automáticamente los diversos materiales (líquido A, líquido B, fases sólidas de agente de relleno) en el recipiente de mezclado y dispensación.

60 El componente sólido C que se utiliza en el proceso de la invención contiene al menos un agente de relleno. El término "agente de relleno" generalmente se refiere a los aditivos que aumentan el volumen y/o el peso de las composiciones, pero que también tienen un impacto sobre las propiedades técnicas de las composiciones.

65 Los agentes de relleno se seleccionan de acuerdo con su impacto sobre las propiedades técnicas requeridas por el adhesivo resultante. Puede resultar preferible incorporar agentes de relleno que muestren buenas propiedades

magnéticas. Las composiciones resultantes pueden, por ejemplo, utilizarse en aplicaciones para transformadores de CC a CA: Además puede resultar preferible incorporar – adicionalmente o en vez de los agentes de relleno magnéticos - agentes de relleno con una buena conductividad térmica para aplicaciones tales como materiales de moldeo de inversores para automóvil.

De acuerdo con la presente invención, el componente C contiene al menos un agente de relleno seleccionado entre las ferritas.

Las ferritas preferidas de acuerdo con la presente invención se seleccionan del grupo consistente en ferritas de la fórmula general



en donde M se selecciona del grupo consistente en Mn, Co, Ni, Mg, Ca, Cu, Zn, Y, Sn, Cd, Sr, Ti, Cr, Mo y V.

Los óxidos metálicos mezclados utilizados de acuerdo con la invención son preferiblemente óxidos dobles de tipo espinela. Preferiblemente se utilizan ferritas con la fórmula $M^{II} Fe^{III}_2O_4$, en donde M^{II} es un componente metálico que comprenda al menos dos metales divalentes diferentes. Uno de los metales divalentes se selecciona de entre Mn, Co, Ni, Mg, Ca, Cu, Zn, Y, Sn, Cd, Sr, Ti, Cr, Mo y V, y más en particular de entre Mn, Co y Ni. Al menos otro se selecciona de entre Zn y Cd.

En una realización preferida particular, el óxido metálico mezclado se selecciona de entre las ferritas con la fórmula general $M^{a}_{1-x-y}M^b_xFe_y^{III}Fe_2^{III}O_4$, en donde M^a y M^b pueden ser metales seleccionados independientemente de entre Mn, Co, Ni, Mg, Ca, Cu, Zn, Y, Cd y V, más en particular Mn, Co, Ni, Zn y Cd, x es un número entre 0,05 y 0,95 e y es un número entre 0 y 0,95, y la suma de x e y es como mucho 1, y mezclas de las mismas.

En otra realización preferida de la presente invención el componente sólido C contiene al menos un agente de relleno seleccionado de entre óxido de aluminio, óxido de magnesio, óxido de cinc, óxido de titanio, óxido de silicio, hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio, nitruro de silicio, nitruro de aluminio, nitruro de boro, carburo de silicio, aluminio, cobre, grafito, níquel o plata o mezclas de los mismos.

Los agentes de relleno pueden seleccionarse de acuerdo con lo que se exija al adhesivo. En una realización de la presente invención puede ser preferible combinar al menos una ferrita con al menos un polvo metálico, en especial polvo de aluminio, como componentes de agente de relleno. Los adhesivos resultantes con un alto contenido de agente de relleno combinan buenas propiedades magnéticas con una elevada conductividad térmica. En esta realización resulta preferible que la proporción de peso de la ferrita con respecto al polvo de metal esté entre 100:1 y 20:1, más preferiblemente entre 80:1 y 30:1. En el proceso general de la presente invención resulta preferible mezclar los diferentes agentes de relleno antes de añadirlos al recipiente de mezclado. En esta realización específica, sin embargo, puede resultar adicionalmente preferible añadir los componentes de agente de relleno por separado al recipiente de mezclado; incluso puede resultar más preferible añadir primero el polvo de metal y a continuación la ferrita al recipiente de mezclado.

De acuerdo con la presente invención, el componente sólido C consiste en partículas que tengan un tamaño medio de partícula de entre 0,5 y 1000 micrómetros. En una realización preferida, los agentes de relleno tienen un tamaño medio de partícula de entre 3 y 500 micrómetros, más preferiblemente de entre 5 y 300 micrómetros. La selección de partículas de agente de relleno que presenten estas dimensiones de tamaño reducirá el riesgo de mezclado entre las diferentes fases situadas en capas dentro del recipiente de mezclado, y genera una mejor separación de las fases líquidas A y B antes del mezclado.

El término “tamaño medio de partícula” se refiere al tamaño medio de la dimensión más larga en el espacio de las partículas de agente de relleno, obtenida añadiendo los valores de n mediciones individuales por microscopía electrónica de transmisión y a continuación dividiendo el total por n. El tamaño medio de partículas se determina en todos los agentes de relleno presentes, lo que significa que se calcula en la mezcla de diferentes componentes de agente de relleno.

La cantidad de agentes de relleno depende de los requisitos de la aplicación.

El líquido A utilizado en el proceso de la presente invención comprende al menos una resina de epoxi.

Pueden utilizarse diversas resinas conocidas a modo de resina de epoxi, por ejemplo resina epoxi de tipo bisfenol A, resina epoxi de tipo bisfenol F, resina epoxi de tipo bisfenol AD, resina epoxi de tipo bisfenol S, las correspondientes resinas de epoxi hidrogenadas, resina epoxi de tipo glicidiléter, resina epoxi de tipo glicidilamina, resina epoxi de tipo alicíclica, resina epoxi de tipo novolac, tales como resina epoxi de tipo fenólica novolac, resina epoxi de tipo cresólica novolac, resina epoxi modificada con uretano obtenida mediante epoxidización terminal de un prepolímero de uretano, resina de epoxi fluorada, resina de epoxi modificada con polibutadieno – o caucho que contenga NBR-, tetrabromobisfenol A-glicidil éter u otra resina de epoxi retardante de la llama, y similares.

Resinas adicionales que pueden utilizarse son, por ejemplo, productos epoxidizados de resinas de fenol modificadas con diclopentadieno, que se obtienen a través de la reacción de diclopentadieno con diversos tipos de fenol, productos epoxidizados de tetrametilbifenol 2,2',6,6', resinas de epoxi aromáticas, tales como resinas con armazones de naftalina y tipos de resinas de epoxi de fluorina, resinas de epoxi alifáticas, tales como éter diglicidil neopentilglicol y éter diglicidil 1,6 hexanodiol, tipos de resinas de epoxi alicíclicas, tales como 3,4 hepoxiciclohexilmetil-3,4 hepoxiciclohexancarboxilato y bis(3,4 hepoxiciclohexil)adipato, y tipos de resinas epoxi con un heteroanillo como triglicidilsocianurato.

También son preferibles las resinas epoxi que se obtienen a partir de bisfenol A y epiclorhidrina, a partir de fenol y formaldehído(resinas novolac) y epiclorhidrina, glicidil éster, y a partir de epiclorhidrina y p-aminofenol.

Polifenoles adicionales, que reaccionan con epiclorhidrina (o epibromhidrina), para prepolímeros de resina de epoxi adecuados son: resorcina, 1,2 dihidroxibenceno, hidroquinona, bis(4-hidroxifenil)-1,1-isobutano, 4,4'-dihidroxibenzofenona, bis(4-hidroxifenil)-1,1-etano y 1,5-hidroxinaftalina.

Prepolímeros de resina de epoxi adecuados adicionales son poliglicidil éteres de polialcoholes o diaminas. Tales poliglicidil éteres derivan de polialcoholes como etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,4-butilenglicol, trietilenglicol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol o trimetilolpropano.

Resinas de epoxi preferidas adicionales, que están comercializadas y que pueden utilizarse en el presente documento son octadecilenoxida, epiclorhidrina, estiroloxido, vinilciclohexenoxida, glicidol, glicidilmetacrilato, diglicidil éteres de bisfenol A (tales como los comercializados bajo las marcas "Epon 828", "Epon 825", "Epon 1004" y "Epon 1010" por Hexion Specialty Chemicals Inc., "DER-331", "DER-332", "DER-334", "DER-732" y "DER-736" por Dow Chemical Co.), vinilciclohexendioxido, 3,4-epoxiciclohexilmetilo-3,4-epoxiciclohexeno-carboxilato, 3,4-epoxi-6-metilciclohexilmetil-3,4-epoxi-6-metil-ciclohexencarboxileato, bis(3,4-epoxi-6-metilciclohexilmetil)adipato, bis(2,3-epoxi-ciclopentil)éter, alifático, epoxis modificadas con polipropilenglicol, dipentendioxido, polibutadieno epoxidizado (p. ej., Krasol Products de Sartomer), resinas de silicio con funciones de epoxi, resinas de epoxi retardantes a la llama (p. ej., "DER-580" de Dow Chemical Co.), 1-4-butandiol-diglicidiléteres de Novolacs de fenolformaldehído (p. ej. "DEN-431" y "DEN-438" de Dow Chemical Co.), y resorcin-diglicidiléteres (p. ej., "Kopoxite" de Koppers Company Inc.), bis(3,4-epoxiciclohexil)adipato, 2-(3,4-epoxiciclohexil-5,5-espiro-3,4-epoxi)ciclohexan-meta-dioxano, vinilciclohexenmonóxido, 1,2-epoxihexadecano, alquilglicidiléteres, tales como p. ej. C8-C10-alquil-glicidiléter (p. ej., "HELOXY Modifier 7" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), C12-C14-alquil-glicidiléteres (p. ej. "HELOXY Modifier 8" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), C12-C14-alquil-glicidiléteres (p. ej. "HELOXY Modifier 8" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), butilglicidiléteres (p. ej., "HELOXY Modifier 61" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), cresilglicidiléteres (p. ej., "HELOXY Modifier 62" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), p-tert-butilfenil-glicidiléteres (p. ej., "HELOXY Modifier 65" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), glicidiléteres polifuncionales, tales como, p. ej. diglicidiléteres de 1,4-butandiola (p. ej., "HELOXY Modifier 67" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), diglicidiléteres de neopentilglicol (p. ej., "HELOXY Modifier 68" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), diglicidiléteres de ciclohexanedimetanol (p. ej., "HELOXY Modifier 107" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), trimetiloletano-triglicidiléteres (p. ej., "HELOXY Modifier 44" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), trimetilolpropano-triglicidiléteres (p. ej., "HELOXY Modifier 48" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), poliglicidiléteres de polioles alifáticos (p. ej., "HELOXY Modifier 84" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), poliglicoldiepoxida (p. ej., "HELOXY Modifier 32" de Hexion Specialty Chemicals Inc.), bisfenol F-epoxida (p. ej., "EPN-1138" o GY-281" de Huntsman Int. LLC), 9,9-bis-4-(2,3-epoxipropoxi)-fenilfluorenón (p. ej., "EPON 1079" de Hexion Specialty Chemicals Inc.).

Productos comerciales disponibles preferidos adicionales que pueden utilizarse en el presente documento son Araldite® 6010, Araldit® GY-281®, Araldit® ECN-1273, Araldit® ECN-1280, Araldit® MY-720, RD-2 de Huntsman Int. LLC; DEN® 432, DEN® 438, DEN® 485 de Dow Chemical Co., Epon® 812, 826, 830, 834, 836, 871, 872, 1001, 1031, y similares, de Hexion Specialty Chemicals Inc., y HPT® 1071, HPT® 1079 de Hexion Specialty Chemicals Inc., Epi-Rez® 5132 de Hexion Specialty Chemicals Inc., ESCN-001 de Sumitomo Chemical, Quatrex 5010 de Dow Chemical Co., RE 305S de Nippon Kayaku, Epiclon® N673 de DaiNippon Ink Chemistry o Epicote® 152 de Hexion Specialty Chemicals Inc.

En una realización preferida de la presente invención se han obtenido propiedades técnicas sorprendentemente buenas para composiciones de epoxi listas para su uso que contengan más de un tipo de resina epoxi.

Por lo tanto, el líquido A preferiblemente comprende al menos dos tipos de resina epoxi con diferentes pesos moleculares y/o diferentes funcionalidades.

El líquido B que se utiliza dentro del proceso de la presente invención comprende al menos un agente de curación. El agente de curación se selecciona preferiblemente de entre compuestos que reaccionen con las resinas epoxi reactivas sin la adición de ningún tipo de energía de activación.

Agentes de curación adecuados pueden ser aminas alifáticas, aminas cicloalifáticas, aminas aromáticas, poliaminoamidas, imidazoles, aminas modificadas con epoxi, aminas modificadas de Mannich, aminas modificadas

con adición de Michael, ketaminas, anhídridos de ácido, entre otros. Estos agentes de curación pueden utilizarse independientemente o en una combinación de dos o más especies.

5 En otra realización del proceso de la invención, es preferible que el líquido A y/o el líquido B contengan al menos un aditivo adicional. El aditivo adicional puede seleccionarse de entre agentes espesantes, pigmentos, plastificantes, agentes reforzantes y similares.

10 Los plastificantes pueden ser ésteres de ácido ftálico, ésteres de ácido dibásico no aromático y ésteres fosfóricos, entre otros. Como plastificantes del tipo de peso molecular comparativamente alto, pueden mencionarse, entre otros, poliésteres de ácidos dibásicos con un alcohol dihidrico, glicol de polipropileno y sus derivados, y poliestireno. Cada uno de estos plastificantes puede utilizarse independientemente o en una combinación de dos o más especies.

15 Los agentes reforzantes preferidos pueden seleccionarse de entre alquitrán de hulla, bitumen, fibras textiles, fibras de vidrio, fibras de asbestos, fibras de boro, fibras de carbono, silicatos minerales, mica, cuarzo en polvo, óxido de aluminio hidratado, bentonita, wollastonita, caolín, silicio, aerogel y/o elastómeros.

Un aspecto adicional de la presente invención se refiere a un paquete comercial que es un conjunto de partes que comprenden

- 20
- un líquido A ensamblado por separado, que comprende al menos una resina de epoxi,
 - un líquido B ensamblado por separado, que comprende al menos un agente de curación, y
 - un componente sólido C ensamblado por separado, que comprende al menos un agente de relleno seleccionado de entre las ferritas.

25 En este aspecto de la presente invención el componente sólido C consiste en partículas que tengan un tamaño medio de partícula de entre 0, 5 y 1000 micrómetros.

30 Adicionalmente, puede resultar preferible que el conjunto de partes sea adecuado para su uso en un proceso de acuerdo con la presente invención para producir una composición de epoxi lista para su uso que tenga un contenido en agente de relleno de al menos el 55 % de volumen, con respecto a toda la composición lista para su uso.

35 En lo referente a los detalles de las realizaciones preferidas de este aspecto de la presente invención, se hace referencia explícita a los detalles dados a conocer anteriormente con respecto al proceso inventivo, que pueden aplicarse cambiando lo que haya que cambiar.

Una ventaja del conjunto de la invención es que las diferentes partes pueden empaquetarse en grandes cantidades y pueden pesarse en las proporciones necesarias en el momento del uso de acuerdo con las necesidades presentes.

40 En el presente documento también se describe una composición de epoxi lista para su uso, que se ha preparado de acuerdo con el proceso de la invención.

45 En lo referente a los detalles de las realizaciones preferidas de este objeto de la presente invención, se hace referencia explícita a los detalles dados a conocer anteriormente con respecto al proceso inventivo, que pueden aplicarse cambiando lo que haya que cambiar.

La invención se ilustra adicionalmente con los siguientes ejemplos.

Ejemplos

50 Se han preparado las siguientes composiciones:

Fase A

Componentes	Líquido A' de la Invención [g]	Líquido A de Comparación [g]
Neopentilglicol Diglicil éter	2,25	2,25
Epoxi fenólico Novolac	0,10	0,10
Bisfenol A	1,70	1,70
Bisfenol F	2,30	2,30
Mezcla de epoxi modificada NBR/Bisfenol A	0,18	0,18
Silicio Aerosil	0,09	0,09
Solvente rojo 24	0,05	0,05
Polvo de Aluminio (aprox. 5 micrones)	--	1,62

ES 2 534 647 T3

Componentes	Líquido A' de la Invención [g]	Líquido A de Comparación [g]
Ferrita (Co ^{II} O * Fe ₂ O ₃ ; < 500 micrones)	--	81,71
Total	6,67	90,00

Fase B

Componentes	Líquido B' de la Invención [g]	Líquido B de Comparación [g]
Amina alifática modificada	2,09	2,09
Silicio Aerosil	0,05	0,05
Polvo de Aluminio (aprox. 5 micrones)	--	0,78
Ferrita (Co ^{II} O * Fe ₂ O ₃ ; < 500 micrones)	--	27,08
Total	2,14	30,00

5 Fase C

Componentes	Fase C de la Invención [g]
Polvo de Aluminio (aprox. 5 micrones)	2,40
Ferrita (Co ^{II} O * Fe ₂ O ₃ ; < 500 micrones)	108,79
Total	111,19

Cálculo de las proporciones de volumen:

- 10 Densidad del Líquido A': 1,15 g/ml Densidad de Aluminio: 2,70 g/ml
 Densidad del líquido B': 1,00 g/ml Densidad de Ferrita: 7,75 g/ml

Componentes	Cantidad [g]	Volumen [ml]	Proporción de volumen [% volumen]
Fase A (Líquido A')	5,56 ^a	4,83	25,36
Fase B (Líquido B')	1,78 ^a	1,78	9,34
Fase C:			
Polvo de Aluminio	2,00 ^a	0,74	3,88
Ferrita	90,66 ^a	11,70	61,42
Total	100,0	19,05	100,00

^a basado en un total de 100g para la mezcla de A' + B' + C

Ejemplo Comparativo:

- 15 La composición comparativa de epoxi se ha dispensado con

- a) un sistema de cartuchos 2K con mezclador estático y
 b) un tanque de dispensación 2K separado con mezclador dinámico

- 20 Alternativa a)

25 Cuando se llenaron los cartuchos con los líquidos comparativos A y B con un alto contenido de agente de relleno, durante la sedimentación de almacenaje de los agentes de relleno se produjeron con facilidad burbujas y quedaron atrapadas. Sin embargo, resulta complicado remover o vaciar los líquidos dentro de los cartuchos para eliminar las burbujas del material.

30 Dado que el material necesita tener buenas propiedades de flujo para dispensar y mezclar, hubo que calentar los materiales a 60 °C aproximadamente dentro de los cartuchos y/o la unidad de mezclado. El calentamiento aumenta la sedimentación, causando una mezcla no homogénea a dispensar.

 Debido al alto contenido de agente de relleno la mezcla tendrá una elevada resistencia en la mezcladora estática, y será necesaria una gran presión para dispensar la mezcla desde el sistema de cartuchos.

- 35 Una desventaja adicional de utilizar un sistema de cartuchos 2K es la proporción restringida de líquido A con respecto al líquido B.

Alternativa b)

5 Calentar el tanque de dispensación a 60 °C aproximadamente y mantener también las otras partes del sistema a una temperatura elevada resulta necesario para asegurar un buen flujo para la aplicación. Sin embargo, el calentamiento aumenta la sedimentación de los agentes de relleno. Al remover los materiales quedaron atrapadas burbujas y aún se produjo cierta sedimentación, lo que provocó la dispensación de una mezcla no homogénea.

La proporción del líquido A y el líquido B no puede controlarse fácilmente, lo que llevará a inconsistencias.

10 Proceso de la invención

15 Se desairearon los líquidos de la invención A' y B' sin agentes de relleno, y primero se llenó con el líquido B' un recipiente dispensador equipado con unos dispositivos que contaban con función tanto de rotación como de revolución. A continuación se cubrió el líquido B' con agentes de relleno de ferrita y/u otros agentes de relleno (Fase C). Tras esto, se añadió cuidadosamente el líquido A'. Se aseguró que el líquido A' y el líquido B' no entraran en contacto mutuo. A continuación se mezclaron y desairaron los componentes colocados en capas durante 2 a 5 minutos aproximadamente. Durante este proceso, la mezcla se puso bastante caliente debido a la fricción de los agentes de relleno, por lo que fue necesario controlar la condición de mezclado (se controló la temperatura para que no excediera 60 °C, dado que a esta temperatura la mezcla de epoxi comienza a curarse). A continuación se aplicó rápidamente la mezcla resultante debido a la subsiguiente curación.

25 Una vez que prácticamente se evitó la sedimentación mezclada mediante el aumento de la viscosidad (debido a la curación lenta que se produjo al mezclar entre sí el líquido A' y el líquido B' y debido a la curación térmica adicional).

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para la producción de una composición de epoxi lista para su uso que tenga un contenido de agente de relleno de al menos el 55% del volumen con respecto a la composición total de epoxi lista para su uso, que comprende:
- proporcionar un líquido A, que comprenda al menos una resina de epoxi,
 - proporcionar un líquido B, que comprenda al menos un agente de curación,
 - proporcionar un componente sólido C, que comprenda al menos un agente de relleno seleccionado de entre las ferritas,
 - en el cual en una primera etapa se llena un recipiente de mezclado con uno de los líquidos A o B,
 - en una segunda etapa se deposita el componente sólido C encima del líquido en el recipiente de mezclado,
 - en una tercera etapa se deposita el líquido restante A o B encima del componente sólido C, y
 - en una cuarta etapa se mezclan los componentes para obtener la composición de epoxi lista para su uso,
- 10 15 caracterizado por que el componente sólido C consiste en partículas que tienen un tamaño medio de partícula de entre 0,5 y 1000 micrómetros.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el líquido A y/o el líquido B se desairean antes de su deposición en el recipiente de mezclado.
- 20 3. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el procedimiento de mezclado se lleva a cabo al vacío y/o a una temperatura de entre 20 °C y 60 °C.
4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el agente de relleno de ferrita se selecciona del grupo que consiste en ferritas de la fórmula general
- 25
$$M^{II} Fe^{III}_2O_4 \text{ o } M^{II}O * Fe_2O_3,$$
- en donde M se selecciona del grupo consistente en Mn, Co, Ni, Mg, Ca, Cu, Zn, Y, Sn, Cd, Sr, Ti, Cr, Mo y V.
- 30 5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el componente sólido C comprende al menos un agente de relleno seleccionado de entre óxido de aluminio, óxido de magnesio, óxido de cinc, óxido de titanio, óxido de silicio, hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio, nitruro de silicio, nitruro de aluminio, nitruro de boro, carburo de silicio, aluminio, cobre, grafito, níquel y/o plata.
- 35 6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el líquido A comprende al menos dos tipos diferentes de resina de epoxi.
7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 6, en el cual al menos dos tipos diferentes de resina de epoxi presentan diferentes pesos moleculares y/o diferentes funcionalidades y/o diferentes pesos equivalentes de epoxi.
- 40 8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el líquido A contiene al menos un aditivo adicional, seleccionado de entre agentes espesantes, pigmentos, plastificantes, y agentes reforzantes.
- 45 9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el líquido B contiene al menos un aditivo adicional, seleccionado de entre agentes espesantes, pigmentos, plastificantes, y agentes reforzantes.
- 50 10. Un conjunto de partes que comprende
- un líquido A ensamblado por separado, que comprende al menos una resina de epoxi,
 - un líquido B ensamblado por separado, que comprende al menos un agente de curación, y
 - un componente sólido C ensamblado por separado, que comprende al menos un agente de relleno seleccionado de entre las ferritas
- 55 caracterizado por que el componente sólido C consiste en partículas que tienen un tamaño medio de partícula entre 0, 5 y 1000 micrómetros.