

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 556 755**

51 Int. Cl.:

C08G 79/04 (2006.01)

C08G 59/56 (2006.01)

C08L 63/00 (2006.01)

C09J 163/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.11.2012 E 12798571 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.09.2015 EP 2785769**

54 Título: **Composición de epoxi endurecedora y composiciones derivadas de la misma**

30 Prioridad:

30.11.2011 US 201161565310 P

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

20.01.2016

73 Titular/es:

**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY
(100.0%)**

**3M Center Post Office Box 33427
Saint Paul MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:

ELGIMIABI, SOHAIB

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 556 755 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

Composición de epoxi endurecedora y composiciones derivadas de la misma

5 **Campo de la divulgación**

Esta divulgación se refiere a composiciones epoxídicas endurecedoras, a composiciones epoxídicas curables que contienen dichas composiciones endurecedoras, a las composiciones endurecidas resultado del endurecimiento de dichas composiciones epoxídicas curables, y el uso de cualquiera de las anteriores en diferentes aplicaciones incluyendo compuestos de encapsulado.

Sumario de la divulgación

En resumen, la presente divulgación proporciona un endurecedor epoxídico que comprende: a) una base de Lewis, b) nitrato de calcio, y c) una sal de poliaminoamida.

La presente divulgación proporciona adicionalmente una composición que es una mezcla obtenida por mezclado de: I) una resina epoxídica curable, y II) un endurecedor epoxídico que comprende: a) una base de Lewis, b) nitrato de calcio, y c) una sal de poliaminoamida. Dichas composiciones pueden tener una baja viscosidad adecuada para extrusión a temperatura ambiente. La composición puede incluir adicionalmente un retardante de llama. La composición puede incluir adicionalmente una carga de baja densidad.

La presente divulgación proporciona adicionalmente composiciones endurecidas que son el resultado del endurecimiento de la mezcla según cualquiera de las realizaciones anteriores. Las composiciones endurecidas suelen tener una densidad menor de 1,0 gramos/cm³, más típicamente menor de 0,9 gramos/cm³, más típicamente menos de 0,8 gramos/cm³, más típicamente menos de 0,7 gramos/cm³, más típicamente menos de 0,69 gramos/cm³, y más típicamente menos de 0,68 gramos/cm³. Las composiciones endurecidas suelen tener una resistencia a compresión mayor de 20 MPa, más típicamente mayor de 25 MPa, más típicamente mayor de 30 MPa, más típicamente mayor de 33 MPa, y más típicamente mayor de 35 MPa. Las composiciones endurecidas suelen tener una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 8 MPa, más típicamente mayor de 9 MPa, más típicamente mayor de 10 MPa, y más típicamente mayor de 10,3 MPa.

Descripción Detallada

La presente divulgación se refiere a composiciones epoxídicas endurecedoras y composiciones epoxídicas curables que contienen estas composiciones endurecedoras, las composiciones endurecidas resultantes de lo anterior, y sus usos en diferentes aplicaciones entre las que se incluyen como compuestos de encapsulado.

En una realización, la presente divulgación se refiere a un endurecedor epoxídico que comprende: a) una base de Lewis, b) nitrato de calcio, y c) una sal de poliaminoamida. La presente divulgación contempla el uso tanto de un acelerador que es una base de Lewis como de nitrato de calcio como acelerador para conseguir una elevada tasa de endurecimiento en una resina epoxídica. Además, la presente divulgación contempla la adición de una sal de poliaminoamida que puede reducir el engrosamiento (aumento viscoso) que se puede producir durante el almacenamiento o el uso de un endurecedor que contiene ambos aceleradores, tanto la base de Lewis como el nitrato de calcio. Además, la presente divulgación contempla la adición de una sal de poliaminoamida que puede reducir el engrosamiento (aumento viscoso) que se puede producir durante el almacenamiento o el uso de un endurecedor que contiene ambos aceleradores, tanto la base de Lewis como el nitrato de calcio y que contienen adicionalmente una carga elevada de materiales de carga de baja densidad.

En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran un endurecimiento rápido a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de 10 minutos a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de 20 minutos a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de 30 minutos a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de una hora a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de dos horas a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de diez horas a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de 24 horas a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de 48 horas a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se han endurecido lo suficiente para poderse manipular al cabo de siete días a temperatura ambiente.

65

- 5 En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria resisten el engrosamiento (aumento viscoso) durante el almacenamiento. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria aumentan su viscosidad en una cantidad no superior al 20% durante un periodo de almacenamiento de 90 días a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria aumentan su viscosidad en una cantidad no superior al 10% durante un periodo de almacenamiento de 90 días a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria aumentan su viscosidad en una cantidad no superior al 5% durante un periodo de almacenamiento de 90 días a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria aumentan su viscosidad en una cantidad no superior al 20% durante un periodo de almacenamiento de 10 días a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria aumentan su viscosidad en una cantidad no superior al 10% durante un periodo de almacenamiento de 10 días a temperatura ambiente. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria aumentan su viscosidad en una cantidad no superior al 5% durante un periodo de almacenamiento de 10 días a temperatura ambiente.
- 10
- 15 En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una elevada resistencia a la compresión, medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a la compresión mayor de 20 MPa. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a la compresión mayor de 25 MPa. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a la compresión mayor de 30 MPa. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a la compresión mayor de 33 MPa. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a la compresión mayor de 35 MPa.
- 20
- 25 En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una elevada resistencia a cizalladura de la superficie solapada, medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 8 MPa. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 9 MPa. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 10 MPa. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 10,3 MPa.
- 30
- 35 En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una elevada resistencia a la tracción en aplicaciones de encapsulado, medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes para el ensayo de resistencia a la tracción con tirones sobre el recorte. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia mayor de 10 N (100 kg). En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia mayor de 11 N (110 kg). En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia mayor de 12 N (120 kg). En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una resistencia mayor de 13 N (130 kg).
- 40
- 45 En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria tienen una viscosidad tal que se pueden extrudir con una velocidad de extrusión suficientemente elevada en aplicaciones prácticas, medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se pueden extrudir a una velocidad de al menos 19 N/m (50 gramos/mm), medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se pueden extrudir a una velocidad de al menos 29 N/m (75 gramos/mm), medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se pueden extrudir a una velocidad de al menos 40 N/m (100 gramos/mm), medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se pueden extrudir a una velocidad de al menos 42 N/m (110 gramos/mm), medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se pueden extrudir a una velocidad de al menos 46 N/m (120 gramos/mm), medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se pueden extrudir a una velocidad de al menos 50 N/m (130 gramos/mm), medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se pueden extrudir a una velocidad de al menos 52 N/m (135 gramos/mm), medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes.
- 50
- 55
- 60 En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una baja densidad después del endurecimiento, medida tal como se describe en los Ejemplos siguientes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una densidad después del endurecimiento menor de 1,0 gramos/cm³. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una densidad después del endurecimiento menor de 0,9 gramos/cm³. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una densidad después del endurecimiento menor de 0,8 gramos/cm³. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una densidad después del endurecimiento menor de 0,7 gramos/cm³. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una densidad después del endurecimiento menor de 0,69 gramos/cm³. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una
- 65

densidad después del endurecimiento menor de 0,68 gramos/cm³. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria muestran una densidad después del endurecimiento menor de 0,67 gramos/cm³. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria incluyen adicionalmente cargas de baja densidad que, en algunas realizaciones pueden incluir microesferas, que pueden incluir en algunas realizaciones microesferas de vidrio, microesferas poliméricas, o combinaciones de las mismas.

En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria incluyen adicionalmente componentes retardantes de la llama. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria cumplen la normativa de la FAA sobre retardantes de llama del 1 de noviembre de 2011. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria cumplen la normativa de REACH sobre retardantes de llama del 1 de noviembre de 2011. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria pasan el ensayo de retardo de la llama descrito en los Ejemplos siguientes.

En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria incluyen adicionalmente pigmentos y colorantes. En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria incluyen adicionalmente agentes o modificadores de la viscosidad.

En algunas realizaciones, los materiales proporcionados en la presente memoria se utilizan para encapsulación de hardware en inserciones usadas en paneles que pueden incluir paneles con núcleo en forma de panel.

Las realizaciones representativas de la presente memoria descriptiva pueden incluir, sin limitación, las siguientes realizaciones numeradas.

1. Una composición que es un endurecedor epoxídico que comprende:
 - a) una base de Lewis,
 - b) nitrato de calcio, y
 - c) una sal de poliaminoamida.
2. Una composición que es una mezcla obtenida por mezclado de:
 - I) una resina epoxídica curable,
 - II) un endurecedor epoxídico que comprende:
 - a) una base de Lewis,
 - b) nitrato de calcio, y
 - c) una sal de poliaminoamida.
3. Una composición que es el resultado de la reacción del endurecedor epoxídico de la realización 1 con una resina epoxídica.
4. Una composición que es el resultado del endurecimiento de la mezcla según la realización 2.
5. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-4 que adicionalmente comprende un retardante de la llama.
6. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-5 que adicionalmente comprende una carga de baja densidad.
7. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-6 que tiene una densidad menor de 1,0 gramos/cm³.
8. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-6 que tiene una densidad menor de 0,9 gramos/cm³.
9. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-6 que tiene una densidad menor de 0,8 gramos/cm³.
10. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-6 que tiene una densidad menor de 0,7 gramos/cm³.
11. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-6 que tiene una densidad menor de 0,69 gramos/cm³.
12. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-6 que tiene una densidad menor de 0,68 gramos/cm³.

13. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-12 que tiene una resistencia a la compresión mayor de 20 MPa.
- 5 14. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-12 que tiene una resistencia a la compresión mayor de 25 MPa.
15. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-12 que tiene una resistencia a la compresión mayor de 30 MPa.
- 10 16. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-12 que tiene una resistencia a la compresión mayor de 33 MPa.
- 15 17. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-12 que tiene una resistencia a la compresión mayor de 35 MPa.
18. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-17 que tiene una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 8 MPa.
- 20 19. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-17 que tiene una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 9 MPa.
- 20 20. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-17 que tiene una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 10 MPa.
- 25 21. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-17 que tiene una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 10,3 MPa.
- 30 22. Una composición según cualquiera de las realizaciones 3-21 que tiene una baja viscosidad adecuada para extrusión a temperatura ambiente.

Los objetos y ventajas de la presente memoria se ilustran adicionalmente en los siguientes ejemplos.

Ejemplos

- 35 Salvo que se indique otra cosa, todos los reactivos se obtuvieron o pueden obtenerse de Sigma-Aldrich Company, St. Louis, Missouri, EE. UU., o pueden sinterizarse por métodos conocidos. Salvo que se indique otra cosa, todas las relaciones son en porcentaje en peso.

40 Se usan las siguientes abreviaturas para describir los ejemplos:

°F:	grados Fahrenheit
°C:	grados centígrados
cm:	centímetros
in/min:	pulgadas/minuto
kg:	kilogramo
KPa:	kilopascales
Kpsi:	kilolibras por pulgada cuadrada
lb:	libras
MPa:	megapascales
mg:	miligramos
mil:	25-8 centímetros (10-3 pulgadas)
ml:	mililitros
mm:	milímetros
mm/min.	milímetros/minuto
psi:	libras por pulgada cuadrada

Materiales utilizados.

- 45 ANCAMINE K54: Tris-2,4,6-dimetilaminometil-fenol, obtenido de Air Products and Chemicals, Inc., Allentown, Pennsylvania, EE. UU.

ES 2 556 755 T3

APYRAL SM 200: Trihidróxido de aluminio blanco, obtenido de Nabaltech AG, Schwandorf, Alemania.

5 BYK-W 966: Solución con un 52% en sólidos de poliaminoamidas insaturadas y poliésteres ácidos, obtenido de BYK-Chemie GmbH, Wesel, Alemania.

BYK-W 9010: Éster de ácido fosfórico con un 100% de sólidos que tiene un valor ácido de 129 mg de hidróxido de potasio/gramo, obtenido de BYK-Chemie GmbH.

10 NITRATO DE CALCIO TETRAHIDRATO: Obtenido de Acros Organics, BVBA, Geel, Bélgica.

VIOLETA DE CRISTAL: Obtenido de Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri, EE. UU.

15 DISPARLON 6500: Una cera de poliamida, obtenida de King Industries, Norwalk, Connecticut, EE. UU.

DUALITE MS 700: Microesferas poliméricas, obtenido de Lehman & Voss Company, Hamburgo, Alemania.

EPIKOTE 232: Una resina epoxídica de viscosidad media-baja que consiste en una mezcla de bisfenol A y una resina de bisfenol F, obtenido de Momentive Performance Materials Holdings, LLC, Columbus Ohio.

20 EPODIL 757: 1,4-Ciclohexandimetanoldiglicidil éter, obtenido de Air Products and Chemicals Inc., Allentown, Pennsylvania, EE. UU.

25 GLASS BUBBLES D32/4500: Burbujas de vidrio que tienen una densidad de 0,32 gramos/cm³ y una resistencia al aplastamiento isostático de 31,03 MPa (4500 libras/pulgada²).

DIÓXIDO DE TITANIO: Obtenido con la designación comercial "KONOS 1230" de Kronos Worldwide, Inc., Dallas, EE. UU.

30 TTD: 4,7,10-Trioxa-1,13-tridecano-diamina, obtenido de BASF, Ludwigshafen, Alemania. Z6040: 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano, obtenido de Dow Corning GmbH, Wiesbaden, Alemania

Ejemplo 1.

35 Preparación de la Parte A:

28,5 gramos de TTD y 9,5 gramos de Epikote 232 se introdujeron en un reactor de vidrio y la mezcla se agitó durante 15 minutos a 23 °C. La mezcla se calentó después a 80 °C y se mantuvo con agitación continua durante 60 minutos. Se añadieron 2 gramos de nitrato de calcio tetrahidrato y 14 gramos de Ancamine K45 y la agitación continuó durante 40 30 minutos más, después de lo cual, la mezcla se dejó enfriar de nuevo a 23 °C. Se dispersó 1 gramo de BYK W-966 hasta homogeneidad usando un mezclador de alta velocidad, modelo "DAC 150 FVZ", obtenido de Hauschild Engineering & Co. KG, Hamm, Alemania, durante 1 minuto a 3000 rpm. Se añadieron 29,4 gramos de Apyral SM 200, 0,01 gramos de Crystal Violet, 14,5 gramos de burbujas de vidrio 32/4500 y 1 gramo de Dualite MS700 en intervalos de un minuto y se dispersó hasta homogeneidad. Posteriormente, la Parte A se desgasificó antes del uso.

45 Preparación de la Parte B:

1,2 gramos de Disparlon 6500 se dispersaron durante 1 minuto en 18,8 gramos de Epikote 232 usando el mezclador de alta velocidad a 3000 rpm y 23 °C. Después, la mezcla se calentó a 90 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 60 minutos en un horno, transcurrido el tiempo, se extrajo y se dejó enfriar de nuevo a 23 °C. Se añadieron 50 1,5 gramos de BYK W-9010, 18 gramos de Epodil 757, 3 gramos de Z6040, 34,5 gramos de Apyral SM 200, 1 gramo de dióxido de titanio, 21 gramos de burbujas de vidrio D32/4500 y 1 gramo de Dualite MS 700 en intervalos de un minuto y se dispersó hasta homogeneidad usando el mezclador de alta velocidad a 3000 rpm. Posteriormente, la Parte B se desgasificó antes del uso.

55 Ejemplo comparativo 2 y Ejemplo 3.

El Ejemplo comparativo 2 y el Ejemplo 3 se prepararon según el método descrito de forma general en el Ejemplo 60 1, según las composiciones relacionadas en la Tabla 1.

65

Tabla 1

Composiciones Parte A y Parte B (gramos)			
Parte A	Ejemplo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo 3
TTD	28,5	28,5	28,5
Epikote 232	9,5	9,5	9,5
Nitrato de calcio tetrahidrato	2,0	2,0	2,0
BYK W-966	1,0	0	1,0
Apryal SM 200	29,4	29,4	29,4
Violeta de cristal	0,01	0,01	0,01
Ancamine K54	14,0	14,0	14,0
Burbujas de vidrio D32/4500	14,5	14,5	0
Dualite MS 700	1,0	1,0	0
Parte B	Ejemplo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo 3
Epikote 232	18,8	18,8	18,8
Disparlon 6500	1,2	1,2	1,2
Epodil 757	18,0	18,0	18,0
Epoxy Silane Z6040	3,0	3,0	3,0
BYK W-9010	1,5	1,5	1,5
Apryal SM 200	34,5	34,5	34,5
Dióxido de titanio	1,0	1,0	1,0
Burbujas de vidrio D32/4500	21,0	21,0	0
Dualite MS 700	1,0	1,0	0

Métodos de ensayo.

5 Se llevaron a cabo los siguientes ensayos sobre los Ejemplos de adhesivos. Los resultados recogidos en la Tabla 2 representan un promedio de tres especímenes de ensayo por adhesivo.

Resistencia a la compresión y módulo de compresión.

10 La resistencia a la compresión se midió según la norma ASTM D695 de la siguiente forma. Un cartucho de 200 ml, con una cámara doble 2:1, obtenido de Mix Pac Systems, AG, Rotkreuz, Suiza, se rellenó manualmente con la Parte B y la Parte A en una relación 2:1. Una boquilla mezcladora, de tipo "MC 13-18", se ajustó al cartucho y se extrudieron aproximadamente 50 gramos de la mezcla a una presión de 400 kilopascales (4 bares) al interior de un molde revestido de TeflónTM que tiene las dimensiones de 12,7 mm (altura) x 12,7 mm (anchura) x 25 mm (longitud). Después, la mezcla de dejó endurecer durante un mínimo de 7 días a 23 °C en el molde antes de extraerla. La muestra de ensayo endurecida se introdujo en un instrumento de tensión de compresión, modelo "Z030" obtenido de Zwick GmbH & Co, y se comprimió a lo largo de su eje 25 mm a una velocidad constante de la cruceta de 1,27 mm/minuto (0,05 pulgadas/minuto). La resistencia a la compresión se determinó dividiendo la carga final por el área de la sección transversal y se indicó en Kpsi. El módulo de compresión se determinó trazado una línea recta tangente a la parte lineal inicial de la curva de deflexión bajo carga, y a continuación dividiendo la pendiente de la línea recta por el área de la sección transversal del espécimen.

Resistencia a cizalladura cohesiva.

25 Una tira de aluminio de 100 x 25 x 1,6 mm de tipo "2024 T3 CLAD", obtenido de Rocholl GmbH, Aglasterhausen, Alemania, se decapó durante 15 min. a 70 °C en un baño de ácido crómico-ácido sulfúrico que tiene la siguiente composición:

- 30 27,5 por ciento en peso de ácido sulfúrico
7,5 por ciento en peso de cromato de sodio deshidratado
65,0 por ciento en peso de agua desalinizada
- 35 0,5 gramos/litro de aluminio
1,5 gramos/litro de sulfato de cobre(II) pentahidratado

40 La tira de aluminio decapada se enjuagó varias veces con agua desionizada y se secó con un paño. Con el sistema MixPac, se aplicaron aproximadamente 5 gramos de adhesivo en un extremo de la tira de aluminio según el método

utilizado en el ensayo de resistencia a la compresión. A continuación, una segunda tira de aluminio se presionó sobre el adhesivo para formar una superficie solapada de 10 mm y el exceso de adhesivo se eliminó con una espátula limpia. Las tiras de aluminio solapadas se pinzaron entre sí en la sección de la superficie solapada usando clips de unión de capacidad, y el montaje unido se endureció a continuación a 21 °C y a humedad ambiental durante 7 días. La tira unida se insertó en un sistema de ensayo de resistencia a la tracción, modelo “Z050” obtenido de Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, Alemania, y se midió la resistencia a la cizalladura cohesiva según la norma DIN EN 2243-1 (2005), a una velocidad de la cruceta de 10 mm/min. La resistencia cohesiva se notifica en kilopondios por pulgada cuadrada (Kpsi).

Ensayo de desplazamiento de la inserción

Se practicó un orificio de 1,27 cm (0,5 pulgadas) en el centro de una sección de 1,27 x 7,62 x 7,62 cm (0,5 x 3 x 3 pulgadas) de un panel sándwich en forma de panel. Se introdujo una inserción en el orificio, y se inyectó una muestra del adhesivo en el hueco entre el fijador y el orificio usando el sistema MixPac descrito anteriormente. A continuación, el adhesivo se endureció a aproximadamente 21,1 °C (70 °F) durante 48 horas, seguido de 1 hora a 48,9 °C (120 °F). Tras enfriar a 21,1 °C (70 °F), se roscó una varilla en la parte roscada de la máquina del fijador, que a continuación se unió a una mordaza del equipo de tracción.

La fuerza pico máxima, notificada en libras, necesaria para soltar el fijador se determinó a continuación a una velocidad de estiramiento de 1,27 mm/min (0,05 pulgadas/minuto).

Densidad.

La densidad del material endurecido se determinó según la norma ASTM D-1622. Los resultados se notifican en gramos/cm³.

Inflamabilidad.

Usando el sistema MixPac, se relleno un molde de silicona que medía 1,27 x 1,27 x 12 cm con el Ejemplo 1, se endureció a 21,1 °C (70 °F) durante 48 horas, después se sometió a un ensayo de inflamabilidad según la norma 14 CFR 25.853(a)(i).

Tabla 2

Prueba	Ejemplo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo 3
Densidad del material endurecido (gramos/cm ³)	0,66	0,66	1,20
Velocidad de extrusión (N/140 m (gramos/mm)	54 (140)	7 (20)	56,0 (145)
Fuerza de compresión (Kpsi/MPa)	5,3/36,54	NM	5,0/34,47
Módulo de compresión (Kpsi/MPa)	250/1723	NM	156/1.076
Resistencia a cizalladura en superficie solapada (Kpsi/MPa)	1,5/10,34	NM	1,5/10,34
Resistencia a la tracción con tirones sobre el recorte N/Kg (lb/Kg)	128/130,6 (288/130,6)	NM	120/122,5 (270/122,5)
Inflamabilidad	Aprobado	NM	Aprobado

NM = No medido

El material del Ejemplo 1 incluyó la sal de poliaminoamida (BYK-W 966) y las cargas de baja densidad (Burbujas de vidrio D32/4500 y Dualite MS 700). En comparación con el material del Ejemplo 3, que incluyó la sal de poliaminoamida pero no las cargas de baja densidad, el material del Ejemplo 1 presenta un ahorro de peso (reducción en la densidad) del 45% reteniendo al mismo tiempo características de resistencia similares. El material del Ejemplo comparativo 2, que incluía las cargas de baja densidad pero no la sal de poliaminoamida, resultó ser tremendamente viscoso y por tanto no se podía utilizar de forma práctica.

REIVINDICACIONES

1. Una composición que es un endurecedor epoxídico que comprende:
 - 5 a) una base de Lewis,
 - b) nitrato de calcio, y
 - 10 c) una sal de poliaminoamida.
2. Una composición que es una mezcla obtenida por mezclado de:
 - 15 I) una resina epoxídica curable,
 - II) un endurecedor epoxídico que comprende:
 - 20 a) una base de Lewis,
 - b) nitrato de calcio, y
 - 25 c) una sal de poliaminoamida.
3. Una composición que es el resultado del endurecimiento de la mezcla según la reivindicación 2.
- 25 4. Una composición según la reivindicación 3 que adicionalmente comprende un retardante de la llama.
5. Una composición según la reivindicación 3 que adicionalmente comprende una carga de baja densidad.
6. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 3-5 que tiene una densidad menor de 1,0 gramos/cm³.
- 30 7. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 3-5 que tiene una densidad menor de 0,7 gramos/cm³.
8. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 3-7 que tiene una resistencia a la compresión mayor de 30 MPa.
- 35 9. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 3-8 que tiene una resistencia a cizalladura de la superficie solapada mayor de 8 MPa.
- 40 10. Una composición según la reivindicación 2 que tiene una baja viscosidad adecuada para extrusión a temperatura ambiente.