

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 576 277**

51 Int. Cl.:

C08J 5/24 (2006.01)

C08K 5/49 (2006.01)

C08L 79/04 (2006.01)

C08L 79/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.01.2011** **E 11703098 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.03.2016** **EP 2539391**

54 Título: **Materiales compuestos de resina de éster de cianato endurecida con termoplástico con propiedades de baja liberación de calor**

30 Prioridad:

26.02.2010 US 713534

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

06.07.2016

73 Titular/es:

HEXCEL CORPORATION (100.0%)
11711 Dublin Boulevard
Dublin, California 94568, US

72 Inventor/es:

WANG, YEN-SEINE y
WU, YI-JUI

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 576 277 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

Materiales compuestos de resina de éster de cianato endurecida con termoplástico con propiedades de baja liberación de calor

5 Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

10 La presente invención se refiere de forma general a materiales compuestos que contienen una resina de éster de cianato endurecida con termoplástico como la matriz de resina. Estos materiales compuestos de alta resistencia son adecuados para su uso como estructuras primarias en aeronaves y en otras aplicaciones de soporte de carga. La presente invención se refiere a las propiedades de dichos materiales compuestos cuando se queman. En particular la invención implica proporcionar dichos materiales compuestos de éster de cianato endurecidos con termoplástico
15 que tienen unas propiedades de baja liberación de calor y unos tiempos de autoextinción cortos.

2. Descripción de la técnica relacionada

20 Las resinas de éster de cianato que están reforzadas con un material fibroso, tales como fibra de vidrio o de carbono, se usan en una gran diversidad de situaciones en las que se requiere una elevada resistencia estructural y un bajo peso. Los materiales compuestos que usan en una matriz de resina de éster de cianato de alto rendimiento son especialmente populares en la industria aeroespacial, en la que el peso y la resistencia estructural son importantes consideraciones de ingeniería y de diseño. Las resinas de éster de cianato de alto rendimiento normalmente incluyen uno o más materiales termoplásticos que proporcionan un "endurecimiento" de la resina de
25 éster de cianato. Aunque dichos materiales compuestos de resina de éster de cianato de alto rendimiento son deseables debido a su relativamente elevada proporción entre resistencia y peso, presentan algunos problemas específicos con respecto a la liberación de calor, la inflamabilidad y otras propiedades de combustión.

30 Un objetivo principal en el desarrollo de formulaciones de materiales compuestos de resina de éster de cianato de alto rendimiento es limitar la cantidad de calor que es liberada durante su combustión, sin reducir al mismo tiempo la resistencia estructural de la pieza de material compuesto curada. Esto es especialmente importante para las estructuras primarias y las partes que están ubicadas en las áreas interiores de la aeronave. También es importante que cualquier intento de reducir la liberación de calor no afecte negativamente a las propiedades de la resina de éster de cianato sin curar, tales como la adhesividad y la viscosidad. La adhesividad y la viscosidad de la resina sin
35 curar son especialmente importantes cuando se usa la resina de éster de cianato para la elaboración de un preimpregnado, que es un material intermedio común usado en la fabricación de partes aeroespaciales.

40 Los requisitos de liberación de calor para los materiales compuestos, que se usan en el interior de una aeronave, están establecidos en el Federal Aviation Administration (FAA) Aircraft Materials Fire Test Handbook (14 C.F.R. 25.853 (d), Apéndice F, Parte 1) y en el BOEING Specification Support Standard BSS - 7322. Se mide la tasa total de liberación de calor durante la combustión de una muestra de prueba, así como el pico de la tasa de liberación de calor durante el proceso de combustión. El ensayo estándar usado para la determinación de los requisitos de liberación de calor para los materiales compuestos expuestos a calor radiante es el ensayo de liberación de calor de la Ohio State University (OSU). Es deseable proporcionar materiales compuestos de resina de éster de cianato que
45 tengan una tasa de liberación de calor total de la OSU a los dos minutos de menos de 65 kilovatios-minutos por metro cuadrado (kw-min/m^2) y un pico de la tasa de liberación de calor de la OSU que es menor de 65 kw-min/m^2 . Estos dos valores de la OSU son los requisitos mínimos establecidos por el 14 C.F.R. 25.853 (d), Apéndice F Parte IV, para partes interiores de aeronaves elaboradas a partir de materiales compuestos.

50 La resistencia a la inflamabilidad superficial también es una importante área de preocupación para los materiales compuestos de resina de éster de cianato de alto rendimiento. Es importante que una parte de un material compuesto de resina de éster de cianato, que esté en el fuego, sea capaz de autoextinguirse una vez que desaparece la fuente de calor y/o la llama. La capacidad de autoextinción es una consideración especialmente importante para las estructuras primarias y las partes ubicadas en las áreas interiores de una aeronave. También es
55 un objetivo importante que los formuladores de una resina de éster de cianato desarrollen resinas de éster de cianato que se usan en la elaboración de materiales compuestos que se autoextingan en el periodo de tiempo más corto posible, manteniendo al mismo tiempo la resistencia estructural de la pieza de material compuesto terminada a los niveles necesarios para las aplicaciones aeroespaciales. El mismo requisito de que la adhesividad y la viscosidad de la resina de éster de cianato sin curar no se vean afectados negativamente se aplica con respecto a los intentos
60 de formular resinas de éster de cianato con unos tiempos de autoextinción cortos.

La United States Federal Aviation Administration ha establecido las normativas y los requisitos de resistencia al fuego de las partes y los materiales interiores de las aeronaves. Estos requisitos se establecen en el 14 C.F.R. 25.853 (a). Un requisito es que el material de material compuesto sea capaz de autoextinguirse una vez que se retira la fuente de llama. Los procedimientos de ensayo para la medición del tiempo de autoextinción para resinas de éster de cianato también están establecidos en el FAA Aircraft Materials Fire Test Handbook (FAR 25.853, Apéndice F,
65

Parte 1) y en el BOEING Specification Support Standard BSS-7230 (Revisión H), que está reconocido en la industria aeroespacial como el método de ensayo estándar. Sería deseable proporcionar materiales compuestos de resina de éster de cianato de alto rendimiento en los que los tiempos de autoextinción fueran lo más cortos posible, y al menos por debajo de 15 segundos. Un tiempo de autoextinción de 15 segundos es el máximo permitido para las partes de aeronaves de material compuesto que cumplen con el 14 C.F.R. 25.853 (a).

El documento EP 0 945 477 A1 desvela composiciones termoendurecidas basadas en un éster de cianato.

El documento JP2003128785 A desvela una composición de resina termoendurecida pirorretardante, y un preimpregnado, una película de aislamiento eléctrico, un panel laminado, una lámina metálica recubierta con resina y un panel cableado multicapa, cada uno mediante el uso de la misma, y un método para la producción de la misma. Eamor M Woo Et al; Macromolecules, American Chemical Society, EE.UU., vol. 27, n.º 19, 1994-09-12, páginas 5291 - 5296 desvela un modelo con pruebas experimentales de la morfología de mezclas binarias de un policianato termoendurecido con termoplásticos.

Sumario de la invención

De acuerdo con la invención se proporciona una pieza de material compuesto y un método para la elaboración de un preimpregnado según se define en una cualquiera de las reivindicaciones anexas.

De acuerdo con la presente invención, se descubrió que las composiciones de resina de éster de cianato, que tienen una mezcla particular de agentes de endurecimiento termoplástico, pueden ser combinadas con un soporte fibroso y curadas para proporcionar materiales compuestos que tienen unas bajas tasas de liberación de calor de la OSU y unos tiempos de autoextinción cortos cuando se comparan con los materiales compuestos endurecidos de resina de éster de cianato de alto rendimiento existentes.

Las composiciones de la presente invención están formadas por un refuerzo fibroso y una matriz de resina que contiene desde el 50 hasta el 80 por ciento en peso de un componente de resina de éster de cianato que incluye una o más resinas de éster de cianato. La resina de matriz también incluye desde el 10 hasta el 40 por ciento en peso de una mezcla termoplástica que comprende polieterimida y poliamidaimida en la que la proporción ponderal entre la polieterimida y la poliamidaimida es desde 5:1 hasta 1:1. También está incluido un agente de curación en una cantidad que varía desde el 0 hasta el 10 por ciento en peso.

La presente invención cubre un preimpregnado y otras composiciones que incluyen la matriz de resina sin curar o curada parcialmente y un refuerzo fibroso. Además, la invención cubre piezas de material compuesto curadas en las que la matriz de resina se ha curado. Las piezas de material compuesto son adecuadas para su uso como estructura primaria en una aeronave y en otras aplicaciones de soporte de carga en las que se requiere una elevada resistencia. Las partes y las estructuras elaboradas mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención son particularmente adecuadas para su uso como estructuras primarias que están ubicadas en el interior de la aeronave.

La invención también cubre métodos para la elaboración de composiciones que contienen una resina de matriz sin curar y un soporte fibroso, así como partes y productos curados que incorporan la composición de resina de matriz.

Las características y las ventajas descritas anteriormente y otras muchas concomitantes de la presente invención se comprenderán mejor mediante referencia a la siguiente descripción detallada cuando se toman junto con los dibujos anexos.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una vista en perspectiva de una aeronave, que representa ejemplos de estructuras primarias exteriores de una aeronave que pueden ser elaboradas mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención.

La FIG. 2 es una vista parcial de una pala de un rotor de un helicóptero, que representa ejemplos de estructuras primarias exteriores de aeronaves que pueden ser elaboradas mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención.

La FIG. 3 es una vista simplificada de un ejemplo de una estructura de refuerzo en T que puede ser elaborada mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención. El refuerzo en T es una estructura primaria que se usa en el interior de una aeronave.

La FIG. 4 es una vista simplificada de un ejemplo de una estructura de una anilla del suelo de la zona de carga que puede ser elaborada mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención.

La anilla del suelo de la zona de carga es una estructura primaria que se usa en el interior de una aeronave.

La FIG. 5 es una vista simplificada de un ejemplo de una estructura de un clip de una aeronave que puede ser elaborada mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención. El clip es una estructura primaria que se usa en el interior de una aeronave.

La FIG. 6 es una vista simplificada de un ejemplo de una estructura de un soporte de anilla que puede ser elaborado mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención. El soporte de anilla es una estructura primaria que se usa en el interior de una aeronave.

Descripción detallada de la invención

Las composiciones de resina de matriz de acuerdo con la presente invención pueden usarse en una gran diversidad de situaciones en las que se desea una resina de éster de cianato endurecida con termoplástico. Aunque las composiciones de resina de éster de cianato pueden usarse solas, las composiciones se combinan generalmente con un soporte fibroso para formar materiales compuestos. Los materiales compuestos pueden estar en forma de un preimpregnado o de una parte final curada. Aunque los materiales compuestos pueden usarse para cualquier fin previsto, preferiblemente se usan en vehículos aeroespaciales, y son particularmente preferidos para su uso en aeronaves comerciales y militares. Por ejemplo, los materiales compuestos pueden usarse para elaborar estructuras interiores no primarias (secundarias) de aeronaves, tales como partes de la cocina y los baños de a bordo y marcos de ventanas, paneles de suelo, contenedores de almacenamiento elevados, divisores de pared, armarios, conductos, paneles de techo y paredes laterales interiores. Además, los materiales compuestos pueden usarse para la elaboración de las estructuras primarias de la aeronave. Las estructuras o partes primarias de la aeronave son aquellos elementos de la aeronave tanto de ala fija como de ala rotatoria que experimentan un estrés significativo durante el vuelo y que son esenciales para que la aeronave mantenga un vuelo controlado. Los materiales compuestos también pueden usarse para la elaboración de partes "de soporte de carga" y estructuras en general.

La FIG. 1 representa una aeronave de ala fija en 10 que incluye varios ejemplos de estructuras y partes primarias de la aeronave que pueden ser elaboradas mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención. Algunos ejemplos de partes o de estructuras primarias incluyen el ala 12, el fuselaje 14 y el conjunto de cola 16. El ala 12 incluye varios ejemplos de partes primarias de la aeronave, tales como los alerones 18, el borde de ataque 20, las aletas auxiliares móviles 22, los deflectores aerodinámicos 24, el borde de salida 26 y las aletas del borde de salida 28. El conjunto de cola 16 también incluye varios ejemplos de partes primarias, tales como el timón 30, la aleta 32, el estabilizador horizontal 34, los elevadores 36 y la cola 38. La FIG. 2 representa las porciones terminales externas de una pala de un rotor de un helicóptero 40 que incluyen un larguero 42 y una superficie exterior 44 como estructuras primarias de la aeronave. Otros ejemplos de estructuras primarias de una aeronave incluyen los largueros de las alas y diversas anillas, clips y conectores que conectan las partes primarias entre sí para formar estructuras primarias.

Los materiales compuestos de la presente invención son particularmente adecuados para la elaboración de estructuras primarias de una aeronave que están ubicadas en el interior de la aeronave en las que unos bajos valores de liberación de calor de la OSU y unos tiempos de autoextinción cortos son una consideración especialmente importante. Un ejemplo de refuerzo en T 11, que es una estructura primaria que está ubicada en el interior de la aeronave, se muestra en la FIG. 3. El refuerzo en T 11 está formado por capas orientadas horizontalmente 13 de material de material compuesto que forman la porción de anilla del refuerzo, y las capas con forma de L del material de material compuesto 15 y 17 que forman la porción de la costilla del refuerzo en T. El refuerzo en T 11 puede incluir perforaciones (no mostradas) para la unión del refuerzo en T a las superficies de la anilla y de la costilla mediante el uso de pernos o de remaches, para proporcionar un refuerzo al conjunto de anilla-costilla.

Otro ejemplo de una estructura interior primaria de una aeronave que puede ser elaborada mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención es un soporte de la anilla del suelo de la zona de carga, según se muestra en 21 en la FIG. 4. El soporte de la anilla de la zona de carga 21 se usa para conectar el suelo de la zona de carga, representado como transparencia en 23, al fuselaje de la aeronave, representado como transparencia en 25. El soporte de la anilla de la zona de carga 21 incluye una primera porción de la anilla 27 y una segunda porción de la anilla 29, ambas de las cuales incluyen perforaciones (31 y 33, respectivamente) para su unión a la aeronave. El soporte de la anilla del suelo de la zona de carga 21 también incluye unas costillas de refuerzo 35 y 37, que proporcionan la necesaria rigidez y resistencia estructural a la parte. Un ejemplo de estructura en clip de una aeronave se muestra en 70 en la FIG. 5. La estructura en clip 70 está diseñada para conectar dos estructuras interiores primarias entre sí. Las dos estructuras primarias de la aeronave se muestran como transparencia en 72 y 74. Las perforaciones 76 se proporcionan para conectar el clip 70 a las estructuras primarias mediante el uso de pernos o de remaches.

Otro ejemplo de estructura primaria interior de una aeronave, que puede ser elaborada mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención, es una estructura de soporte de la anilla 41 que se muestra en la FIG. 6. La estructura de soporte de la anilla 41 está diseñada para conectar dos partes primarias de la aeronave entre sí. Las dos partes de la aeronave 43 y 45 se muestran como transparencia en la FIG. 6. Las partes de la aeronave 43 y 45 están conectadas con el soporte de la anilla 41 mediante pernos o remaches a través de las perforaciones 46 o mediante una unión adhesiva.

La composición de resina que se usa para formar la matriz de resina incluye desde el 50 hasta el 80 por ciento en peso de un componente de una resina de éster de cianato que comprende una o más resinas de éster de cianato. Preferiblemente, la matriz de resina incluirá desde el 55 hasta el 65 por ciento en peso del componente de resina de éster de cianato. Las resinas de éster de cianato que forman el componente de resina de éster de cianato son cualquiera de las resinas de éster de cianato que son susceptibles de un endurecimiento termoplástico. Dichas resinas de éster de cianato son bien conocidas en la industria aeroespacial. Algunos ejemplos de resinas de éster de

5 cianato incluyen resina de éster de cianato de bisfenol-E, resina de éster de cianato de bisfenol-A, resina de éster de cianato de hexafluorobisfenol-A, resina de éster de cianato de tetrametilbisfenol-F, resina de éster de cianato de bisfenol-C, resina de éster de cianato de bisfenol-M, resina de éster de cianato de fenol novolac y resina de éster de cianato de dicitropentadienil-bisfenol. Se prefieren las resinas de éster de cianato de Bisfenol-E. Las cantidades relativas los tipos de resinas de éster de cianato usadas en una composición de una resina en particular pueden variar. Sin embargo, en una forma de realización preferida, se usa la resina de éster de cianato de bisfenol-E como la única resina de éster de cianato en el componente de resina de éster de cianato.

10 Las resinas de éster de cianato están disponibles comercialmente en diversos proveedores. Por ejemplo, la resina de éster de cianato de bisfenol-E está disponible en Huntsman con el nombre comercial AroCy L-10. La resina de éster de cianato de bisfenol-A, la resina de éster de cianato de hexafluorobisfenol-A y la resina de éster de cianato de tetrametilbisfenol-F también están disponibles en Huntsman con los nombres comerciales AroCy B-10, AroCy F-10 y AroCy M-10, respectivamente. La resina de éster de cianato de bisfenol-C, la resina de éster de cianato de bisfenol-M, la resina de éster de cianato de fenol novolac y la resina de éster de cianato de dicitropentadienil-bisfenol están disponibles en Huntsman con los nombres comerciales AroCy RD98-228, AroCy XU-366, AroCy XU-371 y XU-71787.02L.

20 La composición de la resina de matriz también incluye desde el 10 hasta el 40 por ciento en peso de una mezcla termoplástica que comprende polieterimida (PEI) y poliamidaimida (PAI). Se prefiere que la composición de la resina de matriz contenga desde el 20 hasta el 30 por ciento en peso de la mezcla termoplástica. La mezcla termoplástica de acuerdo con la presente invención incluye un compuesto termoplástico (es decir, la PEI) que es soluble en el componente de resina de éster de cianato, y el otro (es decir, la PAI) que no es soluble en el componente de resina de éster de cianato. Las cantidades relativas de PEI y de PAI pueden variar entre unas proporciones ponderales (PEI:PAI) de desde 5:1 hasta 1:1. Preferiblemente, las proporciones ponderales (PEI:PAI) variarán entre 4:1 y 2:1. Se averiguó que las cantidades totales y relativas de PEI y de PAI en estos intervalos proporcionan una forma eficaz de reducir tanto la tasa de liberación de calor total como la máxima (pico) para los materiales compuestos que contienen resinas de éster de cianato endurecidas con termoplástico como la matriz de resina.

30 La polieterimida está disponible comercialmente como ULTEM 1000P en Sabic (Dubai). La poliamidaimida está disponible comercialmente como TORLON 4000T o TORLON 4000TF en Solvay Advanced Polymers (Alpharetta, GA). Las PEI termoplásticas se suministran normalmente en forma de polvos en los que el intervalo de tamaños de las partículas de PEI es de desde aproximadamente 30 hasta 300 micrómetros. El tamaño de partícula de las partículas de PEI no es particularmente importante, dado que el polvo de PEI se disuelve en el componente de éster de cianato durante la preparación de la composición de la resina. Los polvos de PAI disponibles comercialmente tienen normalmente unos tamaños de partícula medios de 50 μm .

40 La composición de la resina de matriz se prepara mediante la mezcla de las partículas de PEI y las partículas de PAI con el componente de la resina de éster de cianato, y calentando la mezcla resultante hasta una temperatura de alrededor de 95 °C durante un tiempo suficiente como para disolver completamente las partículas de PEI. Las partículas de PAI no se disuelven. El tiempo necesario para que las partículas de PEI se disuelvan variará desde 10 minutos hasta una hora o más, dependiendo del tamaño de las partículas de PEI y de la temperatura de disolución. Si se desea, pueden disolverse en primer lugar las partículas de PEI y después añadirse las partículas de PAI.

45 Una vez disueltas las partículas de PEI, la mezcla se enfría hasta 90 °C o menos, y se añade el componente de agente de curación (y las partículas de PAI, si no se hubieran añadido previamente) para formar una composición de resina que está lista para ser combinada con un soporte fibroso y curada. El tamaño de partícula y la cantidad de PAI se eligen de forma que la viscosidad de la composición de la resina de éster de cianato esté en un intervalo que sea adecuado para la preparación de un preimpregnado. El intervalo de tamaño de partícula medio preferido para las partículas de PAI es desde 8 micrómetros hasta 20 micrómetros. Consecuentemente, se prefiere que el polvo de PAI disponible comercialmente sea molido o procesado de otro modo con objeto de proporcionar un polvo que tenga el deseado menor tamaño de partícula. Se prefiere que la viscosidad de la resina sea la misma que la viscosidad de las resinas endurecidas de alto rendimiento existentes que se usan actualmente en la industria aeroespacial para la elaboración de un preimpregnado, incluyendo un preimpregnado troceado casi-isotrópico.

55 La cantidad de componente de agente de curación que se añade a la mezcla enfriada del componente de la resina de éster de cianato y la mezcla termoplástica es desde el 0 hasta el 10 por ciento en peso del peso total de la composición de la resina de éster de cianato, y preferiblemente desde el 2 hasta el 5 por ciento en peso. Puede usarse cualquiera de los agentes de curación que se usan para proporcionar la curación de una resina de éster de cianato endurecida con termoplástico para curar la composición de resina. Algunos ejemplos de agentes de curación de acuerdo con la presente invención incluyen bisfenol sulfona y bisfenol A. La resina puede curarse sin el uso de un agente de curación, si se desea.

65 La composición de la resina de éster de cianato puede incluir también ingredientes adicionales, tales como agentes mejoradores del rendimiento y/o modificadores, que tampoco afectarán negativamente a la viscosidad ni a la adhesividad de la resina sin curar, de forma que la hicieran inadecuada para la elaboración de un preimpregnado. La composición de la resina de éster de cianato también contiene desde un 1 hasta un 15 por ciento en peso de un

agente pirorretardante compatible. El agente pirorretardante es una resina de éster de cianato que incluye fósforo en el esqueleto de la resina de éster de cianato. Dichos agentes pirorretardantes de resinas de éster de cianato que contienen fósforo son bien conocidos en la materia. La cantidad de pirorretardante que se añade puede variar. Sin embargo, se prefiere que la cantidad de pirorretardante añadida sea suficiente al menos para asegurar que las tasas de liberación de calor máxima y total de la OSU estén por debajo de al menos 65 kw-min/m². Las cantidades preferidas de dichas resinas de éster de cianato que contienen fósforo están en el intervalo de entre el 8 y el 12 por ciento en peso de la composición de resina total.

Los pirorretardantes de resinas de éster de cianato que contienen fósforo están disponibles en diversos proveedores. Se prefiere que la resina de éster de cianato contenga desde el 5 hasta el 15 por ciento en peso de fósforo en el esqueleto del polímero. Un ejemplo de un pirorretardante es Primaset FR-300, que está disponible en LONZA (Basilea, Suiza). El FR-300 es un sólido cristalino que tiene un peso molecular de 374 y un punto de fusión de 135 °C. El FR-300 tiene un contenido en fosforo de aproximadamente el 9 por ciento en peso y un tiempo de gelificación a 200 °C de aproximadamente 20 minutos. La temperatura de transición vítrea (T_g) es superior a 300 °C y la exotermia (DSC) es de 206 °C. El FR 300 es un pirorretardante preferido de resina de éster de cianato que contiene fosforo.

Las composiciones de resina de éster de cianato de la presente invención se elaboran de acuerdo con los procedimientos de procesado de resina estándar para las resinas de éster de cianato endurecidas de alto rendimiento. La resina o las resinas de éster de cianato se mezclan entre sí a la temperatura ambiente o a una temperatura elevada para fundir los cristales. Después se añaden las porciones de PEI y de PAI del componente termoplástico. Esta mezcla se calienta después según se ha descrito previamente hasta una temperatura a la cual se disuelve la PEI. Después la mezcla se enfría de nuevo hasta 90 °C o por debajo y se mezcla el agente de curación (si la hubiera), el pirorretardante de resina de éster de cianato que contiene fosforo y otros aditivos (si los hubiera) en la resina, para formar la composición de resina final que está impregnada en el refuerzo de la fibra para formar la matriz de resina.

La composición de la resina de éster de cianato se aplica en el refuerzo fibroso de acuerdo con cualquiera de las técnicas de elaboración de hojas preimpregnadas conocidas. El refuerzo fibroso puede estar completamente impregnado con la composición de la resina de éster de cianato. La hoja preimpregnada normalmente se cubre por ambos lados con una película protectora y se enrolla para su almacenamiento y envío a unas temperaturas que normalmente se mantienen bastante por debajo de la temperatura ambiente, para evitar una curación prematura. Puede usarse cualquiera de los demás procesos de elaboración de hojas preimpregnadas y sistemas de almacenamiento / envío, si se desea.

El refuerzo fibroso de la hoja preimpregnada puede elegirse de entre sistemas de fibra híbridos o mixtos que comprenden fibras sintéticas o naturales, o una combinación de las mismas. El refuerzo fibroso puede ser cualquier material adecuado tal como fibra de vidrio o fibras de carbono o de aramida (poliamida aromática). El refuerzo fibroso es preferiblemente de fibras de carbono.

El refuerzo fibroso puede comprender fibras fisuradas (es decir, agrietadas longitudinalmente) o selectivamente discontinuas, o fibras continuas. El refuerzo fibroso puede estar en forma de una estructura tejida, no rizada, no tejida, unidireccional o textil multiaxial, tal como piezas troceadas casi-isotrópicas de fibras unidireccionales. La forma tejida puede elegirse de entre un estilo plano, satinado o de trama cruzada. Las formas no rizadas y multiaxiales pueden tener diversos pliegues y orientaciones de la fibra. Dichos estilos y formas son bien conocidos en el campo de los refuerzos de material compuesto, y están disponibles comercialmente en varias compañías, incluyendo Hexcel Reinforcements (Villeurbanne, Francia). Por ejemplo, los tejidos de fibra de carbono de trama plana identificados como AGP193-P y SGP193-P son unos refuerzos fibrosos adecuados que están disponibles comercialmente en Hexcel Reinforcements.

La hoja preimpregnada puede estar en forma de cintas continuas, towpregs, redes o longitudes troceadas (las operaciones de troceado y de fisurado pueden llevarse a cabo en cualquier punto después de la impregnación). La hoja preimpregnada puede ser un adhesivo o una película de superficie y puede tener adicionalmente portadores incluidos de varias formas tanto tejida como hilada y no tejida. La hoja preimpregnada puede estar completamente o sólo parcialmente impregnada, por ejemplo, para facilitar la eliminación del aire durante la curación. La cantidad de matriz de resina (el contenido en resina) en la hoja preimpregnada puede variar desde el 20 hasta el 60 por ciento en peso del peso total de la hoja preimpregnada. Se prefieren unos contenidos en resina del orden de entre el 30 y el 45 por ciento en peso.

La hoja preimpregnada puede ser moldeada mediante el uso de cualquiera de las técnicas convencionales usadas para la formación de piezas de material compuesto. Normalmente se colocan una o más capas de la hoja preimpregnada en un molde adecuado y se curan para formar la pieza de material compuesto final. La hoja preimpregnada de la invención puede curarse totalmente o parcialmente mediante el uso de cualquier condición de temperatura, presión y de tiempo adecuada conocida en la materia. Normalmente, la hoja preimpregnada será curada en un autoclave a unas temperaturas de entre 160 °C y 190 °C, siendo preferidas unas temperaturas de curación de entre aproximadamente 175 °C y 185 °C. Los tiempos y las temperaturas de curación pueden variar

dependiendo de la cantidad (si la hubiera) y del tipo de agente de curación que esté presente en la composición de resina. El moldeo por compresión de la hoja preimpregnada troceada casi-isotrópica o del material de moldeo que contiene la resina de éster de cianato endurecida con termoplástico es un procedimiento preferido. La hoja preimpregnada troceada casi-isotrópica es la misma que el material de moldeo por compresión HexMC® que está disponible en Hexcel Corporation (Dublín, CA), excepto porque el componente de resina de esta hoja preimpregnada troceada casi-isotrópica se elabora de acuerdo con la presente invención. Dichos materiales casi-isotrópicos se describen en el documento EP 113431 B1 y en la Solicitud de Patente de Estados Unidos n.º 11/476.965. La hoja preimpregnada unidireccional, sola o junto con un preimpregnado tejido o un preimpregnado troceado casi-isotrópico también es un material preferido para la elaboración de partes de soporte de carga. La cinta de fibra unidireccional está disponible en diversos proveedores comerciales. Por ejemplo, la cinta de fibra unidireccional AS4GP está disponible en Hexcel Corporation (Dublín, CA).

Se prefiere que la pieza de material compuesto sea post-curada a una temperatura de entre 190 °C y 220 °C durante al menos una hora. Se averiguó que la post-curación de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención proporciona una reducción adicional en las tasas de liberación de calor en comparación con los materiales compuestos que no son post-curados. La post-curación se lleva a cabo preferiblemente en un horno de convección. Sin embargo, puede usarse cualquier procedimiento de post-curación adecuado. Se prefiere que el material de material compuesto sea post-curado a aproximadamente 200 °C durante aproximadamente 2 horas.

Las composiciones de resina de éster de cianato de la presente invención tendrán la viscosidad y la adhesividad que sean necesarias con objeto de que la resina sea usada en la formación de un preimpregnado. La viscosidad de las composiciones de resina debería ser similar a la de las resinas epoxi endurecidas de alto rendimiento existentes, tales como las resinas HexPly® 8552. La adhesividad debería ser lo suficientemente baja como para permitir que la hoja preimpregnada sea manipulada para su transporte y almacenamiento, siendo al mismo tiempo lo suficientemente alta como para permitir la aplicación de múltiples capas de la hoja preimpregnada y que sea usada con los moldes de acuerdo con un procedimiento conocido de moldeo / curación de un preimpregnado. Cuando se usa como la matriz de resina para el moldeo de un compuesto, tal como un preimpregnado troceado casi-isotrópico, la resina debería tener unas propiedades de viscosidad y de adhesividad que sean similares a las de las resinas de matriz existentes, tales como las resinas HexPly(R) 8552.

Las composiciones de resina preferidas tienen la siguiente formulación:

del 55 al 65 por ciento en peso de resina de éster de cianato de bisfenol-E;

del 20 al 30 por ciento en peso de una mezcla termoplástica de PEI:PAI (desde 4:1 hasta 2:1);

del 8 al 12 por ciento en peso un agente pirorretardante de una resina de éster de cianato que contiene fósforo

del 0 al 5 por ciento en peso de bisfenol sulfona

Estas composiciones de resina preferidas, cuando se usan como la matriz de resina para el material de material compuesto, proporcionan unas tasas de liberación de calor máxima y total de la OSU que están bastante por debajo de las tasas de liberación de calor máximas de 65 kw-min/m² establecidas según el 14 C.F.R. 25.853 (d) y el límite en el tiempo de autoextinción de 15 segundos establecido por el 14 C.F.R. 25.853 (a), conservando aún la hoja preimpregnada las deseadas propiedades de manipulación de acuerdo con la presente invención. Cuando se usan estas resinas preferidas para la elaboración de piezas de material compuesto que forman las partes o estructuras primarias de una aeronave, se prefiere que el refuerzo fibroso esté hecho de fibras de carbono y que la hoja preimpregnada se someta a una post-curación.

Las composiciones de resina particularmente preferidas son aquellas que tienen la siguiente formulación: 1) un componente de una resina de éster de cianato formado por desde el 58 hasta el 62 por ciento en peso de AroCy L-10 (resina de éster de cianato de bisfenol-E); 2) un componente termoplástico formado por desde el 19 hasta el 23 por ciento en peso de polieterimida y desde el 4 hasta el 8 por ciento en peso de poliamidaimida; 3) desde el 8 hasta el 12 por ciento en peso de FR300 o de una resina de éster de cianato que contiene fósforo similar; y 4) desde el 2 hasta el 4 por ciento en peso de bisfenol sulfona. Estas composiciones de resina particularmente preferidas, cuando se usan como la matriz de resina para el material de material compuesto, proporcionan unas tasas de liberación de calor pico y total de la OSU que están bastante por debajo de las tasas máximas de liberación de calor de 65 kw-min/m² establecidas por el 14 C.F.R. 25.853 (d) y del límite en el tiempo de autoextinción de 15 segundos establecido por el 14 C.F.R. 25.853 (a), conservando aún la hoja preimpregnada las deseadas propiedades de manipulación de acuerdo con la presente invención. Cuando se usan estas resinas preferidas para la elaboración de piezas de material compuesto que forman las partes o estructuras primarias de una aeronave, se prefiere que el refuerzo fibroso esté hecho de fibras de carbono y que la hoja preimpregnada se someta a una post-curación.

Si se desea, pueden usarse pequeñas cantidades de otro termoplástico junto con la PEI o la PAI. Por ejemplo, en las situaciones en las que la estructura primaria de la aeronave no esté ubicada en el interior de la aeronave, puede añadirse poliétersulfona (PES) y otros materiales termoplásticos que contienen azufre para complementar y/o

sustituir una porción de la PEI en la mezcla termoplástica. Las cantidades de PES o de otros termoplásticos que contienen azufre no deberían formar más del 25 por ciento en peso de la porción de "PEI" de la mezcla termoplástica. Puede añadirse poliamida (PA) y otros termoplásticos similares para complementar y/o sustituir una porción de la PAI en la mezcla termoplástica. Las cantidades de PA o de otros termoplásticos similares no deberían formar más del 25 por ciento en peso de la porción de "PAI" de la mezcla termoplástica.

Algunos ejemplos prácticos son como sigue:

EJEMPLO 1

Se preparó una composición de resina que tiene la siguiente formulación para su uso en la formación de la matriz de resina de un ejemplo de un material de material compuesto:

- 60,4 por ciento en peso de resina de éster de cianato de bisfenol-E (AroCy L-10)
- 10,0 por ciento en peso de resina de éster de cianato que contiene fósforo (FR300)
- 20,7 por ciento en peso de polieterimida (ULTEM 1000P)
- 6,0 por ciento en peso de poliamidaimida (TORLON 4000TF)
- 2,9 por ciento en peso de bisfenol sulfona (BPS)

Se mezclaron entre sí la resina de éster de cianato AroCy L-10 líquida y las partículas de PEI a la temperatura ambiente y se calentaron a 110 °C durante 60 minutos con objeto de disolver completamente las partículas de PEI. La mezcla se enfrió hasta 100 °C y se añadieron las partículas de PAI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 85 °C y se añadieron el FR-300 y la BPS. La proporción ponderal entre la polieterimida y la poliamida para este ejemplo es de 3,45:1. Para todos los ejemplos, el polvo de TORLON TF se molió y se tamizó para proporcionar un polvo de PAI con un tamaño de partícula medio de 15 µm.

La resina de matriz se usó para formar una muestra de prueba mediante la impregnación de 12 capas de fibra de carbono de trama plana AS4C 193A W con las películas de la resina de matriz, para proporcionar un preimpregnado que tenía un espesor de 0,25 cm. La hoja preimpregnada contenía un 38 por ciento en peso de la matriz de resina. La hoja preimpregnada se curó en un autoclave a 177 °C durante 120 minutos para formar un material de material compuesto curado. El material de material compuesto curado se cortó en una muestra de prueba que medía 150 cm x 150 cm x 0,25 cm. Además, parte del material de material compuesto curado se post-curó a 200 °C durante dos horas en un horno de convección. El material de material compuesto post-curado se cortó en una muestra de prueba post-curada que también medía 150 cm * 150 cm * 0,25 cm. Ambas muestras curada y post-curada se ensayaron para evaluar la tasa de liberación de calor de la OSU de acuerdo con el 14 CFR 25.853 d, Apéndice F, Parte IV. La muestra de prueba curada tenía una tasa de liberación de calor pico de la OSU de 64 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 23 kw-min/m². La muestra post-curada tenía una tasa de liberación de calor máxima de la OSU de 54 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 26 kw-min/m². Como puede observarse a partir de este ejemplo, la post-curación proporciona una caída sustancial (de -10 kw-min/m²) en la tasa de liberación de calor pico de la OSU, causando sólo un ligero aumento (de +3 kw-min/m²) en la tasa de liberación de calor total de la OSU.

Se sometieron ambas muestras de prueba de material compuesto curada y post-curada a un ensayo de combustión vertical de 60 segundos para determinar el tiempo de autoextinción de acuerdo con el Método F modificado de BSS-7230 (Revisión H). Ambas muestras de prueba curada y post-curada tenían un tiempo de autoextinción de 4 segundos.

EJEMPLO COMPARATIVO 2*

Se elaboró un preimpregnado de la misma forma que en el Ejemplo 1 excepto porque se incluyó una resina de éster de cianato que no contiene fósforo (FR300) y la cantidad de resina de éster de cianato de bisfenol-E (AroCy L-10) se aumentó hasta el 70,4 por ciento en peso para completar el FR300 ausente. La hoja preimpregnada se curó y se post-curó de la misma forma que en el Ejemplo 1 y se prepararon muestras de prueba de acuerdo con el Ejemplo 1. La muestra de prueba curada tenía una tasa de liberación de calor pico de la OSU de 77 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 64 kw-min/m². La muestra post-curada tenía una tasa de liberación de calor pico de la OSU de 69 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 20 kw-min/m². De acuerdo con la presente invención, se prefiere que el material compuesto sea post-curado. Como puede observarse a partir de este ejemplo, la post-curación proporciona una caída significativa tanto en la tasa de liberación de calor máxima como en la total, en comparación con la muestra de prueba que no estaba post-curada. Además, se debería incluir una cantidad suficiente de piroretardante de resina de éster de cianato que contiene fósforo con objeto de alcanzar unas tasas liberación de calor pico y total de la OSU que estén por debajo de 65 kw-min/m². Para este ejemplo de material de material compuesto, debería añadirse el FR300 en una cantidad que reduciría las tasas de liberación de calor pico y total de la OSU hasta por debajo de 65 kw-min/m² independientemente de si se usó o no una post-curación.

Se sometieron ambas muestras de prueba de material compuesto curada y post-curada a un ensayo de combustión vertical de 60 segundos para determinar el tiempo de autoextinción de la misma forma que en el Ejemplo 1. La muestra curada tenía un tiempo de autoextinción de 7 segundos y la muestra de prueba post-curada tenía un tiempo de autoextinción de 6,5 segundos.

5

EJEMPLO 3

Se preparó una composición de resina que tiene la siguiente formulación para su uso en la formación de la matriz de resina de un ejemplo de un material de material compuesto:

10

- 67,1 por ciento en peso de resina de éster de cianato de bisfenol-E (AroCy L-10)
- 11,1 por ciento en peso de resina de éster de cianato que contiene fósforo (FR300)
- 11,9 por ciento en peso de polieterimida (ULTEM 1000P)
- 6,7 por ciento en peso de poliamidaimida (TORLON 4000TF)
- 3,2 por ciento en peso de bisfenol sulfona (BPS)

15

Se elaboró un preimpregnado de la misma forma que en el Ejemplo 1. La proporción ponderal entre la polieterimida y la poliamida para este ejemplo es de 1,78:1. La hoja preimpregnada se curó y se post-curó de la misma forma que en el Ejemplo 1. Se preparó una muestra de prueba del material post-curado de acuerdo con el Ejemplo 1. La muestra post-curada tenía una tasa de liberación de calor pico de la OSU de 62 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 32 kw-min/m².

20

La muestra de prueba de material compuesto post-curado se sometió a un ensayo de combustión vertical de 60 segundos para determinar el tiempo de autoextinción de la misma forma que en el Ejemplo 1. La muestra de prueba post-curada tenía un tiempo de autoextinción de 4,7 segundos.

25

EJEMPLO 4

Se preparó una composición de resina que tiene la siguiente formulación para su uso en la formación de la matriz de resina de un ejemplo de un material de material compuesto:

30

- 60,4 por ciento en peso de resina de éster de cianato de bisfenol-E (AroCy L-10)
- 12,9 por ciento en peso de resina de éster de cianato que contiene fósforo (FR300)
- 20,7 por ciento en peso de polieterimida (ULTEM 1000P)
- 6,0 por ciento en peso de poliamidaimida (TORLON 4000TF)
- 0,0 por ciento en peso de bisfenol sulfona (BPS)

35

Se elaboró un preimpregnado de la misma forma que en el Ejemplo 1. El ejemplo de hoja preimpregnada se curó y se post-curó de la misma forma que en el Ejemplo 1. Se preparó una muestra de prueba del material post-curado de acuerdo con el Ejemplo 1. El ejemplo de muestra post-curada tenía una tasa de liberación de calor pico de la OSU de 51 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 18 kw-min/m².

40

La muestra de prueba de material compuesto post-curada se sometió a un ensayo de combustión vertical de 60 segundos para determinar el tiempo de autoextinción de la misma forma que en el Ejemplo 1. La muestra de prueba post-curada tenía un tiempo de autoextinción de 2,5 segundos.

45

EJEMPLO COMPARATIVO 1

Se preparó una composición de resina que tiene la siguiente formulación para su uso en la formación de la matriz de resina de un material de material compuesto comparativo:

50

- 50,0 por ciento en peso de resina de éster de cianato de bisfenol-E (AroCy L-10)
- 0,00 por ciento en peso de resina de éster de cianato que contiene fósforo (FR300)
- 41,1 por ciento en peso de polieterimida (ULTEM 1000P)
- 6,0 por ciento en peso de poliamidaimida (TORLON 4000TF)
- 2,9 por ciento en peso de bisfenol sulfona (BPS)

55

60

Se elaboró un preimpregnado de la misma forma que en el Ejemplo 1. La proporción ponderal entre la polieterimida y la poliamida para este ejemplo comparativo es de 6,85:1, lo que está fuera del intervalo de proporción ponderal que se encontró que proporciona unas tasas de liberación de calor de la OSU especialmente bajas, según se demuestra mediante los Ejemplos 1 - 3. El ejemplo de hoja preimpregnada se curó y se post-curó de la misma forma que en el Ejemplo 1 y se prepararon muestras de prueba de acuerdo con el Ejemplo 1. La muestra de prueba curada

65

comparativa tenía una tasa de liberación de calor pico de la OSU de 79 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 43 kw-min/m². La muestra post-curada tenía una tasa de liberación de calor pico de la OSU de 82 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 41 kw-min/m².

5 Se sometieron ambas muestras de material compuesto comparativo curada y post-curada a un ensayo de combustión vertical de 60 segundos para determinar el tiempo de autoextinción de la misma forma que en el Ejemplo 1. La muestra curada tenía un tiempo de autoextinción de 3,0 segundos y la muestra de prueba post-curada tenía un tiempo de autoextinción de 6,0 segundos.

10 La post-curación de la muestra comparativa no dio como resultado ninguna mejora en las tasas de liberación de calor de la OSU, mientras que en el Ejemplo 2, la post-curación produjo una caída sustancial tanto en la tasa de liberación total como en la de pico de la OSU.

EJEMPLO COMPARATIVO 2

15 Se preparó una composición de resina que tiene la siguiente formulación para su uso en la formación de la matriz de resina de un material de material compuesto comparativo:

- 20 60,4 por ciento en peso de resina de éster de cianato de bisfenol-E (AroCy L-10)
- 10,0 por ciento en peso de resina de éster de cianato que contiene fósforo (FR300)
- 26,7 por ciento en peso de polieterimida (ULTEM 1000P)
- 25 0,0 por ciento en peso de poliamidaimida (TORLON 4000TF)
- 2,9 por ciento en peso de bisfenol sulfona (BPS)

30 Se elaboró un preimpregnado de la misma forma que en el Ejemplo 1. El ejemplo de hoja preimpregnada se curó y se post-curó de la misma forma que en el Ejemplo 1. Se preparó una muestra de prueba comparativa del material post-curado de acuerdo con el Ejemplo 1. La muestra comparativa post-curada tenía una tasa de liberación de calor pico de la OSU de 70 kw-min/m² y una tasa de liberación de calor total de la OSU de 43 kw-min/m².

35 La muestra de prueba de material compuesto post-curado se sometió a un ensayo de combustión vertical de 60 segundos para determinar el tiempo de autoextinción de la misma forma que en el Ejemplo 1. La muestra de prueba post-curada tenía un tiempo de autoextinción de 4,7 segundos. Cuando se comparó con el Ejemplo 1, este ejemplo comparativo muestra que la eliminación de la poliamidaimida de la resina de la matriz provoca un aumento sustancial en los valores de liberación de calor máximo y total de la OSU.

40 Habiendo descrito así algunos ejemplos de las formas de realización de la presente invención, el experto en la materia debería apreciar que las actuales divulgaciones son únicamente ejemplares y que pueden realizarse otras diversas alternativas, adaptaciones y modificaciones en el ámbito de la presente invención. Consecuentemente, la presente invención no está limitada por las formas de realización descritas anteriormente, sino que únicamente está limitada por las siguientes reivindicaciones.

45

REIVINDICACIONES

1. Una pieza de material compuesto no curada que comprende:

5 una matriz de resina que comprende:

del 50 al 80 por ciento en peso de un componente de resina de éster de cianato que comprende una o más resinas de éster de cianato que son cualquiera de resina de éster de cianato de bisfenol- E, resina de éster de cianato de bisfenol-A, resina de éster de cianato de hexafluorobisfenol-A, resina de éster de cianato de tetrametilbisfenol-F, resina de éster de cianato de bisfenol-C, resina de éster de cianato de bisfenol-M, resina de éster de cianato de fenol novolac y resina de éster de cianato de dicitlopentadienil-bisfenol;
 10 del 10 al 40 por ciento en peso de una mezcla termoplástica que comprende polieterimida y poliamidaimida en la que la proporción ponderal entre la polieterimida y la poliamida es de desde 5:1 hasta 1:1;
 del 1 al 15 por ciento en peso de un agente piroretardante, siendo dicho agente piroretardante una resina de
 15 éster de cianato con fósforo incluido en el esqueleto de la resina; y

un refuerzo fibroso.

20 2. Una pieza de material compuesto no curada de acuerdo con la reivindicación 1 en la que dicho componente de resina de éster de cianato comprende entre el 1 y el 10 por ciento en peso de un componente de un agente de curación.

3. Una pieza de material compuesto no curada de acuerdo con la reivindicación 2 en la que la matriz de resina comprende:

25 del 55 al 65 por ciento en peso de dicho componente de una resina de éster de cianato;
 del 20 al 30 por ciento en peso de dicha mezcla termoplástica;
 del 8 al 12 por ciento en peso de dicho agente piroretardante; y
 del 1 al 5 por ciento en peso de dicho componente de un agente de curación.

30 4. Una pieza de material compuesto no curada de acuerdo con la reivindicación 3 o la reivindicación 1 en la que la proporción ponderal entre la polieterimida y la poliamida es de desde 4:1 hasta 2:1.

35 5. Una pieza de material compuesto no curada de acuerdo con la reivindicación 1 en la que dicho agente de curación se elige de entre el grupo que consiste en bisfenol sulfona y bisfenol A.

6. Una pieza de material compuesto no curada de acuerdo con la reivindicación 1 en la que dicho refuerzo fibroso comprende fibras unidireccionales.

40 7. Una pieza de material compuesto que comprende una pieza de material compuesto no curada de acuerdo con la reivindicación 2 en la que dicha resina de matriz se ha curado.

45 8. Una pieza de material compuesto de acuerdo con la reivindicación 7 en la que dicha pieza de material compuesto tiene una liberación de calor pico de la Ohio State University (OSU) de menos de 65 kw-min/m².

9. Un método para la elaboración de un preimpregnado que comprende las etapas de:

A) proporcionar una resina de matriz que comprende:

50 del 50 al 80 por ciento en peso de un componente de una resina de éster de cianato que comprende una o más resinas de éster de cianato que son cualquiera de resina de éster de cianato de bisfenol-E, resina de éster de cianato de bisfenol-A, resina de éster de cianato de hexafluorobisfenol-A, resina de éster de cianato de tetrametilbisfenol-F, resina de éster de cianato de bisfenol-C, resina de éster de cianato de bisfenol-M, resina de éster de cianato de fenol novolac y resina de éster de cianato de dicitlopentadienil-bisfenol;
 55 del 10 al 40 por ciento en peso de una mezcla termoplástica que comprende polieterimida y poliamidaimida en la que la proporción ponderal entre la polieterimida y la poliamida es de desde 5:1 hasta 1:1;
 del 1 al 15 por ciento en peso de un agente piroretardante, siendo dicho agente piroretardante una resina de éster de cianato con fósforo incluido en el esqueleto de la resina; y

60 B) combinar dicha resina de matriz con un refuerzo fibroso para proporcionar dicha hoja preimpregnada.

10. Un método de acuerdo con la reivindicación 9 en el que dicho componente de una resina de éster de cianato comprende desde el 1 hasta el 10 por ciento en peso de un componente de un agente de curación.

65 11. Un método de acuerdo con la reivindicación 9 en el que la proporción ponderal entre la polieterimida y la poliamida es de desde 4:1 hasta 2:1.

12. Un método de acuerdo con la reivindicación 10 en el que dicho agente de curación se elige de entre el grupo que consiste en bisfenol sulfona y bisfenol A.
- 5 13. Un método de acuerdo con la reivindicación 10 en el que dicha matriz de resina comprende:
- del 55 al 65 por ciento en peso de dicho componente de una resina de éster de cianato;
del 20 al 30 por ciento en peso de dicha mezcla termoplástica; y
del 8 al 12 por ciento en peso de dicho agente pirorretardante; y
10 del 1 al 5 por ciento en peso de dicho componente de un agente de curación.
14. Un método de acuerdo con la reivindicación 9 que incluye la etapa adicional de curar dicha resina de matriz para formar una pieza de material compuesto curada.
- 15 15. Un método de acuerdo con la reivindicación 10 que incluye la etapa adicional de curar dicha resina de matriz para formar una pieza de material compuesto curada y en el que dicha pieza de material compuesto curada tiene una liberación de calor pico de la OSU de menos de 65 kw-min/m².





