

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 652 152**

51 Int. Cl.:

C08L 63/00 (2006.01)

C08G 59/40 (2006.01)

C08J 5/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.12.2010 PCT/US2010/061693**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.07.2011 WO11090668**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.12.2010 E 10803541 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.10.2017 EP 2519583**

54 Título: **Composiciones epoxídicas y películas de revestimiento a partir de las mismas**

30 Prioridad:

29.12.2009 US 290719 P

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

31.01.2018

73 Titular/es:

**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY
(100.0%)
3M Center, Post Office Box 33427
Saint Paul, MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:

**BOYD, SCOTT A. y
SALNIKOV, DMITRIY**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 652 152 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

Composiciones epoxídicas y películas de revestimiento a partir de las mismas

5 Referencia cruzada a solicitud relacionada

La presente solicitud reivindica la prioridad de la solicitud de patente provisional US-61/290719, presentada el 29 de diciembre de 2009.

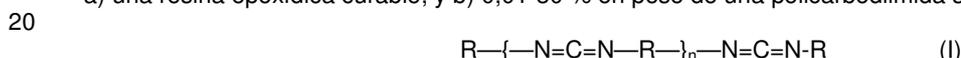
10 Campo de la descripción

La presente descripción se refiere a composiciones epoxídicas que incluyen especies de tipo policarbodiimida, especialmente a composiciones epoxídicas útiles en la preparación de películas de revestimiento con buena resistencia frente a los decapantes de pintura y frente a la aparición de microgrietas.

15 Sumario de la descripción

En síntesis, la presente descripción proporciona una composición que comprende:

a) una resina epoxídica curable; y b) 0,01-30 % en peso de una policarbodiimida según la Fórmula I:



en donde n es un número entero de entre 0 y 100, y en donde cada R se selecciona, independientemente entre sí, de entre aromáticos y alifáticos que contienen de entre 1 y 24 carbonos y que están de forma opcional sustituidos, en donde la composición incluye una resina epoxídica que contiene anillo de oxazolidona. La composición de forma típica comprende 0,1-20 % en peso de la policarbodiimida y puede comprender en algunas realizaciones 0,1-10 % en peso de la policarbodiimida, en algunas realizaciones 0,5-5 % en peso de la policarbodiimida, y en algunas realizaciones 1-3 % en peso de la policarbodiimida. En algunas realizaciones n es al menos 1. En algunas realizaciones n es al menos 2. En algunas realizaciones, R contiene entre 3 y 12 carbonos. En algunas realizaciones todos los grupos R son aromáticos. En algunas realizaciones todos los grupos R son fenilo y fenileno. En algunas realizaciones la presente descripción proporciona composiciones que son las composiciones arriba descritas en estado parcial o totalmente curado. En algunas realizaciones la presente descripción proporciona materiales en forma de hoja de dichos materiales curados, no curados o parcialmente curados. En algunas realizaciones la presente descripción proporciona piezas de material compuesto que comprenden la composición curada. En algunas realizaciones la presente descripción proporciona piezas de material compuesto que tienen una superficie externa que comprende la composición curada.

En esta descripción, “sustituido” significa, para una especie química, grupo o resto, sustituido/a por sustituyentes convencionales que no interfieren con el producto o proceso deseado, p. ej., los sustituyentes pueden ser alquilo, alcoxi, arilo, fenilo, halo (F, Cl, Br, I), ciano, nitro, etc.

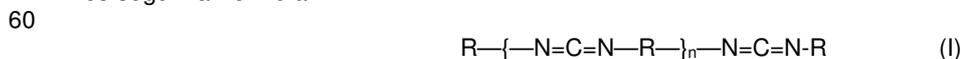
40 Descripción detallada

La presente descripción proporciona composiciones epoxídicas que, en algunas realizaciones, se pueden utilizar para formar películas de revestimiento que demuestran una mayor resistencia frente a los decapantes de pinturas.

La presente descripción proporciona composiciones epoxídicas no curadas y composiciones epoxídicas curadas que se obtienen a partir del curado de las composiciones epoxídicas no curadas proporcionadas como se define en las presentes reivindicaciones.

50 La composición epoxídica no curada puede incluir cualquier resina epoxídica adecuada, incluidos monómeros epoxídicos o prepolímeros epoxídicos, y cualquier endurecedor adecuado, de forma típica un endurecedor de tipo amina. En algunas realizaciones, la composición epoxídica no curada puede incluir cualquier reticulante adecuado, además de los descritos más adelante en la presente memoria. En algunas realizaciones, la composición epoxídica no curada no incluye reticulantes diferentes de los descritos más adelante en la presente memoria.

55 La composición epoxídica no curada incluye una especie de tipo carbodiimida, que es de forma típica una especie de tipo policarbodiimida. De forma típica, la especie de tipo policarbodiimida está terminalmente protegida con un grupo isocianato, de forma más típica, la especie de tipo policarbodiimida terminalmente protegida con isocianato es según la Fórmula I:



en donde n es un número entero, de forma típica de entre 0 y 100, de forma más típica de entre 1 y 20, que puede variar o puede ser un valor único; y en donde cada R se selecciona independientemente de grupos aromáticos y alifáticos que pueden estar de forma opcional sustituidos y que contienen de forma típica de entre 1 y 24 carbonos, de forma más típica de entre 3 y 12 carbonos. En algunas realizaciones, todos los grupos R son aromáticos. En algunas realizaciones, todos

los grupos R son fenilo y fenileno. En algunas realizaciones, la especie de tipo policarbodiimida terminalmente protegida con isocianato es una policarbodiimida de toluendiisocianato terminalmente protegida con fenilisocianato.

5 La composición epoxídica no curada incluye resina epoxídica que contiene anillo de oxazolidona y una especie de policarbodiimida como la arriba descrita.

En algunas realizaciones, las composiciones epoxídicas curadas o no curadas según la presente descripción pueden comprender de forma adicional cargas, pigmentos, partículas de carbono, o materiales de nanotubo de carbono.

10 En algunas realizaciones, las composiciones epoxídicas no curadas según la presente invención se pueden conformar a modo de películas mediante cualquier método adecuado. En algunas realizaciones, dichas películas se pueden utilizar como películas de superficie. En algunas realizaciones, dichas películas se pueden utilizar como películas de revestimiento en la fabricación de piezas de material compuesto de matriz de fibra. De forma típica, dicha película de revestimiento se cura durante el curado de la matriz de material compuesto, y se transforma en un componente curado de la pieza de material compuesto formando la superficie exterior de la pieza de material compuesto.

15 En algunas realizaciones, dichas películas se pueden utilizar para formar una construcción multicapa con películas de fluoruro de polivinilideno (PVDF), que en algunas realizaciones se pueden utilizar como películas de revestimiento. En algunas realizaciones, dichas películas se pueden usar en aplicaciones tales como e incluidas las descritas en los documentos de solicitud de patente estadounidense 12/761162, 12/761212, 12/625002, 12/637879 y 12/637915.

En algunas realizaciones, las composiciones epoxídicas según la presente invención se pueden utilizar como adhesivos curables.

25 Se describen composiciones de resina epoxídica que comprenden policarbodiimidias en EP-A-0957122, US-A-2009/0314523 y EP-A-0747434.

En algunas realizaciones, las composiciones epoxídicas según la presente invención se pueden usar como materiales de matriz en materiales prepigmentados o en piezas de material compuesto de matriz de fibra.

30 Los objetivos y ventajas de esta descripción se ilustran adicionalmente mediante los siguientes ejemplos, pero los materiales y cantidades particulares de los mismos enumerados en estos ejemplos, así como otras condiciones y detalles, no deberían interpretarse como indebidamente limitadores de esta descripción.

35 Ejemplos

Salvo que se indique lo contrario, todos los reactivos estuvieron o están disponibles en Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI, o pueden sintetizarse mediante métodos conocidos.

40 Se usan las siguientes abreviaturas para describir los ejemplos:

°F:	Grados Fahrenheit
°C:	Grados centígrados
rpm	Revoluciones por minuto
mil	25,4 μm (10^{-3} pulgadas)
μ -pulgada	0,0254 μm (10^{-6} pulgadas)
μm	micrómetros
mm	milímetros
cm	centímetros
kPa	kilopascales
psi	libras por pulgada cuadrada
mg	miligramos

Métodos de ensayo:

45 *Dureza medida con lápiz.* El nivel de dureza de la superficie de ensayo se midió según el método ASTM D3363-05. La dureza se obtuvo como la dureza medida con lápiz que dejaba la superficie de prueba sin cortar para una longitud de pasada de al menos 3 mm, utilizando lápices obtenidos de General Pencil Company, Redwood City, California.

50 *Rugosidad superficial.* La rugosidad superficial se midió con un indicador de perfil de superficie portátil, modelo "POCKETSURF", obtenido de Mahr Federal, Inc., Providence, Rhode Island. Los resultados indicados fueron el promedio de 5 lecturas.

Absorción de decapante. Se pesó el panel de ensayo y se marcó un área de 4 cm por 5 cm. Se aplicaron con una brocha cuatro gramos de decapante de base de alcohol bencílico, tipo “CEE BEE E2012A”, obtenido de Cee Bee Aviation Products, McGean-Rohco, Inc. Cleveland, Ohio, sobre la superficie de ensayo. Al cabo de 24 horas a 21,1 °C (70 °F) se retiró manualmente el decapante de la superficie de ensayo, y se aclaró el panel con alcohol isopropílico.

5 Después de secar el panel durante 60 minutos a 21,1 °C (70 °F) se volvió a pesar. El aumento de peso del panel de ensayo se registró como absorción de decapante.

Evaluación del panel. El panel de ensayo se inspeccionó visualmente después de la prueba de absorción de decapante. Se registraron debidamente los deterioros producidos en el aspecto.

10

Prueba de las microgrietas. La prueba de las microgrietas se llevó a cabo con paneles de ensayo pintados. La imprimación era gris resistente a fluidos en dos partes CA 7501 aplicada como una única capa ligera. La pintura era capa superior blanca en tres partes 8800, aplicada al panel imprimado en dos capas. La pintura y la imprimación se obtuvieron de PRC Desoto, Sylmar, California. El mezclado y el secado se llevaron a cabo según las instrucciones del fabricante. La prueba de microgrietas se llevó a cabo en una cámara de choques térmicos, un horno de dos cámaras con un regulador que se puede desplazar entre las dos cámaras. Una cámara se ajustó a -54 °C (-65 °F) y la otra a 49 °C (120 °F). El regulador desplazable se programa de modo que permanece en cada cámara durante 10 minutos antes de regresar a la otra cámara. Las muestras se colocan en una gradilla que se cargó sobre el regulador desplazable. Las muestras se hicieron pasar entre las dos cámaras entre 3000 y 4000 ciclos. Los paneles se inspeccionaron para determinar la presencia de microgrietas utilizando un microscopio óptico con un aumento de 16x. Se inspecciona un área conocida y se calculan las grietas por cm lineal. La observación de cero grietas después de terminar todos los ciclos se evaluó como “apto”, una cantidad inferior que o igual a 0,25 grietas por cm lineal se evaluó como “apto justo”, y superior a 0,25 grietas por cm lineal se evaluó como “no apto”.

15

20

25 Materiales usados:

C-150 HP: Aglomerados de nanotubos de carbono con paredes múltiples, comercializado con la marca “BAYTUBES C-150 HP”, de Bayer MaterialScience AG, Leverkusen, Alemania.

30 *CG-1400:* Una dicianidamida micronizada, que tiene un peso equivalente en amina de aproximadamente 21 gramos/equivalente, comercializada con la marca “AMICURE CG-1400”, de Air Products and Chemicals Incorporated, Allentown, Pennsylvania.

35 *DER 6508:* Una resina epoxídica bifuncional que se ha modificado químicamente para permitir la formulación de sistemas resistentes al calor altamente reticulados que tienen un peso equivalente en epóxido de aproximadamente 400 gramos/equivalente, comercializado con la marca “D.E.R. 6508” de Dow Chemical Company, Midland, Michigan.

40 *DEH-85:* Un endurecedor fenólico no modificado que tiene un peso equivalente en hidrógeno activo de aproximadamente 265 gramos/equivalente, comercializado con la marca “DEH-85”, de Dow Chemical Company, Midland, Michigan.

45 *EP 7200:* Una resina epoxídica de bisfenol-A modificada con un peso equivalente aproximado de aproximadamente 207,5 gramos/equivalente, comercializada con la marca “EPALOY 7200”, de CVC Specialty Chemicals Inc., Moorestown, New Jersey.

50 *Epon 826:* Una resina epoxídica de base de bisfenol A líquida de baja viscosidad que tiene un peso equivalente de aproximadamente 182 650 gramos/equivalente, comercializada con la marca “EPON 826”, de Hexion Specialty Chemicals, Columbus, Ohio.

55 *EPON 1002F:* Una resina poliepoxídica de bisfenol A que tiene una funcionalidad de 2 y un peso equivalente en epóxido de aproximadamente 650 gramos/equivalente, comercializada con la marca “EPON 1002F”, de Hexion Specialty Chemicals, Columbus, Ohio.

60 *EPON 1004F:* Una resina poliepoxídica de bisfenol A que tiene una funcionalidad de 2 y un peso equivalente en epóxido de aproximadamente 875 gramos/equivalente, comercializada con la marca “EPON 1004F”, de Hexion Specialty Chemicals.

F-1. Un aditivo contra la formación de grietas y de fluidez de poliéster, comercializado con la marca “Dyoad F-1”, por Dynea, Helsinki, Finlandia.

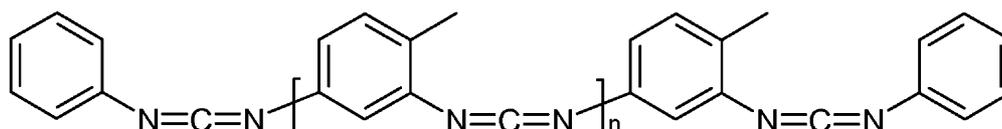
65 *MEK:* Metiletilcetona.

MX-120: Un éter diglicidílico de caucho *core shell* (de tipo núcleo-corona) de copolímero butadieno-acrílico en resina epoxídica basada en Bisfenol A que tiene un peso equivalente en epóxido de aproximadamente 243 gramos/equivalente, comercializado con la marca “KANE ACE MX-120”, de Kaneka Texas Corporation, Pasadena, Texas.

65

MY-720: Un epóxido líquido tetrafuncional, que tiene un peso equivalente en epóxido de aproximadamente 125,5 gramos/equivalente, comercializado con la marca “ARALDITE MY-720”, de Huntsman Advanced Materials America Incorporated, The Woodlands, Texas.

- 5 *PCDI 77,5 %*: Una policarbodiimida de diisocianato de tolueno terminalmente protegida con isocianato de fenilo, que tiene una relación 2:1 en peso de diisocianato de tolueno:isocianato de fenilo, a aproximadamente el 77,5 % en peso de tolueno, preparada del siguiente modo: A un matraz de 3 litros seco y limpio se añadieron, en atmósfera de nitrógeno, 600 g de diisocianato de tolueno, 205 g de isocianato de fenilo, y 184 g de tolueno. La solución se mezcló, y se le añadió una premezcla de catalizador de 7,7 gramos de 3-metil-1-fenil-2-fosfolen-1-
10 óxido en 11,6 gramos de tolueno. La mezcla se calentó lentamente, durante aproximadamente 60 minutos, a 110 °C (230 °F), y se mantuvo a esa temperatura durante 4 horas. Utilizando espectroscopía de infrarrojo para confirmar que se había consumido el isocianato, se enfrió la mezcla a 23,9 °C (75 °F).



- 15 *PCDI 40 %*: Una policarbodiimida de diisocianato de tolueno terminalmente protegida con isocianato de fenilo, que tiene una relación 2:1 en peso de diisocianato de tolueno:isocianato de fenilo, a de aproximadamente el 40 % en peso de tolueno, preparada del siguiente modo: A un matraz de 2 litros seco y limpio se añadieron, en atmósfera de nitrógeno, 320 g de diisocianato de tolueno, 109,4 g de isocianato de fenilo, y 480 g de tolueno. La solución se mezcló, y se le añadió una premezcla de catalizador de 1,84 gramos de 3-metil-1-fenil-2-fosfolen-1-
20 óxido en 12,5 gramos de tolueno. La mezcla se calentó lentamente, durante aproximadamente 60 minutos, a 110 °C (230 °F), y se mantuvo a esa temperatura durante 3 horas. Utilizando espectroscopía de infrarrojo para confirmar que se había consumido el isocianato, se enfrió la mezcla a 23,9 °C (75 °F).

- 25 *PKHP*: Una resina de tipo fenoxi micronizada, que tiene un peso molecular promedio en número (MN) de 10.000-16.000, y un peso equivalente en hidroxilo de 284 gramos/equivalente, comercializada con la marca “PAPHEN PKHP-200”, por Phenoxy Associates, Rock Hill, SC, EE.UU.

30 *R-960*: Un pigmento de dióxido de rutilo titanio, comercializado con la marca “TI-PUR R-960”, por E.I. du Pont de Nemours & Company, Wilmington, Delaware.

35 *RA95*: Un elastómero de butadieno-acrilonitrilo modificado con resina epoxídica de Bisfenol A de alta viscosidad que tiene un peso equivalente en epóxido de aproximadamente 202,5 gramos/equivalente, comercializado con la marca “Hypox RA95” por CVC Specialty Chemicals Inc., Moorestown, New Jersey.

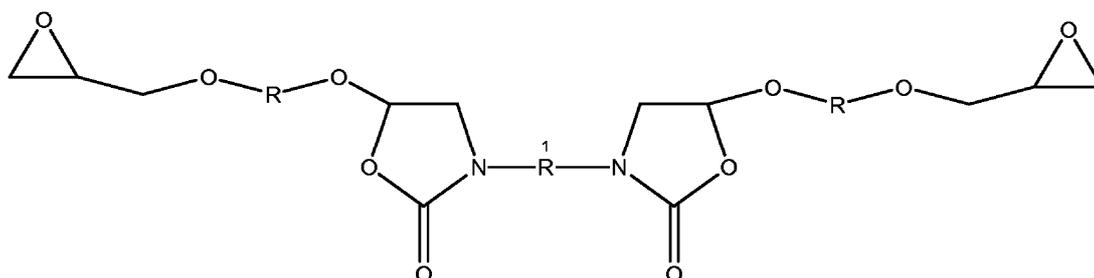
SU-2,5: Una resina poliepoxídica de bisfenol A que tiene una funcionalidad de 2,5 y un peso equivalente en epóxido de aproximadamente 190 gramos/equivalente, comercializada con la marca “EPON SU-2,5”, de Hexion Specialty Chemicals.

40 *SU-8*: Una resina poliepoxídica de bisfenol A que tiene una funcionalidad de 8 y un peso equivalente en epóxido de aproximadamente 212,5 gramos/equivalente, comercializada con la marca “EPON SU-8”, por Hexion Specialty Chemicals.

45 *U-52*: Una urea sustituida aromática (4,4'-metileno-bis(fenildimetilurea), que tiene un peso equivalente en amina de aproximadamente 170 gramos/equivalente, comercializada con la marca “OMICURE U-52”, por CVC Specialty Chemicals Incorporated.

VYG: Un pigmento de cobre-ftalocianina, comercializado con la marca “VYNAMON GREEN 600734”, por Heucotech Ltd., Fairless Hills, Pennsylvania.

50 *XAC-4151*: Un material epoxídico que contiene anillo de oxazolidona, que tiene un peso equivalente en epoxi de aproximadamente 420 gramos/equivalente, comercializado con la marca “XAC-4151”, por Asahi Kasei, Kanto, Japón.



ES 2 652 152 T3

5 *AF 191U*: Una película adhesiva con estructura epoxídica modificada termoendurecible, que tiene un peso base de aproximadamente 244,2 gramos por centímetro cuadrado (g/cm^2) (de 0,05 libras por pie cuadrado (libra/pie^2)), comercializada con la marca "SCOTCH-WELD STRUCTURAL ADHESIVE FILM, 0,05", por 3M Company, St. Paul, Minnesota.

SM 905M: Una película de revestimiento de material compuesto, que tiene un peso base de 171 g/cm^2 (0,020 libras/ pie^2), comercializada con la marca "SURFACE MASTER 905M", por Cytac Engineered Materials, Inc., Tempe, Arizona.

10 Preparación de composiciones de resina:

Se prepararon Materiales Comparativos y Ejemplos como se describe a continuación, según las composiciones indicadas en las Tablas 1 y 2.

15 *Tabla 1*

Componente	Comparativo A	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4
XAC-4151	19,15	0	18,05	16,60	16,16
MX-120	19,15	18,05	18,05	16,60	16,16
SU-2,5	19,15	18,05	18,05	16,60	16,16
MY-720	15,32	2,89	2,89	2,66	2,59
CG-1400	6,85	3,77	3,77	3,47	3,38
U-52	0,38	0,20	0,20	0,18	0,18
EPON 1002F	0	18,05	0	0	0
PCDI 77,5 %	0	24,4	24,40	22,45	21,85
VYG	0	0	0	1,53	0
R-960	0	0	0	4,78	7,69
C-150HP	0	0	0	0	0,58
MEK	17,0	14,59	14,59	15,13	15,25
Tolueno	3,0	0	0	0	0

Tabla 2

Componente	Ejemplo 5	Ejemplo 6
XAC4151	14,81	
DER6508		19,41
SU-8	5,82	7,63
MX-120	16,05	21,25
MY-720	2,57	3,37
PCDI 77,5 %	21,69	
PCDI 40 %		5,51
Epon 826 Molienda	8,02	7,35
CG-1400	3,36	4,4
U-52	0,18	0,23
VYG	0,49	0,47
R-960	2,46	2,33
RA95	9,22	9,55
Epon 826 Salida		1,06
F-1	0,69	0,75
MEK	14,65	16,46
Tolueno		0,23

Comparativo A

5 XAC-4151 se machacó manualmente con un mortero y se introdujo en una taza de plástico con una capacidad de 200 gramos diseñada para usar en un molino planetario, modelo "SPEED MIXER DA 400 FV", comercializado por Synergy Devices Limited, Buckinghamshire, Reino Unido. Se añadió MEC/tolueno 85:15 a la taza, que se fijó al molino y se hizo girar a 2200 rpm hasta que se disolvió la mezcla, en el transcurso de aproximadamente 5 minutos. Se retiró la taza del molino, al que se habían añadido MX-120, SU-2,5 y MY-720 y se continuó mezclando durante otros 2 minutos a 2200 rpm. Se volvió a retirar la taza del molino y se añadieron CG-1400 y U-52. La mezcla se agitó manualmente para impregnar los agentes de curado y se volvió a colocar la taza en el molino durante 2 minutos más a 2200 rpm, hasta que se homogeneizaron todos los componentes.

Ejemplo 1

15 Se machacó manualmente Epon 1002F con un mortero y se introdujo en una taza de plástico con una capacidad de 200 gramos, a la que se había añadido MEC. La taza se introdujo en un molino planetario y se mezcló a 2200 rpm hasta lograr la disolución, al cabo de aproximadamente 5 minutos. Se retiró la taza del molino, al que se habían añadido MX-120, SU-2,5, MY-720 y PCDI y se continuó mezclando durante otros 2 minutos a 2200 rpm. Se volvió a retirar la taza del molino y se añadieron CG-1400 y U-52. La mezcla se agitó manualmente para impregnar los agentes de curado y se volvió a colocar la taza en el molino durante 2 minutos más a 2200 rpm, hasta que se homogeneizaron todos los componentes.

Ejemplo 2

25 El proceso descrito en el Ejemplo 1 se repitió para la composición indicada en la Tabla 1, en donde el Epon 1002F se sustituyó por XAC-4151.

Ejemplo 3

30 Se introdujeron R-960, VYG y SU-2,5 en una taza de plástico con una capacidad de 200 gramos. La taza se introdujo en un molino planetario y se mezcló a 2200 rpm durante 2 minutos. A continuación se trituro la mezcla en un molino de pinturas de tres rodillos durante tres pasadas y se retiró. Se machacó manualmente XAC-4151 con un mortero y se añadió a una taza de molino planetario, seguido de MEC, y se mezcló en el molino planetario a 2200 rpm hasta lograr la disolución, aproximadamente 5 minutos. Se retiró la taza del molino, al que se añadieron R-960, VYG y SU-2,5 desde el molino de pinturas de tres rodillos, seguido de MX-120, MY-720 y PCDI. La mezcla se volvió a introducir en el molino planetario, y se continuó mezclando durante 2 minutos más a 2200 rpm. Se retiró la taza del molino planetario y se añadieron CG-1400 y U-52. La mezcla se agitó manualmente para impregnar los agentes de curado y se volvió a colocar la taza en el molino planetario durante 2 minutos más a 2200 rpm, hasta que se homogeneizaron todos los componentes.

Ejemplo 4

Se repitió el Ejemplo 3, sustituyendo el VYG por CNT.

Ejemplo 5

45 Se introdujeron R-960, VYG, CG-1400, U-52 y Epon 826 en una taza de plástico con una capacidad de 200 gramos. La taza se introdujo en un molino planetario y se mezcló a 2200 rpm durante 2 minutos. A continuación se trituro la mezcla en un molino de pinturas de tres rodillos durante tres pasadas y se retiró. Se machacó manualmente XAC4151 y SU-8 con un mortero y se añadió a una taza de molino planetario, seguido de MEC, y se mezcló en el molino planetario a 2200 rpm hasta lograr la disolución, aproximadamente 10 minutos. Se retiró la taza del molino, al que se añadieron R-960, VYG, CG-1400, U-52 y Epon 826 desde el molino de pinturas de tres rodillos, seguido de MX-120, MY-720, F-1, RA-95 y PCDI al 77,5 %. La mezcla se volvió a introducir en el molino planetario, y se continuó mezclando durante 2 minutos más a 2200 rpm. La mezcla se agitó manualmente para raspar las paredes de la taza y se volvió a colocar la taza en el molino planetario durante 2 minutos más a 2200 rpm, hasta que se homogeneizaron todos los componentes.

Ejemplo 6

55 Se introdujeron R-960, VYG, CG-1400, U-52 y Epon 826 en una taza de plástico con una capacidad de 200 gramos. La taza se introdujo en un molino planetario y se mezcló a 2200 rpm durante 2 minutos. A continuación se trituro la mezcla en un molino de pinturas de tres rodillos durante tres pasadas y se retiró. Se machacó manualmente DER 6508 y SU-8 con un mortero y se añadió a una taza de molino planetario, seguido de MEC, y se mezcló en el molino planetario a 2200 rpm hasta lograr la disolución, aproximadamente 10 minutos. Se retiró la taza del molino, al que se añadieron R-960, VYG, CG-1400, U-52 y Epon 826 desde el molino de pinturas de tres rodillos, seguido de MX-120, MY-720, F-1, RA-95, el resto del Epon 826, tolueno y PCDI al 40 %. La mezcla se volvió a introducir en el molino planetario, y se continuó mezclando durante 2 minutos más a 2200 rpm.

La mezcla se agitó manualmente para raspar las paredes de la taza y se volvió a colocar la taza en el molino planetario durante 2 minutos más a 2200 rpm, hasta que se homogeneizaron todos los componentes.

Preparación de paneles de material compuesto:

Al cabo de una hora de preparación, las composiciones de resina se recubrieron con una barra con muescas sobre un revestimiento de liberación recubierto con silicona decolorado, núm. de producto "23210 76# BL KFT H/HP 4D/6MH" Loparex, Inc., Iowa City, Iowa, con una separación de barra de 152,4 µm (6 mil). El revestimiento recubierto se dejó secar durante al menos 1 hora a aproximadamente 21,1 °C (70 °F).

Se prepararon muestras de ensayo de los materiales compuestos poliméricos secos Material Comparativo A, Ejemplos 1-7, más película estructural adhesiva 905M (designado Material Comparativo B), y película de superficie de material compuesto AF 191U (designado Material Comparativo C), del modo siguiente. Cada película de revestimiento se recortó en secciones de 30,4 por 30,4 cm (12 pulgadas por 12 pulgadas) y se aplicó a una herramienta de tipo bandeja. Una capa de tejido de grafito previamente impregnado, seguido de capas adicionales de cinta de grafito de grado 190 previamente impregnada unidireccional, orientadas a 0/+45/+90/-45/0/0/-45/90/+45/0 grados. La bandeja se colocó en una bolsa de vacío con película de revestimiento directamente contra la superficie de la herramienta que se colocó a continuación en un autoclave. Se aplicó un vacío total de aproximadamente 94,8 kPa (28 pulgadas de mercurio) a aproximadamente 22 °C (72 °F) durante un tiempo de 10 a 15 minutos, tras lo cual se aumentó gradualmente la presión externa hasta 397 kPa (55 psi). La bolsa de vacío se mantuvo a vacío total (94,8 kPa (28 pulgadas de Hg)) durante la duración del ciclo de curado, y se aumentó la temperatura a 2,8 °C por minuto (5 °F por minuto) hasta 177 °C (350 °F) y se mantuvo a esa temperatura durante 2 horas. El artículo de material compuesto polimérico curado con revestimiento aproximadamente a 22 °C (72 °F), temperatura a la que se liberó la presión, y el artículo curado que tenía un espesor de aproximadamente 0,114 mm (0,045 pulgadas) se retiró del autoclave y de la bolsa de vacío.

Se llevó a cabo la medición de la dureza con lápiz, de la rugosidad superficial, la evaluación de panel y de la absorción de decapante para cada muestra de ensayo. Además, se analizaron muestras de ensayo correspondientes a los Ejemplos 5 y 6 para determinar la resistencia a la formación de microgrietas. Los resultados se indican en la Tabla 3.

Tabla 3

Muestra	Datos de ensayo						
	Dureza medida con lápiz		Rugosidad superficial µm (µ-pulgada)		Señal en el panel	Absorción de decapante (mg/cm ²)	Microgrietas
	Inicial	24 horas, Δ Cambio en la dureza medida con lápiz	Inicial	24 horas	24 horas	24 horas	
Comparativo A	4H	B 6	0,39 (15,3)	1,01 (39,7)	No	1,98	
Comparativo B	6H	H 5	0,78 (30,6)	2,29 (90,0)	Sí	2,46	
Ejemplo 1	4H	3H 1	0,50 (19,5)	0,68 (26,8)	No	1,53	
Ejemplo 2	4H	4H 0	0,40 (15,7)	0,38 (15,0)	No	1,97	
Ejemplo 3	4H	4H 0	0,38 (15,0)	0,47 (18,3)	No	0,44	
Ejemplo 4	4H	4H 0	0,40 (15,8)	0,44 (17,2)	No	0,96	
Ejemplo 5	6H	6H 0	0,97 (38)	1,01 (39,6)	No	0,23	No superado
Ejemplo 6	6H	6H 0	0,74 (29,2)	0,82 (32,4)	No	0325	Superado

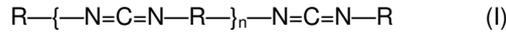
Los Ejemplos según la presente descripción mostraron una mejor resistencia frente a la degradación en diversas pruebas cuando se expusieron a decapante. El Ejemplo 6 mostró de forma adicional una buena resistencia a la aparición de microgrietas. Se cree que esta característica adicional se debe a la limitación de la cantidad de PCDI a una cantidad en el intervalo de 0,5-5 % o, de forma más específica, entre 1 % y 3 %.

Se entenderá que la presente descripción no ha de quedar indebidamente limitada a las realizaciones ilustrativas expuestas anteriormente en la presente memoria.

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende:

- 5 a) una resina epoxídica curable; y
 b) de 0,01 a 30 % en peso de una policarbodiimida según la Fórmula I:



10 en donde n es un número entero entre 0 y 100, y
 en donde cada R se selecciona independientemente entre sí de grupos aromáticos y alifáticos que
 contienen entre 1 y 24 carbonos y que están opcionalmente sustituidos, y
 en donde la composición incluye una resina epoxídica que contiene anillo de oxazolidona.

- 15 2. La composición según la reivindicación 1 que comprende de 0,1 a 20 % en peso de dicha policarbodiimida.
 3. La composición según la reivindicación 1 que comprende de 0,1 a 10 % en peso de dicha policarbodiimida.
 4. La composición según la reivindicación 1 que comprende de 0,5 a 5 % en peso de dicha policarbodiimida.
 20 5. La composición según la reivindicación 1 que comprende de 1 a 3 % en peso de dicha policarbodiimida.
 6. La composición según la reivindicación 1 en donde n es al menos 1.
 25 7. La composición según la reivindicación 1 en donde n es al menos 2.
 8. La composición según la reivindicación 1 en donde R contiene entre 3 y 12 carbonos.
 9. La composición según la reivindicación 1 en donde todos los grupos R son aromáticos.
 30 10. La composición según la reivindicación 1 en donde todos los grupos R se seleccionan del grupo que
 consiste en fenilo, toluilo, fenileno y metil-fenileno.
 11. La composición según la reivindicación 1 que es una lámina que tiene un espesor inferior a 0,5 mm.
 35 12. La composición según la reivindicación 1 que está parcialmente curada.
 13. Una composición curada que se puede obtener curando la composición según cualquiera de las
 reivindicaciones 1 a 12.
 40 14. Una pieza de material compuesto que comprende la composición curada de la reivindicación 13.
 15. Una pieza de material compuesto según la reivindicación 14 que tiene una superficie externa que
 comprende la composición curada de la reivindicación 12.