

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 699 774**

51 Int. Cl.:

C08G 59/40	(2006.01)	H01F 27/32	(2006.01)
C08G 59/50	(2006.01)	H01F 30/08	(2006.01)
C08G 59/62	(2006.01)	B05D 3/00	(2006.01)
C08G 59/68	(2006.01)		
C08K 5/053	(2006.01)		
C08K 5/06	(2006.01)		
C08K 5/17	(2006.01)		
C09D 163/00	(2006.01)		
H01F 27/00	(2006.01)		
H01F 27/28	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.06.2012 PCT/EP2012/062452**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **07.03.2013 WO13029832**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.06.2012 E 12731405 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.09.2018 EP 2751161**

54 Título: **Procedimiento para la impregnación de reactores de núcleo de aire, reactor de núcleo de aire impregnado y uso de un sistema de impregnación**

30 Prioridad:

31.08.2011 EP 11179504

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.02.2019

73 Titular/es:

**HUNTSMANN ADVANCED MATERIALS
LICENSING (SWITZERLAND) GMBH (100.0%)
Klybeckstrasse 200
4057 Basel, CH**

72 Inventor/es:

**BEIGEL, ASTRID;
BEISELE, CHRISTIAN y
MASSEN, ULRICH**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 699 774 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

Procedimiento para la impregnación de reactores de núcleo de aire, reactor de núcleo de aire impregnado y uso de un sistema de impregnación

5 La invención se refiere a un procedimiento para la impregnación de reactores de núcleo de aire o partes de reactores de núcleo de aire. Además, la invención se refiere al uso de un sistema de impregnación para la impregnación de un reactor de núcleo de aire o partes del mismo.

10 Se conocen bien en la técnica composiciones curables de resina epoxídica para proporcionar propiedades excelentes del material curado tras la aplicación de dichas composiciones a fibras. Las resinas epoxídicas pueden curarse con por ejemplo ácidos y/o anhídrido. Aunque estas composiciones están usándose actualmente para aplicaciones industriales, se reconocen bien algunas desventajas. El sistema curado con ácido y/o anhídrido es a menudo sensible al agua y conduce a hidrólisis de la matriz curada. Además, la aplicación de composiciones de resina epoxídica curables que comprende anhídridos en un procedimiento para la impregnación de reactores de núcleo de aire de tipo seco está asociada con problemas de higiene en funcionamiento. Los reactores de núcleo de aire de tipo seco pueden recubrirse mediante impregnación por goteo e impregnación a presión de vacío. Se usan cámaras grandes y enormes cantidades de sistemas de epoxi-anhídrido a altas temperaturas. Por tanto, hay una alta cantidad de vapor de anhídrido en la cámara y en el caso de un incidente los trabajadores pueden contaminarse fácilmente y las medidas de protección se vuelven muy importantes. Además, los reactores de núcleo de aire se usan en exteriores. Por tanto, están expuestos a alta humedad y cambios de temperatura desde -40°C hasta 150°C durante el funcionamiento. Los sistemas usados actualmente se basan en sistemas epoxídicos de bis-fenol A/anhídrido, que pueden degradarse por la humedad especialmente a altas temperaturas. Adicionalmente, la resistencia al agrietamiento de los sistemas usados actualmente es débil y, como consecuencia, durante los cambios de temperatura pueden producirse grietas y la humedad puede penetrar incluso mejor y provocar daños más graves.

El documento US 6.479.103 B1 da a conocer una composición de recubrimiento anticorrosiva eléctricamente conductora y soldable que contiene aglutinante orgánico compuesto por una resina epoxídica, un agente de curado, entre otros diciandiamida, derivados de imidazol y polioxialquilenpoliaminas, y un poliuretano, así como al menos un extensor eléctricamente conductor.

El documento WO 99/16840 da a conocer composiciones de recubrimiento que contienen al menos dos resinas epoxídicas diferentes y un agente de curado, entre otros diciandiamida y poliéteres terminados en amina, composiciones de recubrimiento que se aplican al sustrato pintando o pulverizando y proporcionan propiedades de amortiguación del sonido.

El objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la impregnación de un reactor de núcleo de aire o partes del mismo, que supere las desventajas de los métodos conocidos en la técnica anterior y mencionados anteriormente.

Se ha encontrado que los problemas identificados anteriormente pueden solucionarse mediante un método específico para la impregnación de reactores de núcleo de aire.

45 Una primera realización de la presente invención es un procedimiento para la impregnación de reactores de núcleo de aire o partes de reactores de núcleo de aire que comprende las siguientes etapas:

i) proporcionar un reactor de núcleo de aire o una parte de un reactor de núcleo de aire,

50 ii) aplicar un sistema de impregnación al reactor de núcleo de aire o la parte del reactor de núcleo de aire en el que dicho sistema de impregnación comprende

a) uno o más componentes que comprenden uno o más grupos epoxídicos,

55 b) uno o más flexibilizadores seleccionados de polipropilenglicoles o polietilenglicoles,

c) diciandiamida; y

60 d) uno o más aceleradores seleccionados del grupo que consiste en imidazol, derivados de imidazol, derivados de urea y mezclas de los mismos,

iii) curar el reactor de núcleo de aire impregnado o la parte impregnada del reactor de núcleo de aire.

El término reactor de núcleo de aire, inductor de núcleo de aire y bobina de núcleo de aire se usan a continuación en el presente documento de manera sinónima. Un inductor (o reactor, o bobina) es un componente eléctrico pasivo usado para almacenar energía en un campo magnético. El término reactor de núcleo de aire describe un inductor,

que no usa un núcleo magnético hecho de un material ferromagnético. El término se refiere a bobinas enrolladas sobre plástico, cerámica u otras formas no magnéticas, así como las que tienen realmente aire dentro de los arrollamientos. Los bobinas de núcleo de aire tienen una inductancia menor que las bobinas de núcleo ferromagnético, pero se usan a menudo a altas frecuencias porque están libres de las pérdidas de energía que se producen en bobinas ferromagnéticas. Un efecto secundario que puede producirse en bobinas de núcleo de aire en las que el arrollamiento no está soportado de manera rígida sobre una forma es la microfónica: la vibración mecánica de los arrollamientos puede provocar variaciones en la inductancia.

Según una realización preferida la parte del reactor de núcleo de aire es una bobina.

En la etapa i) del procedimiento de la invención se proporciona un reactor de núcleo de aire o una parte de un reactor de núcleo de aire. Según una realización preferida de la presente invención el reactor de núcleo de aire o la parte del mismo se precalienta antes de la aplicación del sistema de impregnación (etapa ii)).

Preferiblemente, el reactor de núcleo de aire o la parte del mismo se precalienta hasta una temperatura que es suficiente para garantizar la fluidez del sistema de impregnación, más preferiblemente hasta una temperatura de hasta 110°C, además preferiblemente hasta 105°C o hasta 100°C. Pueden lograrse buenos resultados precalentando el reactor de núcleo de aire o partes del mismo hasta una temperatura que oscila entre 70°C y 110°C, además preferiblemente entre 80°C y 105°C, especialmente entre 85°C y 105°C o entre 95°C y 105°C.

Sin embargo, durante la etapa de aplicación ii) la temperatura del reactor de núcleo de aire precalentado o las partes del mismo puede disminuir, por ejemplo hasta una temperatura de aproximadamente 40°C a 80°C.

Durante la aplicación del sistema de impregnación (etapa ii)) la temperatura del reactor de núcleo de aire o la parte del mismo oscila entre 40°C y 100°C, preferiblemente entre 50°C y 90°C.

En la etapa ii) del procedimiento de la presente invención se aplica un sistema de impregnación al reactor de núcleo de aire preferiblemente precalentado o las partes del reactor de núcleo de aire.

El sistema de impregnación comprende

a) uno o más componentes que comprenden uno o más grupos epoxídicos,

b) uno o más flexibilizadores seleccionados de polipropilenglicoles o polietilenglicoles,

c) dicianidamida; y

d) uno o más aceleradores seleccionados del grupo que consiste en imidazol, derivados de imidazol, derivados de urea y mezclas de los mismos.

El sistema de impregnación es una composición que comprende los componentes a) a d). Sin embargo, el sistema de impregnación también puede comprender composiciones diferenciadas que comprenden uno o más de los componentes individuales a) a d) mediante lo cual dichas composiciones se mezclan antes de la aplicación al reactor de núcleo de aire o la parte de un reactor de núcleo de aire.

El componente a) del sistema de impregnación es un componente que comprende uno o más grupos epoxídicos.

Como componente a) del sistema de impregnación es adecuado cualquier tipo de epóxido que contiene al menos un grupo glicidilo o α -metilglicidilo, un grupo óxido de alquileo lineal o un grupo óxido de cicloalquileo.

Los epóxidos pueden usarse individualmente o como una mezcla que comprende dos o más epóxidos diferentes.

Ejemplos de resinas epoxídicas adecuadas son poliglicidil y poli(α -metilglicidil) éteres obtenibles mediante reacción de un compuesto que contienen al menos dos grupos hidroxilo alcohólicos y/o fenólicos libres por molécula con epiclorohidrina o α -metilepiclorohidrina en condiciones alcalinas, o alternativamente en presencia de un catalizador de ácido con tratamiento con álcali posterior.

Compuestos de partida adecuados para la preparación de tales glicidil o α -metilglicidil éteres son, por ejemplo, alcoholes acíclicos, tales como etilenglicol, dietilenglicol y poli(oxietilenglicoles superiores, propano-1,2-diol y poli(oxipropilenglicoles, propano-1,3-diol, butano-1,4-diol, poli(oxitetrametilenglicoles, pentano-1,5-diol, hexano-1,6-diol, hexano-2,4,6-triol, glicerol, 1,1,1-trimetilpropano, pentaeritritol o sorbitol, alcoholes cicloalifáticos, tales como resorcitol, quinitol, bis(4-hidroxiciclohexil)metano, 2,2-bis(4-hidroxi-ciclohexil)propano y 1,1-bis(hidroximetil)ciclohex-3-eno, y alcoholes que tienen núcleos aromáticos, tal como N,N-bis(2-hidroxietil)anilina y p,p'-bis(2-hidroxietilamino)difenil-metano.

Compuestos de dihidroxilo adecuados adicionales para la preparación de glicidila o α -metilglicidil éteres son fenoles mononucleares, tales como resorcinol e hidroquinona, fenoles polinucleares, tales como bis(4-hidroxifenil)metano, 4,4-dihidroxidifenilo, bis(4-hidroxifenil)sulfona, 1,1,2,2-tetrakis(4-hidroxifenil)etano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (bisfenol A) y 2,2-bis(3,5-dibromo-4-hidroxifenil)propano, y novolacas, por ejemplo novolacas de fenol y cresol.

5 Pueden obtenerse ésteres poliglicidílicos y poli(α -metilglicidílicos) mediante reacción de un compuesto que contiene dos o más grupos ácido carboxílico por molécula con epiclorohidrina, gliceroldiclorohidrina o α -metilepiclorohidrina en presencia de álcali. Tales ésteres poliglicidílicos pueden derivarse de ácidos policarboxílicos alifáticos, por ejemplo ácido oxálico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico o ácido linoleico dimerizado o trimerizado, de ácidos policarboxílicos cicloalifáticos, tales como ácido tetrahidroftálico, ácido 4-metiltetrahidroftálico, ácido hexahidroftálico y ácido 4-metilhexahidroftálico, y de ácidos policarboxílicos aromáticos, tales como ácido ftálico, ácido isoftálico y ácido tereftálico.

15 Epóxidos adicionales adecuados como componente a) son compuestos de poli(N-glicidilo), por ejemplo los productos obtenibles mediante deshidrocloración de los productos de reacción de epiclorohidrina y aminas que contienen al menos dos átomos de hidrógeno de amino, tales como anilina, n-butilamina, bis(4-aminofenil)metano y bis(4-metil-aminofenil)metano. También se incluyen isocianurato de triglicidilo así como derivados de N,N'-diglicidilo de alquilenureas cíclicas, tales como etilenurea y 1,3-propilenurea e hidantoínas, tales como 5,5-dimetilhidantoína. Asimismo son adecuados compuestos de poli(S-glicidilo), por ejemplo los derivados de di-S-glicidilo de ditioles, tales como etano-1,2-ditioil y bis(4-mercaptometilfenil) éter.

Adecuadamente el sistema de impregnación comprende como componente a) una resina epoxídica cicloalifática o un producto de epoxidación de un aceite insaturado natural o un derivado del mismo.

25 El término "resina epoxídica cicloalifática" en el contexto de esta invención indica cualquier resina epoxídica que tiene unidades estructurales cicloalifáticas, es decir, incluye tanto compuestos de glicidilo como compuestos de α -metilglicidilo cicloalifáticos así como resinas epoxídicas basadas en óxidos de cicloalquileno.

30 Compuestos de glicidilo y compuestos de metilglicidilo cicloalifáticos adecuados son los ésteres glicidílicos y ésteres α -metilglicidílicos de ácidos policarboxílicos cicloalifáticos, tales como ácido tetrahidroftálico, ácido 4-metiltetrahidroftálico, ácido hexahidroftálico, ácido 3-metilhexahidroftálico y ácido 4-metilhexahidroftálico.

35 Resinas epoxídicas cicloalifáticas adecuadas adicionales son diglicidil éteres y α -metilglicidil éteres de alcoholes cicloalifáticos, tales como 1,2-dihidroxiclohexano, 1,3-dihidroxiclohexano y 1,4-dihidroxiclohexano, 1,4-ciclohexanodimetanol, 1,1-bis(hidroximetil)ciclohex-3-eno, bis(4-hidroxiclohexil)metano, 2,2-bis(4-hidroxiclohexil)propano y bis(4-hidroxiclohexil)sulfona.

40 Ejemplos de resinas epoxídicas que tienen estructuras de óxido de cicloalquileno son bis(2,3-epoxiciclopentil) éter, 2,3-epoxiciclopentilglicidil éter, 1,2-bis(2,3-epoxiciclopentil)etano, dióxido de vinilciclohexeno, 3',4'-epoxiciclohexanocarboxilato de 3,4-epoxiciclohexilmetilo, 3',4'-epoxi-6'-metilciclohexanocarboxilato de 3,4-epoxi-6-metilciclohexilmetilo, adipato de bis(3,4-epoxiciclohexilmetilo) y adipato de bis(3,4-epoxi-6-metilciclohexilmetilo).

45 Resinas epoxídicas cicloalifáticas adecuadas son bis(4-hidroxiclohexil) metanodiglicidil éter, 2,2-bis(4-hidroxiclohexil) propanodiglicidil éter, éster diglicidílico del ácido tetrahidroftálico, éster diglicidílico del ácido 4-metiltetrahidroftálico, éster diglicidílico del ácido 4-metilhexahidroftálico, y especialmente éster diglicidílico del ácido hexahidroftálico y 3',4'-epoxiciclohexanocarboxilato de 3,4-epoxiciclohexilmetilo.

50 Como componente a) también es posible usar productos de epoxidación de ésteres de ácidos grasos insaturados. Es adecuado usar compuestos que contienen epoxi derivados de ácidos mono y poligrasos que tienen desde 12 hasta 22 átomos de carbono y un índice de yodo de desde 30 hasta 400, por ejemplo ácido lauroleico, ácido miristoleico, ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido gadoleico, ácido erúxico, ácido ricinoleico, ácido linoleico, ácido linoléico, ácido elaídico, ácido licánico, ácido araquidónico y ácido clupanodónico.

55 Asimismo, pueden usarse los productos de epoxidación de aceite de soja, aceite de linaza, aceite de perilla, aceite de tung, aceite de oiticica, aceite de cártamo, aceite de semillas de amapola, aceite de cáñamo, aceite de semillas de algodón, aceite de girasol, aceite de colza, triglicéridos poliinsaturados, triglicéridos de plantas euforbiáceas, aceite de cacahuete, aceite de oliva, aceite de orujo, aceite de almendras, aceite de kapok, aceite de avellana, aceite de hueso de albaricoque, aceite de hayuco, aceite de altramuz, aceite de maíz, aceite de sésamo, aceite de pepitas de uva, aceite de *Lallemantia*, aceite de ricino, aceite de arenque, aceite de sardina, aceite de menhaden, 60 aceite de ballena, aceite de sebo y derivados de los mismos según la invención.

También son adecuados derivados insaturados superiores que pueden obtenerse mediante reacciones de deshidrogenación posteriores de esos aceites.

65 Los dobles enlaces olefínicos de los radicales de ácidos grasos insaturados de los compuestos mencionados

anteriormente pueden epoxidizarse según métodos conocidos, por ejemplo mediante reacción con peróxido de hidrógeno, opcionalmente en presencia de un catalizador, un hidroperóxido de alquilo o un perácido, por ejemplo ácido per fórmico o ácido peracético.

5 Dentro del alcance de la invención, tanto los aceites completamente epoxidados como los derivados parcialmente epoxidados que todavía contienen dobles enlaces libres pueden usarse como componente a).

Son adecuados como componente a) aceite de soja epoxidado y aceite de linaza epoxidado.

10 Según una realización adicional preferida el componente a) del sistema de impregnación es un compuesto que tiene una funcionalidad epoxi promedio de al menos dos.

15 Según una realización adicional preferida el componente a) del sistema de impregnación es un poliglicidil éter de un alcohol polihidroxilado, preferiblemente polifenol, de manera especialmente preferible un poliglicidil éter de bis-fenol-A o bis-fenol-F.

Un componente adicional del sistema de impregnación es el flexibilizador (componente b).

20 El flexibilizador es preferiblemente un componente líquido a 25°C.

Se prefiere especialmente flexibilizadores líquidos que no reaccionan con la diciandiamida durante el almacenamiento.

25 El flexibilizador es a partir de polipropilenglicoles o polietilenglicoles.

El componente b) del sistema de impregnación está presente preferiblemente en una cantidad que oscila entre el 40-70% en peso, además preferiblemente el 50-70% en peso y más preferiblemente el 50-60% en peso basándose en la cantidad de la suma de componentes b), c) y d).

30 Un componente esencial adicional del sistema de impregnación es diciandiamida (componente c). Preferiblemente, la diciandiamida está presente en forma de polvo, teniendo preferiblemente un diámetro promediado en peso que oscila entre 1 y 250 µm, más preferiblemente que oscila entre 1 y 10 µm, determinado mediante métodos de dispersión de luz.

35 El componente c) del sistema de impregnación está presente preferiblemente en una cantidad que oscila entre el 25 y el 45% en peso, más preferiblemente entre el 25 y el 40% en peso y de manera especialmente preferible entre el 33 y el 36% en peso basándose en la cantidad de la suma de componentes b), c) y d).

40 Un componente esencial adicional del sistema de impregnación de la presente invención es el acelerador (componente d).

El acelerador se selecciona del grupo que consiste en imidazol, derivados de imidazol, derivados de urea y mezclas de los mismos.

45 Aceleradores adecuados son imidazoles, tales como, por ejemplo, imidazol, 2-etilimidazol, 2-fenilimidazol, 1-metilimidazol, 1-cianoetil-2-etil-4-metilimidazol, 2-etil-4-metilimidazol o aductos de un imidazol con resina epoxídica.

50 Otra clase de aceleradores adecuados son, por ejemplo, derivados de urea, tales como N,N-dimetil-N'-(3-cloro-4-metilfenil)urea (clortoluron), N,N-dimetil-N'-(4-clorofenil)urea (monurona) o N,N-dimetil-N'-(3,4-diclorofenil)urea (diurona), 2,4-bis(N',N'-dimetilureido)tolueno o 1,4-bis(N',N'-dimetilureido)benceno. Están disponibles comercialmente productos de esta familia de urona como uronas DYHARD® de Evonic, por ejemplo DYHARD® UR 200, UR300 y UR 500 (DYHARD® es una marca comercial).

55 Los aceleradores adecuados mencionados anteriormente se usan solos o como una mezcla de los mismos tal como por ejemplo una mezcla de un imidazol y un derivado de urona.

El componente d) del sistema de impregnación está presente preferiblemente en una cantidad que oscila entre el 5 y el 25% en peso, además preferiblemente del 5 al 15% en peso y más preferiblemente del 5 al 7% en peso, basándose en la cantidad de la suma de componentes b), c) y d).

60 La cantidad del componente epoxídico (componente a) debe adaptarse a los otros componentes b) a d). Según una realización preferida la razón en peso de componente a) con respecto a la suma de componentes b), c) y d) (b+c+d) oscila entre 20:1 y 2:1, además preferiblemente entre 25:2 y 5:1, de manera especialmente preferible entre 12:1 y 8:1, en particular entre 9:1 y 11:1.

65 Según una realización adicional preferida de la presente invención el sistema de impregnación está esencialmente

libre de anhídridos.

Además, se prefiere que el sistema de impregnación esté esencialmente libre de componentes que tienen grupos ácido carboxílico y/o grupos éster.

5 Esencialmente libre dentro del significado de la presente invención significa que el componente está presente en una cantidad de menos del 5% en peso, preferiblemente menos del 2% en peso, más preferiblemente menos del 0,5% en peso, en particular menos del 0,01% en peso, por ejemplo el 0% en peso.

10 Según una realización preferida, el sistema de impregnación se formula en dos partes generalmente con componente a) en una primera parte y componentes b) a d) en una segunda parte. En realizaciones alternativas la dicianidamida puede dispersarse en el componente a) que contiene epoxi de la primera parte (composición A) o dividirse entre la primera parte (composición A) y la segunda parte (composición B).

15 Preferiblemente, el sistema de impregnación se aplica como un sistema de dos componentes que consiste en

A) composición A que comprende al menos componente a) y

20 B) composición B que comprende al menos componente b), c) y d).

La composición A y la composición B se mezclan antes de la aplicación al reactor de núcleo de aire o las partes del mismo.

25 En la etapa iii) del procedimiento de la invención el reactor de núcleo de aire impregnado o la parte impregnada del reactor de núcleo de aire se cura.

Generalmente, el curado en la etapa iii) del procedimiento de la presente invención se lleva a cabo a una temperatura superior a 120°C, preferiblemente a una temperatura que oscila entre 135°C y 155°C.

30 El tiempo hasta curar el sistema de impregnación depende del tamaño de la bobina, y la dimensión del alambre. Habitualmente, el curado se lleva a cabo durante un tiempo hasta 20 h, preferiblemente de 5 a 15 h.

35 Según una realización adicional preferida del procedimiento según la presente invención, antes de la etapa de curado se lleva a cabo la gelificación del sistema de impregnación, preferiblemente a una temperatura que oscila entre 100°C y 120°C, más preferiblemente entre 100°C y 110°C. El sistema de impregnación reacciona muy lentamente a temperatura ambiental (25°C) y la polimerización se desencadena elevando la temperatura. Sin embargo, al elevar la temperatura hasta la temperatura de curado final puede suceder que la reacción sea fuertemente exotérmica (es decir, libera calor) en cuyo caso la temperatura puede elevarse de una manera incontrolable. Si esto sucede, el sistema de impregnación curado resultante puede debilitarse gravemente por porosidad y agrietamiento posterior. Por tanto, es ventajoso llevar a cabo la polimerización en dos etapas controladas. La primera fase de la polimerización es la gelificación, cuando la resina comienza a reticularse en muchos lados por todos los arrollamientos y está marcada por un aumento rápido de la viscosidad. La temperatura de gelificación es normalmente de entre 100 y 120°C y se mantiene preferiblemente entre 15 minutos y 6 horas, preferiblemente entre 30 minutos y 3 horas. Posteriormente, se lleva a cabo la etapa de curado iii) del procedimiento de la invención.

40 Según una realización preferida de la presente invención el procedimiento se lleva a cabo como una impregnación por goteo. La impregnación por goteo es un procedimiento para impregnar los arrollamientos o las bobinas con los sistemas de impregnación. Se caracteriza por el hecho de que la resina gotea en una corriente continua y a una velocidad controlada directamente sobre los arrollamientos. Es un procedimiento conocido por el experto en la técnica.

50 Según una realización adicional del procedimiento de la presente invención el procedimiento se lleva a cabo como una impregnación a presión de vacío (VPI). La impregnación a presión de vacío es una técnica de procesamiento que implica la eliminación de aire, humedad y otros contaminantes de un reactor de núcleo de aire o una parte del mismo por medio del vacío aplicado y el posterior reemplazo de estos huecos con un sistema de impregnación.

60 Tras curar el sistema de impregnación según el procedimiento de la presente invención puede obtenerse el reactor de núcleo de aire impregnado o partes impregnadas del reactor de núcleo de aire que demuestran una excelente resistencia a la hidrólisis así como resistencia al agrietamiento.

También se da a conocer un reactor de núcleo de aire impregnado o una parte impregnada de un reactor de núcleo de aire que puede obtenerse mediante el procedimiento de la invención.

65 El sistema de impregnación tal como se definió anteriormente tiene excelentes propiedades e idoneidad para la impregnación de un reactor de núcleo de aire o partes de un reactor de núcleo de aire. Por tanto, una realización

adicional de la presente invención es el uso de un sistema de impregnación que comprende

a) uno o más componentes que comprenden uno o más grupos epoxídicos,

5 b) uno o más flexibilizadores seleccionados de polipropilenglicoles o polietilenglicoles,

c) diciandiamida; y

10 d) uno o más aceleradores seleccionados del grupo que consiste en imidazol, derivados de imidazol, derivados de urea y mezclas de los mismos,

para la impregnación de un reactor de núcleo de aire o partes de un reactor de núcleo de aire.

Ejemplos

15

Tabla 1: Materias primas

Nombre	Descripción	Proveedor
Araldite® CY 30010 CH	Resina epoxídica de bisfenol A libre de disolvente, de baja viscosidad con un equivalente de epoxi de 5,45 -5,56 Eq/kg	Huntsman, Suiza
Flexibilizador DY 040	Poliglicol de baja viscosidad, libre de disolvente	Huntsman, Suiza
Antischaum SH	Agente de liberación de aire a base de silicona	Wacker
Dyhard® 100 S	Diciandiamida	Evonik
Dyhard® UR 500	(2,4-bis(N1,N1-dimetilureido)tolueno)	Evonik
Araldite® F	Resina epoxídica de bisfenol F libre de disolvente, de baja viscosidad con un equivalente de epoxi de 5,20-5,30 Eq/kg	Huntsman, Suiza
Aradur® HY 905	Agente de curado de anhídrido carboxílico líquido, modificado	Huntsman, Suiza
Acelerador DY 9577	Acelerador latente basado en BCl ₃ (estado semisólido)	Huntsman, Suiza

a) Producción general del sistema de impregnación

20

Antes de la aplicación del sistema de impregnación, los componentes se mezclan entre sí. Una muestra de 1000 g puede mezclarse en una mezcladora ESCO de 2,5 l, equipada con aparato de disolución, agitador de ancla, bomba de calentamiento y vacío.

25 1) Ejemplo comparativo 1

Tabla 2: Sistema de impregnación convencional para reactor de núcleo de aire

Cantidad en gramos [g]	Componente
100	Araldit® F
100	Aradur® HY 905
0,6	Acelerador DY 9577

30

2) Ejemplo 1 según la invención

i) Preparación de la primera composición del sistema de impregnación

35 Un aparato mezclador que puede calentarse de 2,5 l con un suministro de vacío se equipa con una pala de disolución y un agitador de ancla. Se carga con

588,5 g de polipropilenglicol,

40 356,0 g de Dyhard® 100 S,

55,0 g de Dyhard® UR 500 y

0,5 g de Antischaum SH.

45

Se mezclan los componentes durante 10 min a temperatura ambiente con 100 rpm a vacío (10 mbar) y usando el aparato de disolución a 3000 rpm durante aproximadamente 5 minutos. Entonces se raspan las paredes y se agita la mezcla con 100 rpm después de eso durante 30 min a vacío (10 mbar) a temperatura ambiente.

ii) Preparación del sistema de impregnación de la invención

1. Transferencia de la primera composición preparada en i) a una mezcladora.
2. Agitación a 25°C durante 30 min.
3. Transferencia de la resina Araldite® CY 30010 CH y la primera composición a una mezcladora.
4. Mezclado final del sistema de impregnación a 25°C y 5 mbar durante de 30 min a 3 h dependiendo de la cantidad. Se prefiere mezclado a vacío.

3) Procedimiento de aplicación para la impregnación de reactores de núcleo de aire y curado posterior

a) Impregnación por goteo

1. Se instala la parte (bobina) en un horno de impregnación por goteo grande.
2. Calentamiento de la parte (bobina) hasta 100°C - 110°C durante 90 min.
3. Mantenimiento de la temperatura del horno a 90°C - 100°C durante el procedimiento de impregnación durante de 30 min a 3 h dependiendo del tamaño de la bobina.
4. Inicio de la inyección de la mezcla de reactivos, durante la rotación de la parte en el horno. Tiempo de impregnación dependiendo del tamaño de la bobina (de 30 min a 3 h).
5. Detención de la inyección de la mezcla de reactivos tras el periodo de impregnación.
6. Calentamiento de la parte para la gelificación hasta de 100°C a 110°C durante 2-3 h.
7. Para el curado final, calentamiento de la parte hasta 145°C durante 10 h.

b) Impregnación a presión de vacío

1. Calentamiento de la parte (bobina) hasta 100°C - 110°C durante 90 min
2. Colocación de la parte en un recipiente de VPI.
3. Evacuación de la parte (vacío requerido de 0,5-5 mbar).
4. Inyección de la mezcla de reactivos en el recipiente de VPI.
5. Impregnación durante de 30 min a 3 h dependiendo del tamaño de la bobina.
6. Tras la impregnación, colocación de la parte en el horno de curado.
7. Calentamiento de la parte para la gelificación hasta de 100°C a 110°C durante 2-3 h.
8. Para el curado final, calentamiento de la parte hasta 145°C durante 10 h.

b) Tabla 3: Comparación de las propiedades finales de sistemas curados

	Aparato/método	Unidad	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo 1
Viscosidad a 60°C	Rheomat ISO 3219	mPas	70	170
Acumulación de viscosidad hasta 2000 mPas a 80°C	Rheomat ISO 3219	h	19	5
Tiempo de gelificación a 120°C	Gelnorm ISO 9396	min	30	22
Temp. de transición vítrea	ISO 11357-2	°C	105-115	118
Resistencia a la tracción	ISO 527	MPa	40-50	76
Elongación en la rotura	ISO 527	%	0,9-1,9	3,7
Resistencia a la flexión	ISO 178	MPa	125-135	131
Tensión superficial	ISO 178	%	5,4	6,9

Bend Notch K1C	ISO 13586	MPa m ^{1/2}	0,65	0,85
G1C		J/m ²	159	175
Valores de ILSS de resistencia a la hidrólisis tras 28 días en olla a presión	ASTM D2344/00	MPa	0	20

c) Comprobación de la mejor estabilidad hidrolítica del sistema de la invención:

5 La hidrólisis de los sistemas de matriz curados con anhídrido (técnica anterior) es relativamente lenta. Para fines de someter a prueba, se aplican por tanto condiciones más rigurosas (NaOH 1 mol/l a 90°C) con el fin de acelerar cualquier posible hidrólisis.

10 Esta prueba ofrece una medida de la velocidad de hidrólisis (expresada como gramos de NaOH/(kg·d) en las condiciones de prueba). Un valor inferior indica una resistencia a la hidrólisis superior.

Se comparan los siguientes sistemas:

15 A) Un sistema epoxídico curado con anhídrido típico basado en bisfenol-A, curado con la razón de endurecedor correcta (anhídrido de ácido metiltetrahidroftálico)

B) El mismo sistema epoxídico curado con anhídrido basado en bisfenol-A, pero curado con cantidades excesivas de endurecedor (anhídrido de ácido metil-tetrahidroftálico) como ejemplo de un mal control de procesamiento.

20 C) Ejemplo 1 de la invención

25 Esta prueba indica que de hecho puede producirse una ligera hidrólisis en condiciones bastante rigurosas con sistemas epoxídicos convencionales. En el caso de un mal control de procesamiento (anhídrido excesivo) incluso tiene lugar más hidrólisis, lo que confirma los mecanismos modelo. Las pruebas dieron confirmación práctica de la excelente resistencia a la hidrólisis del procedimiento de impregnación de la invención, incluso en las condiciones agresivas empleadas en esta prueba.

La figura 1 muestra la velocidad de hidrólisis del sistema A, B y C.

30 d) Una segunda comprobación de la resistencia a la hidrólisis son los resultados de una prueba en olla a presión. En cada conjunto se cocieron a presión 5 trozos reforzados con fibra de vidrio (10 mm x 30 mm x 4 mm) de sistema A y sistema C durante 7, 14, 21 y 28 días. Los trozos envejecidos se someten a prueba luego con respecto a la adhesión a las fibras con la prueba de cizalladura interlaminar.

35 La figura 2 muestra los resultados del sistema A y C; valores de ILSS tras el tratamiento en olla a presión.

Tras este tratamiento riguroso el sistema de matriz A estaba completamente hidrolizado (véase la figura 3).

40 Las muestras del sistema C muestran algo de disminución de la adhesión pero alcanzan un nivel estable tras 7 días de tratamiento en olla a presión (véase la figura 4).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la impregnación de reactores de núcleo de aire o partes de reactores de núcleo de aire que comprende las siguientes etapas:
 - i) proporcionar un reactor de núcleo de aire o una parte de un reactor de núcleo de aire,
 - ii) aplicar un sistema de impregnación al reactor de núcleo de aire o la parte del reactor de núcleo de aire en el que dicho sistema de impregnación comprende
 - a) uno o más componentes que comprenden uno o más grupos epoxídicos,
 - b) uno o más flexibilizadores seleccionados de polipropilenglicoles o polietilenglicoles,
 - c) diciandiamida; y
 - d) uno o más aceleradores seleccionados del grupo que consiste en imidazol, derivados de imidazol, derivados de urea y mezclas de los mismos,
 - iii) curar el reactor de núcleo de aire impregnado o la parte impregnada del reactor de núcleo de aire.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la parte del reactor de núcleo de aire es una bobina.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que el componente a) del sistema de impregnación es un compuesto que tiene una funcionalidad epoxi promedio de al menos dos.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el componente a) del sistema de impregnación es un poliglicidil éter de un alcohol polihidroxilado, preferiblemente polifenol, de manera especialmente preferible un poliglicidil éter de bis-fenol A o bis-fenol F.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el componente b) del sistema de impregnación está presente en una cantidad que oscila entre el 40 y el 70% en peso, preferiblemente del 50 al 70% en peso y más preferiblemente del 50 al 60% en peso basándose en la cantidad de la suma de componentes b), c) y d).
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el componente c) del sistema de impregnación está presente en una cantidad que oscila entre el 25 y el 45% en peso, preferiblemente entre el 25 y el 40% en peso y más preferiblemente entre el 33 y el 36% en peso, basándose en la cantidad de la suma de componentes b), c) y d).
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el componente d) del sistema de impregnación está presente en una cantidad que oscila entre el 5 y el 25% en peso, preferiblemente entre el 5 y el 15% en peso y más preferiblemente entre el 5 y el 7% en peso, basándose en la cantidad de la suma de componentes b), c) y d).
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la razón en peso de componente a) con respecto a la suma de componentes b), c) y d) oscila entre 20:1 y 2:1, preferiblemente entre 25:2 y 5:1, de manera especialmente preferible entre 12:1 y 8:1, en particular entre 9:1 y 11:1.
9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el sistema de impregnación se aplica como un sistema de dos componentes que consiste en
 - A) composición A que comprende al menos el componente a) y
 - B) composición B que comprende al menos el componente b), c) y d).
10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el curado en la etapa iii) se lleva a cabo a una temperatura superior a 120°C, preferiblemente a una temperatura que oscila entre 135°C y 155°C.
11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la impregnación se lleva a cabo como una impregnación por goteo o una impregnación a presión de vacío.
12. Uso de un sistema de impregnación que comprende
 - a) uno o más componentes que comprenden uno o más grupos epoxídicos,
 - b) uno o más flexibilizadores seleccionados de polipropilenglicoles o polietilenglicoles,
 - c) diciandiamida; y
 - d) uno o más aceleradores seleccionados del grupo que consiste en imidazol, derivados de

imidazol, derivados de urea y mezclas de los mismos,
para la impregnación de un reactor de núcleo de aire o partes de un reactor de núcleo de aire.

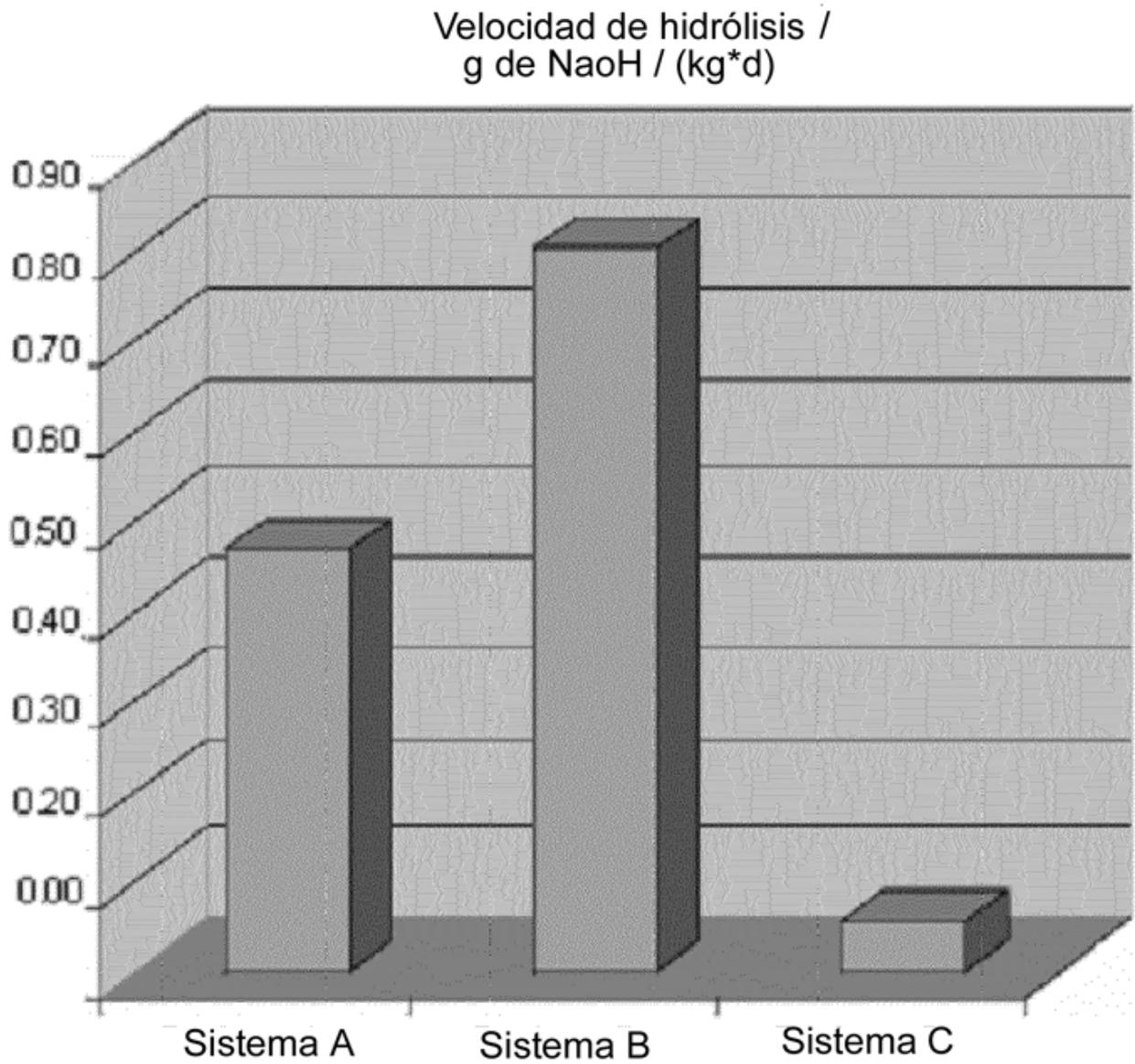


Figura 1

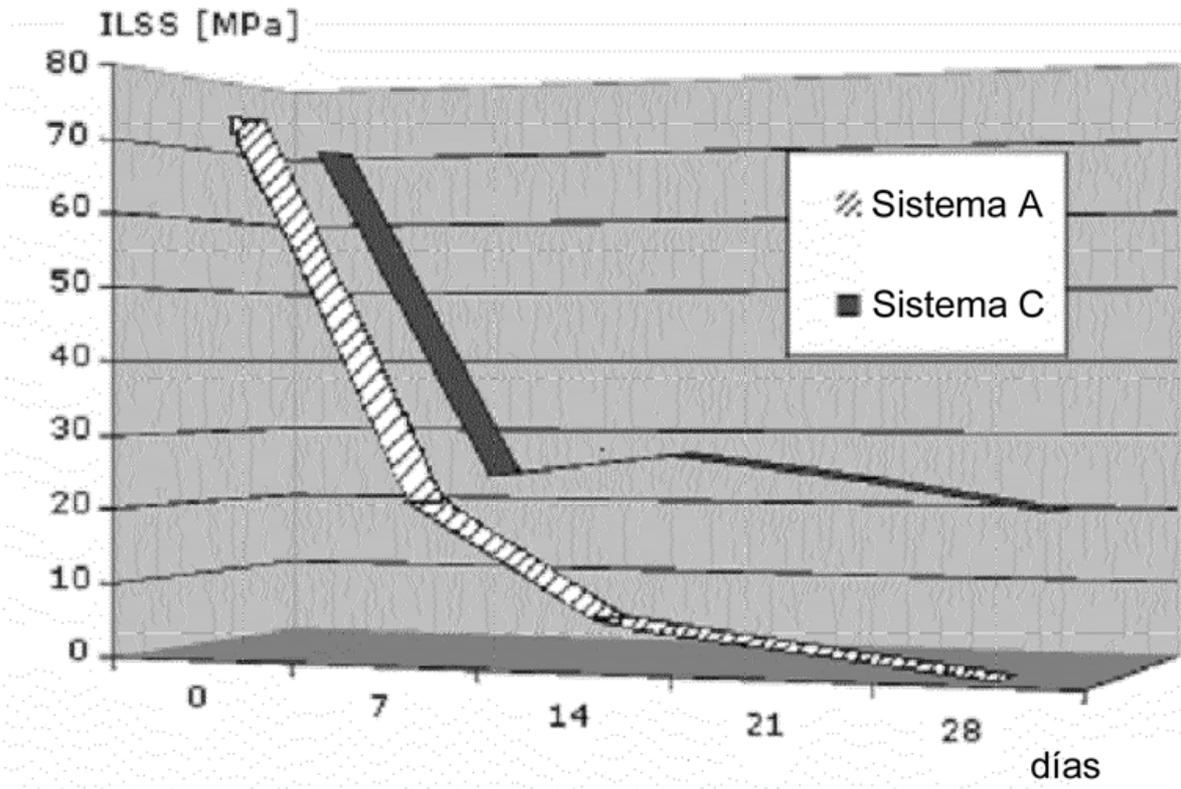


Figura 2

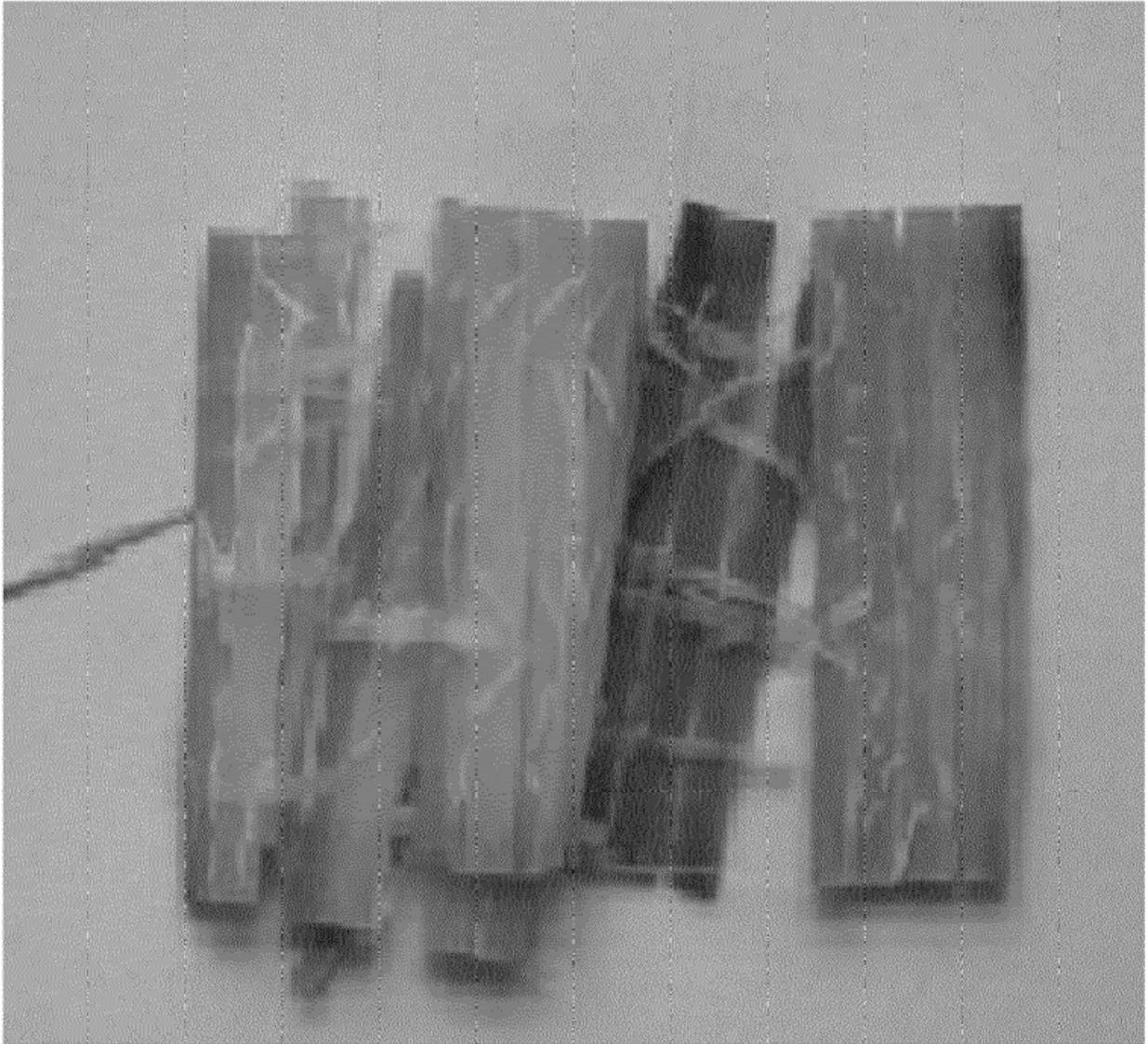


Figura 3

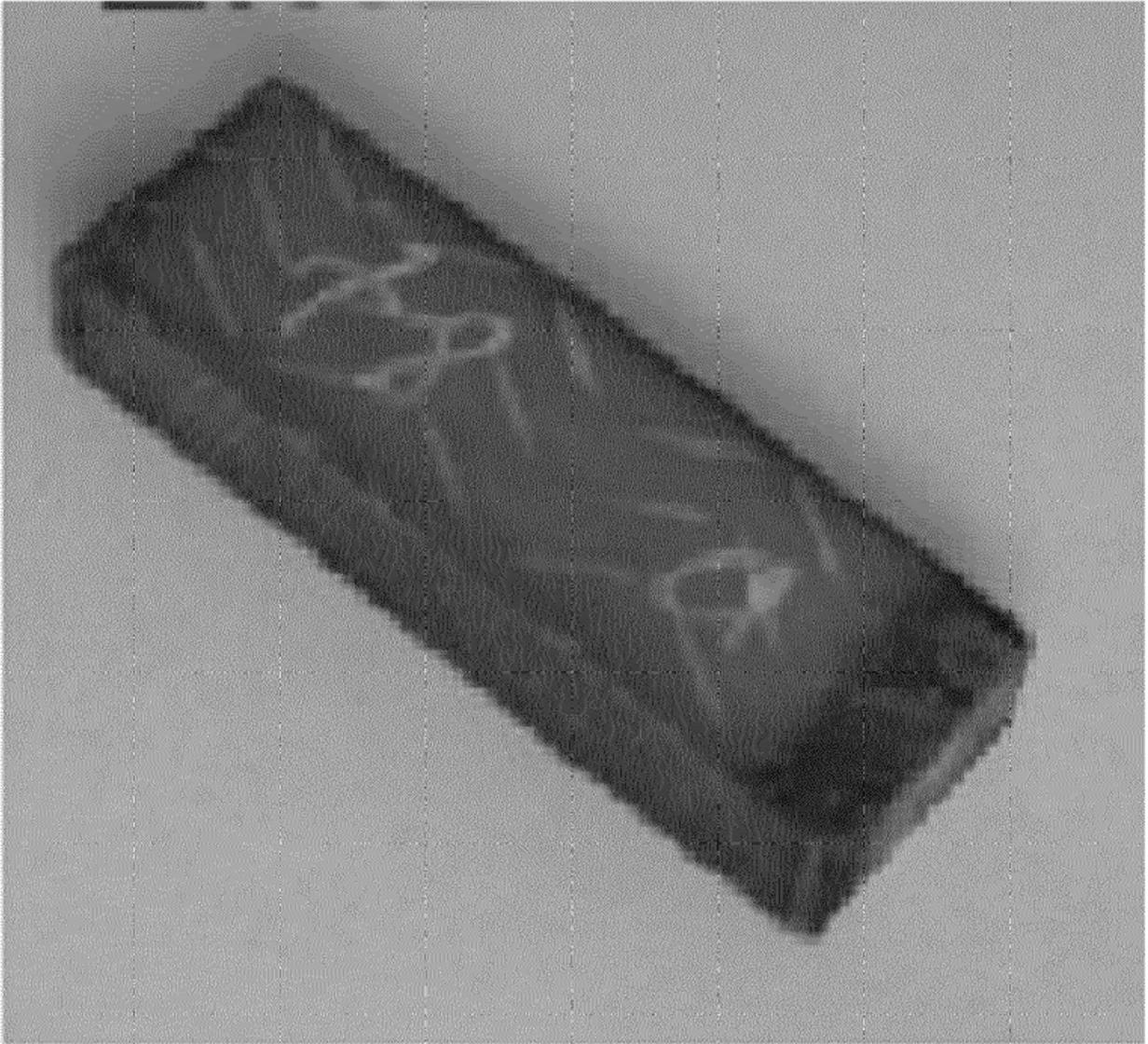


Figura 4