

380213

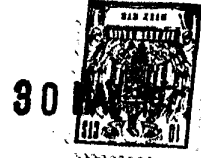
PATENTE DE INVENCION

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C08</u>
SUBCLASE <u>G</u>

SC 3552.

380213

*Memoria Descriptiva*



*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA ENDURECER RESINAS

EPOXI.-

*Solicitante* RHONE-POULENC, S.A., entidad francesa, residente en  
22, Avenue Montaigne, Paris Seme, Francia.

La presente invención tiene por objeto un nuevo procedimiento de endurecimiento de las resinas epoxi. Se refiere más particularmente a un procedimiento en el que se utilizan como agentes endurecedores prepolimeros que contienen agru-

5.

380213

30



pamientos imida.

- Desde hace ya muchos años, se comercializan bajo la denominación de "resina epoxi" composiciones que, según las proporciones y la naturaleza exacta de los reactivos de partida, pueden presentarse en forma de líquidos más o menos viscosos o bien en estado de sólidos de bajo punto de fusión. Ejemplos típicos de estas composiciones están representados por los productos de condensación en medio alcalino de la epíclorhidrina con compuestos orgánicos que poseen agrupamientos hidroxilo alcohólicos o fenólicos.
- 5.
- 10.

- Estas composiciones son susceptibles de endurecerse irreversiblemente bajo la influencia del calor en presencia de agentes ácidos o amínicos y conducir de este modo a materiales tridimensionales que poseen notables propiedades de adherencia, de dureza y de resistencia a los agentes químicos. Estos materiales, en forma de artículos compuestos, han encontrado amplias aplicaciones en la industria aeronáutica.
- 15.
- 20.

- Ya se ha propuesto incorporar a las resinas epoxi antes de su endurecimiento, polímeros o policondensados que contribuyen a mejorar una o varias propiedades de las resinas endurecidas, algunas de ellas cumplen simultáneamente la función de endurecedor. De este modo es por lo que, para acrecentar la flexibilidad, se ha preconizado la adición de polisulfuros o de resinas que contengan agrupamientos amida mientras que para la obtención de bar-
- 25.
- 30.

380213

30.



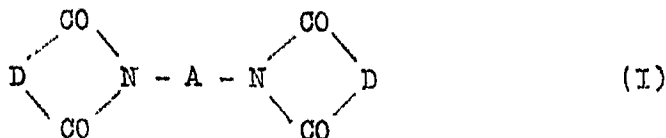
- nices homogéneos y no corrosivos destinados esencialmente a la industria de las pinturas, se ha sugerido el empleo de resinas nitrogenadas del tipo urea-formol o bien melamina-formol. El empleo de cada uno de estos aditivos ha contribuido por tanto a la resolución de un problema particular pero las resinas obtenidas de este modo no presentan generalmente las características que satisfacen a las exigencias requeridas para una utilización en el transcurso de la cual el material esté sometido a sollicitaciones térmicas severas y prolongadas.
- 5.
- 10.

- Por otra parte, la incorporación de polímeros o de policondensados en las resinas epoxi<sup>se</sup> enfrenta frecuentemente al problema de la compatibilidad de la resina con estos agentes endurecedores o modificadores cuando esta incorporación se encamina a la obtención de una resina que, tras endurecimiento, posea una estructura homogénea y compacta; y en el momento actual no se conocen criterios precisos que permitan, a priori, conocer la influencia de la estructura de un producto de peso molecular elevado sobre su compatibilidad con una resina epoxi.
- 15.
- 20.

- El objeto de la presente invención es un procedimiento de endurecimiento de las resinas epoxi por calentamiento de una mezcla de estas resinas y de un prepolímero termoendurecible, este procedimiento se caracteriza porque se utiliza como endurecedor un prepolímero que contiene agrupamientos imida, que posee un punto de fusión inferior a
- 25.
- 30.



200°, obtenido por calentamiento de una N,N'-bis-imida de ácido dicarboxílico no saturado de fórmula general:



5. en la que D representa un radical orgánico divalente que contiene un enlace doble carbono-carbono y A es un radical orgánico divalente que posee al menos dos átomos de carbono, con una diamina biprimaria de fórmula general:



10. en la que B representa un radical orgánico divalente que no posea más de 30 átomos de carbono, siendo tales las cantidades de reactivos que la relación

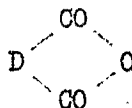
$$\frac{\text{Número de moles de N,N'-bis-imida}}{\text{Número de moles de diamina}}$$

sea al menos igual a 1.

15. Este procedimiento conduce a resinas endurecidas que poseen excelentes propiedades mecánicas y que resisten notablemente bien a las sollicitaciones térmicas que resultan por ejemplo de una exposición prolongada a temperaturas del orden de 250°.

20. El símbolo D deriva de un anhídrido de ácido etilénico dicarboxílico de fórmula general:

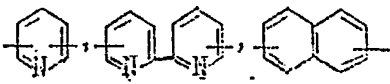
380213

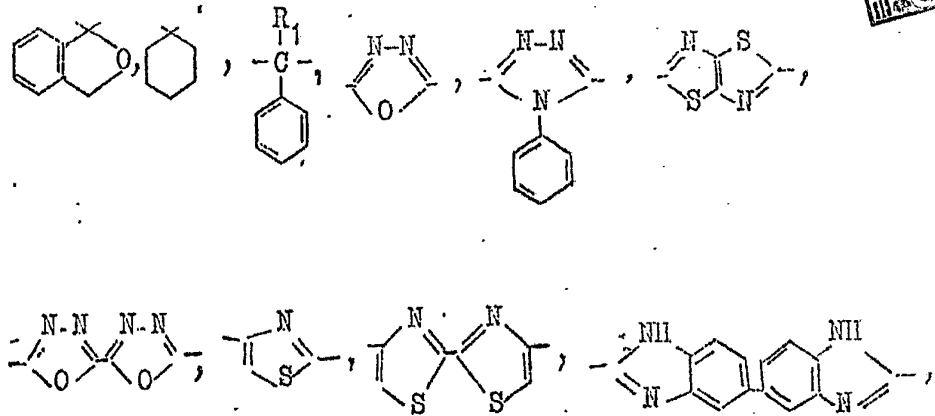


(III)

- que puede ser el anhídrido maléico, el anhídrido citracónico, el anhídrido itagónico, el anhídrido pirocinónico, el anhídrido dicloromaléico así como los productos de reacción de Diels-Alder entre uno de estos anhídridos con un dieno acíclico, alicíclico o heterocíclico. En lo que se refiere a los anhídridos que resultan de una síntesis diénica, se puede por ejemplo hacer referencia al volumen IV de la obra titulada "Organic Reactions" (John Wiley and Sons, Inc.).
- 5.
- 10.

Los símbolos A y B pueden ser idénticos o diferentes y representar un radical alquileo lineal o ramificado que tenga menos de 13 átomos de carbono, un radical fenileno, ciclohexileno,

15.  Los símbolos A y B pueden igualmente comprender varios radicales fenileno o ciclohexileno enlazados entre sí o por un enlace de valencia simple o por un átomo o agrupamiento inerte, tal como -O-, -S-, un agrupamiento alquileo que tenga de 1 a 3 átomos de carbono, -CO-, -SO<sub>2</sub>-, -NR<sub>1</sub>-, -N=N-, -CONH-, -COO-, -P(O)R<sub>1</sub>-, -CONH-X-NHCO-,
- 20.



5. donde  $R_1$  representa un átomo de hidrógeno, un radical alquilo que tenga de 1 a 4 átomos de carbono, fenilo o ciclohexilo, X representa un radical alquilenos que tenga menos de 13 átomos de carbono, fenileno o ciclohexileno.

Además, los diferentes radicales fenileno o ciclohexileno pueden estar sustituidos por agrupamientos metilo.

10. A título de ejemplos específicos de bis-imidas (I) se puede citar:

- la N,N'-etilen-bis-imida maléica,
- la N,N'-hexametilen-bis-imida-maléica
- la N,N'-metafenilen-bis-imida-maléica
- la N,N'-parafenilen-bis-imida-maléica
- 15. la N,N'-4,4'-difenilmetano-bis-imida-maléica
- la N,N'-4,4'-difeniléter-bis-imida-maléica
- la N,N'-4,4'-difenilsulfona-bis-imida-maléica
- la N,N'-4,4'-diciclohexilmetano-bis-imida-maleica
- la N,N'- $\alpha, \alpha'$ -4,4'-dimetilen ciclohexano-bis-
- 20. -imida-maleica

380213

30



la N,N'-metaxililen-bis-imida-maleica

la N,N'-4,4'-difenilciclohexano-bis-imida-maleica

la N,N'-metafenililen-bis-imida tetrahidroftálica

la N,N'-4,4'-difenilmetano-bis-imida citracónica

5. Estas bis-imidas pueden prepararse por aplicación del método descrito en la patente americana 2.444.536 para la preparación de N-aril maleimidas.
- Como ejemplo de diaminas (II) utilizables para la preparación del prepolímero (a), se puede citar
10. la diamino-4,4'-diciclohexilmetano, el diamino-1,4-ciclohexano, la diamino-2,6 piridina, la metafenililen diamina, la parafenililen diamina, el diamino-4,4'-difenil-metano, el bis(amino-4 fenil)-2,2 propano, la bencidina, el óxido de diamino-4,4'fenilo, el sulfuro de diamino-4,4'difenilo, la
15. diamino-4,4'difenilsulfona, el óxido de bis(amino-4 fenil) metilfosfina el óxido de bis(amino-4 fenil)fenilfosfina, la bis(amino-4 fenil)metilamina, el diamino-1,5 naftaleno, la metaxililen diamina, la paraxililen diamina, el bis(paraaminofenil)-1,1 ftaleno, la hexamtilen diamina,
20. el diamino-6,6' bipyridilo-2,2', la diamino-4,4' benzo-fenona, el diamino-4,4' azobenceno, el bis(amino-4 fenil)fenilmetano, el bis(amino-4 fenil)-1,1 ciclohexano, el bis(amino-4 metil-3 fenil)-1,1 ciclohexano, el bis(m-aminofenil)-2,5 oxadiazol-1,3,4, el bis(p-aminofenil)-2,5
25. oxadiazol-1,3,4, el bis(m-aminofenil)-2,5 tiazol(4,5-d) tiazol, el di(m-aminofenil)-5,5' bis(oxadiazolil-1,3,4)-(2,2'), el bis(p-aminofenil)-4,4' bitiazol-2,2', el m-bis(p-aminofenil-4)tiazolil-2)benzeno, el bis(m-aminofenil)-2,2' bibencimidazol-5,5', la diamino-4,4' benzanilida, el diamino-4,4' benzoato de fenilo, la N,N'-
- 30.

380213

30



bis(amino-4-benzoil)p-fenilendiamina, el bis(m-aminofenil)-3,5 fenil-4 triazol 1,2,4.

- La preparación del prepolímero puede efectuarse por calentamiento de los reactivos, de preferencia entre 50° y 250°C. Se pueden someter previamente los reactivos a un mezclado íntimo el cual puede consistir, según el estado físico de los reactivos en presencia, en aplicar las técnicas usuales para el mezclado de sólidos finamente divididos o bien efectuar una solución o una dispersión de uno de los reactivos en el otro mantenido en estado líquido. La bis-imida y la diamina pueden igualmente someterse al calentamiento en el seno de un disolvente químicamente inerte tal como el cresol, dimetilformamida, N-metilpirrolidona dimetilacetamida, clorobenceno.
- 5.
  - 10.
  - 15.

- Los prepolímeros que se prefiere emplear son aquellos cuyo punto de fusión está comprendido entre 50° y 130°. Para obtenerlos, basta, generalmente calentar los reactivos entre 50° y 170° durante una duración que puede ir de algunos minutos a algunas horas aproximadamente, esta duración es tanto más breve cuanto más elevada es la temperatura adoptada. Se eligen de preferencia las cantidades de reactivos de tal forma que la relación
- 20.
  - 25.

Número de moles de N,N'-bis-imida

Número de moles de diamina

está comprendida entre 1 y 5.

380213

30



Los prepolímeros pueden utilizarse en estado sólido o en solución por ejemplo en uno de los disolventes mencionados anteriormente, o bien incluso en acetona, acetato de etilo, cloruro de metileno, metanol.

5. Todas las resinas epoxi usuales pueden endurecerse utilizando el procedimiento según la invención. Entre estas, se pueden citar por ejemplo los éteres glicídicos obtenidos haciendo reaccionar, de forma conocida, con epiclorhidrina, polioles tales como glicerol, trimetilolpropano, butanodiol o pentaeritritol. Otras resinas epoxi apropiadas son
10. los éteres glicídicos de fenol tales como el bis(hidroxi-4 fenil)-2,2 propano, el bis(hidroxifenil)metano, el resorcinol, la hidroquinona, el pirocatecol, el floroglucinol, el dihidroxi-4,4'difenilo y
15. los productos de condensación del tipo fenol/aldehídos. Se pueden utilizar los productos de reacción de la epiclorhidrina con aminas primarias o secundarias tales como el bis(metilamino-4 fenil) metano o
20. la bis(amino-4 fenil)sulfona así como poliepóxidos alifáticos o alicíclicos procedentes de la epoxidación por medio de perácidos o de hidroperóxidos, de los derivados insaturados correspondientes.

- El procedimiento según la invención es de
25. un interés particular para el endurecimiento de resina epoxi en las que cada molécula posee un número de agrupamientos epoxi al menos igual a 2 y de preferencia superior a 3. Entre éstos, se dará la preferencia a las resinas esencialmente aromáticas tales como los éteres glicídicos de poli(hidroxifenil)
- 30.

380213



alcanos o de resinas fenol-formol.

5. La proporción de prepolímero con agrupamientos imida puede variar entre amplios límites: se la elige habitualmente de manera que el peso de prepolímero represente del 20 % al 80 % del peso de la mezcla global (resina epoxi + prepolímero).

Las mezclas de resina epoxi y de prepolímero pueden endurecerse a temperaturas de 180° a 280° y de preferencia de 200° a 250°.

10. En la práctica, de acuerdo con un modo de ejecución del procedimiento, se efectúa una mezcla íntima de la resina epoxi y del prepolímero (b). Según las características físicas de los ingredientes, esta operación puede consistir en aplicar las técnicas usuales para la mezcla de sólidos finamente divididos, o bien en efectuar una solución o una suspensión de uno de los constituyentes de la mezcla en el otro mantenido en estado líquido, eventualmente en un disolvente tal como uno de los que son mencionados anteriormente para la utilización del prepolímero con agrupamientos imida. La mezcla de la resina y del prepolímero se calienta a continuación a una temperatura del orden de 50° a 200° hasta la obtención de una mezcla líquida homogénea que puede utilizarse tal cual, por ejemplo, conformada por simple colada en caliente, a continuación endurecida ulteriormente en las condiciones mencionadas anteriormente. También se puede, tras refrigeración y triturado, utilizar esta mezcla en estado de polvos que se presta notablemente a las opera-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

380213

30



5. ciones de moldeo por compresión, eventualmente en asociación con cargas fibrosas o pulverulentas. Esta mezcla puede incluso utilizarse en solución, en un disolvente tal como uno de los que se han previsto anteriormente, para la preparación de materiales estratificados cuyo esqueleto puede ser abase de fibras minerales, vegetales o sintéticas.

10. Según una modalidad particular y ventajosa principalmente en el caso de conformado por colada, se puede preparar el prepolímero en el seno mismo de la resina epoxi calentando la mezcla de la resina con la N,N'-bis-imida (I) y la diamina (II); una variante de esta modalidad consiste en licuar por calentamiento la mezcla de resina epoxi y de N,N'-bis-imida (I) y a continuación añadir la diamina (II) en esta mezcla líquida.

15. El procedimiento según la invención conviene igualmente para la realización de pegados y revestimientos de materiales diversos tales como metales, cerámicas o resinas de síntesis.

20. Los ejemplos siguientes ilustran la invención y muestran el modo en que puede ponerse en práctica.

#### EJEMPLO 1

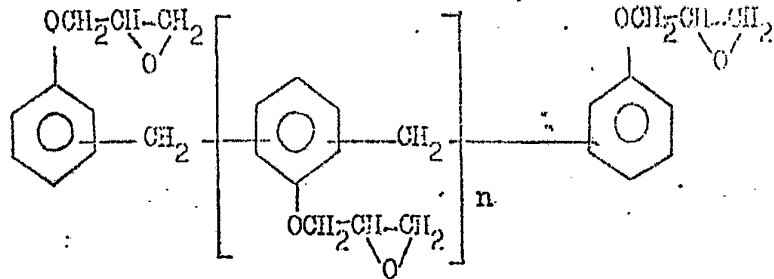
25. a) Se mezclan íntimamente 89,5 g de N,N'-4,4'-difenil-metano-bis-imida maleica y 19,8 g de bis(amino-4 fenil)metano y a continuación se abandona la mezcla durante 15 minutos en un recinto calentado a 150°. Tras refrigeración el prepolímero se tritura finamente: funde a 70°.
- 30.

380213

30 MAR 1954



b) A 100 g del polvo de prepolímero así obtenido, se añaden 57,3 g de una resina epoxi que puede estar representada por la fórmula media:



5. Esta resina que contiene en promedio 0,566 agrupamientos epoxi por cada 100 g de producto está comercializada bajo la denominación "EPIKOTE 154".

10. Se mezclan íntimamente los ingredientes y a continuación se mantiene el conjunto durante 15 minutos en un recinto calentado a 160°. Tras refrigeración se tritura el residuo obtenido y se toman 25 g de polvo que se introducen en un molde cilíndrico (diámetro: 7,6 cm). El molde se coloca entre los platos de una prensa previamente calentada a 250° y se le mantiene a esta temperatura durante 1 hora bajo una presión de 200 bares.

15. Tras desmoldeo en caliente y refrigeración, se cortan en el objeto cilíndrico obtenido probetas paralelepípedicas (30 mm x 10 mm x 10 mm) que, para una distancia entre apoyos de 25,4 mm, presentan a 20. 25°, una resistencia a la flexión a la rotura de 15,3 Kg/mm<sup>2</sup>.

380213



Al término de un tratamiento térmico severo (1.300 horas a 250°), esta resistencia es aún de 11,9 Kg/mm<sup>2</sup>.

EJEMPLO 2

- 5. Se prepara un prepolímero con agrupamientos imida a partir de 89,5 g de N,N'-4,4'-difenil-metano-bis-imida maleica y de 24,38 g de bis(amino-4 fenil)metano por calentamiento de la mezcla de los reactivos durante 30 minutos en un recinto a 150°. Su punto de fusión es de 100°.

- 10. A 20 g de este prepolímero, se añaden 13,9 g de la resina epoxi descrita en el ejemplo 1, a continuación se lleva el conjunto a un recinto calentado a 160°. Al cabo de 25 minutos, se refrigera el residuo y se le reduce a polvo, del cual se someten 20 g a moldeo en las condiciones descritas en el ejemplo 1. Se encuentra para la resistencia a la flexión a la rotura a 25° los valores siguientes:
 

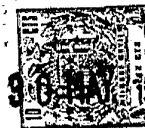
inicial .....	12,2 Kg/mm <sup>2</sup>
tras tratamiento térmico (24 h a 250°)..	12,2 Kg/mm <sup>2</sup>
tras sollicitación térmica (1.300 h a 250°).....	10 Kg/mm <sup>2</sup>

EJEMPLO 3

- 25. Se prepara un prepolímero con agrupamientos imida manteniendo durante 19 minutos en un recinto calentado a 160° una mezcla que comprende 44,75 g de N,N'-4,4'-difenil-metano-bis-imida maleica y 24,7 g de bis(amino-4 fenil)metano; funde a 87°.

- 30. Se mezclan entonces 68,4 g de este prepolímero y 72,25 g de la resina epoxi descrita en el

380213



ejemplo 1, en primer lugar por medios mecánicos y a continuación por calentamiento durante 20 minutos a un recinto mantenido a 160°.

5. Se efectúa un moldeo sobre una parte de la masa obtenida en las condiciones descritas en el ejemplo 1 y tras una sollicitación térmica de 534 horas a 250° la resistencia a la flexión a la rotura a 25° es aún de 10,4 Kg/mm<sup>2</sup>.

EJEMPLO 4

10. A 8,95 g de N,N'-4,4'-difenil-metano-bis-imida maleica, se añaden 17,9 g de la resina epoxi descrita en el ejemplo 1, a continuación se lleva el recipiente en contacto con la mezcla a un fluido mantenido a 150° hasta la obtención de un líquido homogéneo.

15. Se añaden entonces, sin refrigerar, 1,98 g de bis(amino-4 fenil) metano y tras homogeneización se cuele la masa líquida en un molde paralelepípedo (125 mm x 7,5 mm x 6 mm) cuyas paredes internas poseen un revestimiento de politetrafluoretileno, previamente calentado a 200°. Se abandona el conjunto durante 2 horas a esta temperatura y a continuación se desmoldea en caliente. Se hace sufrir al objeto moldeado un tratamiento térmico complementario durante 67 horas a 250°. Posee entonces a 25° una resistencia a la flexión a la rotura de 15,7 Kg/mm<sup>2</sup>. Tras una prueba térmica de 570 horas a 250°, esta resistencia es aún de 12,6 Kg/mm<sup>2</sup>.

30. EJEMPLO 5

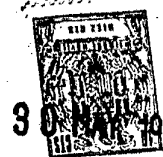
380213 90



- Se prepara un prepolímero con agrupamientos inida de la manera indicada en el ejemplo 1, pero operando con 53 g de bis(amino-4 fenil)metano: funde a 100°. Este prepolímero se tritura, a continuación a 20 g del polvo obtenido, se añaden
5. 16,6 g de la resina epoxi descrita en el ejemplo 1 y se lleva el recipiente que contiene la mezcla en un flúido mantenido a 150° hasta obtención de un líquido homogéneo. La mezcla líquida se cuela
10. en el molde paralelepipedico utilizado en el ejemplo 4 y previamente llevado a 200°. Se mantiene a continuación el conjunto a 200° durante 1 hora 15 minutos y a continuación se desmoldea en caliente.
15. El objeto moldeado presenta a 25° una resistencia a la flexión a la rotura de 11,8 Kg/mm<sup>2</sup>; tras una estancia de 314 horas en un recinto mantenido a 250°, esta resistencia es de 13 Kg/mm<sup>2</sup>.

#### EJEMPLO 6

20. Se añaden 30 g de N,N' - 4,4'-difenil-éter-bis-imida-maléica en 15 g de resina epoxi comercializada bajo la denominación "EPONI 1031" previamente calentada a 160°. La mezcla se mantiene durante 4 minutos a esta temperatura y a continuación se añaden
25. 6,6 g de bis(amino-4 fenil)metano. Se mantiene entonces el conjunto durante 3 minutos en un recinto calentado a 160°.
30. Tras refrigeración se tritura el residuo obtenido y se toman 17 g de polvo que se introducen en un molde cilíndrico (diámetro 7,6 cm). El molde



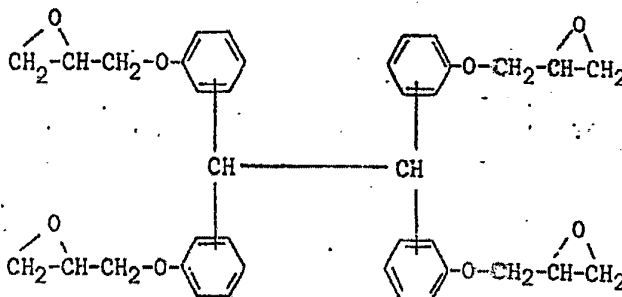
se coloca entre los platos de una prensa previamente calentada a 230° y se le mantiene a esta temperatura durante 1 hora bajo una presión de 250 bares.

5. Tras desmoldeo en caliente y refrigeración se somete el objeto a un tratamiento térmico complementario a 250° durante 63 horas. Presenta entonces a 250, una resistencia a la flexión a la rotura de 9,1 Kg/mm<sup>2</sup>.

10. Al término de una sollicitación térmica a 250° durante 496 horas esta resistencia es entonces de 9,9 Kg/mm<sup>2</sup>.

La resina epoxi utilizada en este ejemplo puede estar representada por la fórmula media

15.



20.

Contiene un promedio de 0,459 agrupamiento epoxi por cada 100 g de producto.

25.

EJEMPLO 7

Se opera como se ha dicho en el ejemplo 6 a partir de 15 g de N,N'-metafenilen-bis-imidamaleica, 15 g de la misma resina epoxi y 4,48 g de bis(amino-4 fenil)éter. Se someten 21 g de polvo a un moldeo en las condiciones descritas en el eje

30.

17  
380213

30



plo 6, la duración no es sin embargo más que de 45 minutos. Tras tratamiento térmico complementario el objeto presenta a 250° una resistencia a la flexión a la rotura de 7,1 Kg/mm<sup>2</sup>.

5. Tras una sollicitación térmica efectuada a 250° durante 496 horas esta resistencia es entonces de 8,7 Kg/mm<sup>2</sup>.

EJEMPLO 8

10. Se añaden 30 g de N,N'-4,4'-difenil-metano-bis-imida-maléica en 19,31 g de una resina epoxi comercializada bajo la denominación "EPIKOTE 173" previamente calentada a 150°. Se añaden a continuación, sin refrigerar, 6,6 g de bis(amino-4-fenil)metano y se mantiene el conjunto a 150° durante 20 minutos.

15. La mezcla se cuele entonces en el molde paralelepédico descrito en el ejemplo 4 previamente calentado a 200°. Se mantiene a continuación el molde durante 16 horas a esta temperatura y a continuación se desmoldea en caliente.

20. Se hace sufrir al objeto moldeado un tratamiento térmico complementario durante 48 horas a 250°. Posee entonces una resistencia a la flexión a la rotura de 12,7 Kg/mm<sup>2</sup>. Tras una prueba térmica de 285 horas a 250° esta resistencia es entonces de 13 Kg/mm<sup>2</sup>.

EJEMPLO 9

25. Se opera como se ha dicho en el ejemplo 8 a partir de 30 g de la misma bis-imida, 16,93 g de una resina epoxi comercializada bajo la denominación
- 30.



5. "EPIKOTE 171" y 6,6 g de la misma diamina. La mezcla se mantiene en estado líquido durante 3 minutos. El moldeo se efectúa a continuación a 200° durante 1 h 50 mn. Tras el tratamiento térmico complementario, el objeto moldeado presenta a 25° una resistencia a la flexión a la rotura de 12,8 Kg/mm<sup>2</sup>. Tras una prueba térmica de 285 horas a 250°, esta resistencia es aún de 11,6 Kg/mm<sup>2</sup>.

10.

N O T A

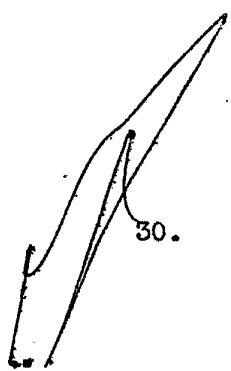
15.

20.

25.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Francia con fecha y número siguientes: 30 de mayo de 1969, nº 69 17862; acogándose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor. Siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: Procedimiento para endurecer resinas epoxi; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para endurecer resinas epoxi, caracterizado porque comprende mezclar estas resinas con un prepolímero termoendurecible, que contiene agrupamientos imida y que

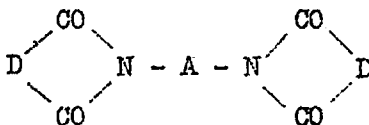


380213



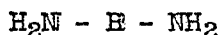
poseen un punto de fusión inferior a 200° obtenida por calentamiento de una N,N'-bis-imida de ácido dicarboxílico no saturado de fórmula general:

5.



en la que D representa un radical orgánico divalente que contiene un doble enlace carbono-carbono y A es un radical orgánico divalente que posee al menos dos átomos de carbono, con una diamina bprimaria de fórmula general:

10.



15.

en la que B representa un radical orgánico divalente que no posea más de 30 átomos de carbono, siendo tales las cantidades de los reactivos que la relación

20.

$$\frac{\text{Número de moles de N,N'-bis-imida}}{\text{Número de moles de diamina}}$$

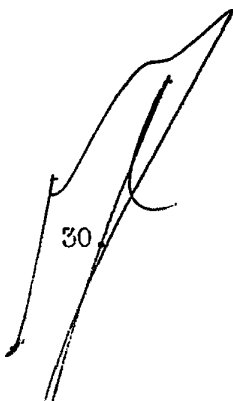
sea al menos igual a 1.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el peso de endurecedor representa del 20 al 80 % del peso de la mezcla resina epoxi + endurecedor.

25.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el endurecimiento se efectúa por calentamiento entre 180° y 280°.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el endurecedor se pre-



380213

30



para en el seno de la resina epoxi.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el prepólimero que contiene agrupamientos imida deriva de la N,N'-4,4'-difenilmetano-bis-imida maléica y del bis(amino-4-fenil)metano utilizados en cantidades tales que la relación

$$\frac{\text{Número de moles de N,N'-bis-imida}}{\text{Número de moles de diamina}}$$

10. esté comprendida entre 1 y 5.

6.- Procedimiento para endurecer resinas epoxi; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara

Madrid,

30 MAY. 1970

RHONE-POULENC S.A.

A. GOMEZ ACEBO Y MEDER  
 C/ de Figueras, 8, Madrid, España

