

25



408832

A1. 408.832 760410 C08G 45/00

408832

P.- 52.646

NDM-71-11-SP

F=14-7-75

Int. Cl.²: C08G

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de CHARLES T PATRICK, JUNIOR

de nacionalidad norteamericana

con domicilio en 209 Laurel Oak Drive, Centerville,
Ohio, Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION
TIXOTROPICA DE UN SOLO COMPONENTE"
(Clase Internacional. C08g)

Prioridad reivindicada: Estados Unidos de América, 22 de
Noviembre de 1.971, nº 201.212.

20.11.72
MCM



408832

El presente invento se refiere a nuevas composiciones de resina epoxídica y a procedimientos para prepararlas. Más particularmente, el presente descubrimiento concierne a poliepóxidos de un sólo componente, aptos para ser almacenados y susceptibles de ser curados con facilidad, que tienen propiedades superiores y son apropiados como composiciones de materiales de relleno adhesivos, tales como composiciones para soldadura de carrocerías.

Entre las desventajas más comunes que hasta ahora se encuentran con tales materiales de relleno son típicas las de lento curado, necesidad de dos o más componentes que requieren equipos dosificadores y mezcladores, formación de cráteres, alabeo, deformación, mala resistencia al impacto, mala resistencia a la humedad, formación de arrugas y similares, así como malas propiedades en lo que se refiere a la limpieza con chorro de arena caliente, a la eliminación de rebabas, a la adherencia, a la aceptación de pinturas, a las características de brillo, y propiedades similares. Cualquiera de estos obstáculos es particularmente indeseable cuando se utiliza la composición para soldadura de carrocerías, por ejemplo para enmascarar juntas de coche o de solapamiento exteriores que conectan dos paneles metálicos de carrocería de automóvil. Estas juntas son generalmente superpuestas y soldadas por puntos; también son deprimidas usualmente desde el contor-

408832

21 NO



no normal de los paneles unidos y la composición de emas-
caramiento adhesiva es utilizada para rellenar la zona re-
bajada resultante.

5 De modo ideal, después de rellenar la zona rebaja-
5 da con relleno adhesivo, curar a este último, limpiar
con chorro de arena el adhesivo endurecido resultante para
igualar el contorno de los paneles conectados, y luego re-
cubrir ambos paneles y el relleno con un barniz o esmalte,
el ojo humano no debería ser capaz de distinguir la super-
10 ficie de material de relleno de las superficies adyacen-
tes de panel metálico. En otras palabras, la meta funda-
mental final es la de simular el contorno que podría lo-
grarse utilizando un único panel en lugar de dos paneles
unidos adyacentes.

15 Además, es muy importante evitar imperfeccio-
nes superficiales frecuentemente causadas por el material
de relleno propiamente dicho cuando se cura. Por ejemplo,
la técnica ha estado estorbada por la descomposición de
ciertos componentes del relleno durante el curado, dando
20 como resultado frecuentemente un desprendimiento de gases,
es decir burbujas superficiales; otro problema común evi-
tado mediante el presente invento es la mala conductivi-
dad térmica que limita la velocidad de curado cuando se ca-
lienta, particularmente cuando se rellenan zonas grandes.
25 Hasta ahora, los desprendimientos de calor procedentes de

408832



24 NOV 1972

5 las reacciones de curado provocaban formación de gases como resultado de la mala conductividad. Desde luego, todas estas desventajas limitaban gravemente las utilizaciones finales y afectaban a la aplicabilidad de los rellenos adhesivos del tipo aquí considerado.

10 Es muy importante que el relleno adhesivo utilizado, por ejemplo, como composición para soldadura de carrocerías de automóvil no obstaculice ni impida las etapas de acabado necesarias después del curado, tales como limpieza con chorro de arena, limpieza química, pintado y similares. Hasta ahora, por ejemplo, las composiciones de relleno tenían una tendencia a embotarse cuando se limpiaba con chorro de arena, obstaculizando de este modo, cuando no impidiendo, una apropiada limpieza con chorro de arena. En el pasado, productos químicos de acabado (limpieza) tales como detergentes, utilizados en paneles de carrocería, productos químicos de fosfatación de metales, disolventes utilizados en agentes de imprimación y soluciones de pintura, y otros componentes de acabados químicos similares, tenían un efecto desfavorable sobre las composiciones de relleno de poliepóxidos.

15

20

25 Todavía otra exigencia de los productos aquí considerados consiste en que éstos deben ser aptos para ser bombeados. También, tal como se ha sugerido anteriormente, deben ser aptos para ser amolados, es decir no deben

408832



embotarse; no deben alabearse a temperaturas desde la ambiente hasta las de curado; desde luego, deben ser de curado rápido, y además, como composiciones de un sólo componente, deben ser estables en almacenamiento, por ejemplo
5 deben exhibir una suficiente duración en almacenamiento; las composiciones de relleno curadas y acabadas deben cumplir normas rígidas en lo que concierne a las propiedades físicas y ambientales. Por ejemplo, deben tener elevadas resistencias físicas y de adherencia, tales como altas resistencias al impacto y a la tracción incluso cuando
10 sean aplicadas a metal que tenga aceite sobre su superficie, e incluso después de exposición durante largo tiempo a la humedad. Esta resistencia debe persistir a temperaturas tan bajas como de aproximadamente -40°C o menores y
15 a temperaturas elevadas del orden de 82°C o mayores. Desde luego, la composición de relleno no debe ser porosa.

Si bien las composiciones del presente invento son particularmente eficaces como composiciones para soldadura de carrocerías, sus muy deseables propiedades, tal
20 como se verá en lo que sigue, las hacen muy apropiadas también para otros fines, por ejemplo estratificación, aglutinación, encapsulación de elementos eléctricos, espumas estructurales, estructuras moldeadas, recubrimiento, envasado, y similares. Los diversos materiales de sustrato
25 apropiados para estas y otras funciones similares in-

408832

21 NOV 1972



cluyen metales, vidrio, cerámica, resinas moldeadas, gé-
neros textiles, mica, porcelana y materiales similares.

Constituyen técnica anterior de interés las
siguientes patentes de los Estados Unidos: 2.768.992,
5 2.786.794, 2.855.372, 2.928.809, 2.970.231, 3.010.921,
3.203.920, 3.256.135, 3.301.804, 3.344.096, 3.386.955,
3.386.956, 3.396.138, 3.397.157, 3.449.274, 3.471.435,
3.477.979, 3.484.398, 3.519.591, 3.530.093, 3.553.166
y 3.558.558.

10 Tienen interés particular, pero son fácilmen-
te distinguibles del la presente solicitud las siguien-
tes: (1) la patente de los Estados Unidos número 2.855.372,
que enseña la copolimerización de ureas sustituidas y áci-
dos orgánicos divalentes y la utilización de los copolíme-
15 ros resultantes como agentes endurecedores de epóxidos
reactivos. Como contraste, por ejemplo, el acelerador de
monuron preferido de este invento sirve como catalizador
en un bajo nivel de concentración; y (2) la patente de
20 los Estados Unidos número 3.256.135 enseña la utilización
de niveles relativamente elevados de cromatos de metal po-
livalente para mejorar estratificados adhesivos expuestos
a agua salina; dichos elevados niveles de cromato de zinc
son perjudiciales en las composiciones del presente in-
vento.

De acuerdo con el presente invento se ha descu-

408832



buelto una nueva composición estable en almacenamiento y de curado rápido, la cual comprende una mezcla tixotrópica y curable de (a) un componente de poli-epóxido líquido, (b) un agente de curado latente, (c) un acelerador para reducir las temperaturas de curado, (d) un agente tixotropizante de fibra de amianto, y (e) un material de carga, tal como materiales de carga inertes metálicos y minerales finamente divididos. Típicamente, una composición para soldadura de carrocerías muy eficaz que tiene una buena duración en almacenamiento o en recipiente abierto puede ser preparada a partir de una mezcla curable de (a) una mezcla líquida de poliepóxido obtenido a partir de una epihalohidrina y un fenol divalente, tal como 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-propano (bisfenol A), y un diluyente reactivo, por ejemplo el diglicidiléter de un alcohol polivalente, tal como dipropilenglicol, teniendo la mezcla una viscosidad por debajo de 10.000 centipoises, preferiblemente por debajo de alrededor de 5.000 centipoises; (b) agente de curado de dicisamida; (c) un acelerador de monuron, tal como 3-(para-cloro-fenil)-1,1-dimetilurea; (d) agente tixotropizante de fibra de amianto de calidad para resina; y (e) un material de carga inorgánico inerte finamente dividido, por ejemplo polvo de aluminio, talco, carbonato de calcio y similares, o cualquier combinación de éstos.

15-11-72

408832



Además, de acuerdo con el presente invento se ha encontrado que una cantidad pequeña pero eficaz de un óxido de metal alcalino-térreo, por ejemplo cal, acrecienta significativamente las propiedades de la nueva composición del presente invento actuando como un agente eliminador de agua y suprimiendo un estado conocido como desprendimiento de gases.

Se ha descubierto también que la resistencia a la humedad, por ejemplo de una composición para soldadura de carrocerías preparada tal como se considera aquí es mejorada grandemente mediante mezclado a fondo con ella de una cantidad secundaria de cromato de zinc molido con tamaño de partículas controlado, que tiene preferiblemente un tamaño de partículas inferior a aproximadamente 20 micras.

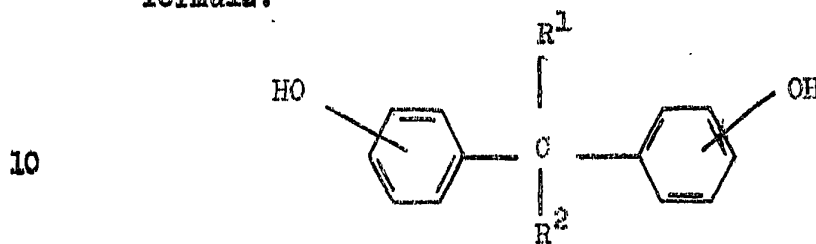
Los muchos epoxi-poliésteres derivados, por ejemplo, de fenoles polivalentes y halohidríns y apropiados para utilizarse en el presente invento se preparan generalmente en un medio alcalino, por ejemplo un hidróxido de metal alcalino. Poliepóxidos típicos y preferidos son los preparados haciendo reaccionar fenoles polinucleares, tales como 2,2-bis(4-hidroxifenil)-propano (bisfenol A), 2,2-bis(4-hidroxifenil)-butano, bis(4-hidroxifenil)-etano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-pentano, y similares, con una epihalohidrina, incluyendo compuestos tales como epiclorhi-

408832



drina, epibromhidrina, 3-cloro-1,2-epoxibutano, 3-bromo-1,2-epoxibutano, 3-bromo-1,2-epoxihexano, y similares.

Los fenoles polivalentes aquí considerados para preparar poliepóxidos del tipo general apropiado para utilizarse en el presente invento se ilustran en lo que antecede, y pueden ser definidos adicionalmente por la fórmula:



en donde los restos fenólicos pueden estar en una cualquiera de las posiciones 2,2' , 2,3' , 2,4' , 3,3' , 3,4' ó 4,4' de los núcleos aromáticos, y cada uno de los radicales R^1 y R^2 representa hidrógeno, un grupo alcohol, tal como metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, -sec-butilo, ter-butilo, pentilo, isopentilo, hexilo, isohexilo, y similares; un grupo cicloalcohol (inferior) tal como un grupo ciclohexilo o ciclohexilo sustituido, por ejemplo ciclohexilo sustituido por metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo y hexilo; o un grupo aromático, tal como fenilo, toliilo, xililo y similares. Además, los anillos fenólicos pueden tener otros sustituyentes además de los grupos hidroxilo, por ejemplo grupos alcohol -



inferior que contienen de 1 a 4 átomos de carbono, por ejemplo metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo y butilo terciario; átomos de halógeno, por ejemplo flúor, cloro, bromo o yodo; y similares.

5 Una enumeración ilustrativa pero de ningún modo exhaustiva de fenoles divalentes que caen dentro de esta fórmula general incluye 4,4'-dihidroxi-difenildimetilmetano (bisfenol A), 2,4'-dihidroxi-difeniletilmetano, 3,3'-dihidroxi-difenildietilmetano, 3,4'-dihidroxi-difenilmetilpropilmetano, 10 2,3'-dihidroxi-difeniletilfenilmetano, 4,4'-dihidroxi-difenilpropilfenilmetano, 4,4'-dihidroxi-difenilbutilfenilmetano, 2,2'-dihidroxi-difenilditolilmetano, 4,4'-dihidroxi-difeniltolilmetilmetano, y similares.

Otros fenoles polivalentes que también pueden ser 15 hechos reaccionar conjuntamente con una epihalohidrina para proporcionar epoxipoliésteres resinosos apropiados son compuestos tales como resorcina, hidroquinona, hidroquinonas sustituidas, por ejemplo para-ter-butil-hidroquinona, y similares, indanoles tales como los descritos en la patente 20 de los Estados Unidos número 2.754.285 de Petropoulos, y fenoles polivalentes que tienen dos grupos hidroxiarilo separados por una cadena alifática de al menos seis átomos de carbono de longitud, estando unida dicha cadena por enlaces de carbono o carbono con átomos de carbono de núcleos de 25 los grupos hidroxiarilo. Miembros de esta última clase de

408832

21



fenoles polivalentes pueden obtenerse convenientemente condensando el fenol propiamente dicho con un fenol sustituido con una cadena lateral alifática que tiene uno o más dobles enlaces olefínicos situados en ella, proporcionando de esta
5 manera el número requerido de átomos separadores entre los dos grupos hidroxifenilo del fenol polivalente resultante. El cardanol, que se puede obtener de manera conocida a partir de líquido de cáscara de anacardo, es un manantial conveniente de fenoles que contienen dichas cadenas laterales.

10 Entre otros alcoholes polivalentes que pueden ser hechos reaccionar conjuntamente con una epihalohidrina para proporcionar epoxipoliéteres resinosos apropiados son compuestos tales como etilenglicol, propilenglicoles, butilenglicoles, pentanodíoles, bis-(4-hidroxiciclohexil)-dimetilmetano, 1,4-dimetilobenceno, glicerina, 1,2,6-hexanotriol, trimetilolpropano, mannita, sorbita, eritrita, -
15 pentaeritrita, sus dímeros, trímeros y polímeros superiores, por ejemplo polietilenglicoles, polipropilenglicoles, triglicerina, dipentaeritrita y similares, poli(alcohol alílico),
20 poli(alcohol vinílico), tioéteres polivalentes, tales como sulfuro de 2,2'-dihidroxi-diétilo, sulfuro de 2,2', 3,3'-tetrahidroxidipropilo y similares, mercaptoalcoholes tales como α -monotioglicerina, α, α' -ditioglicerina y similares, ésteres parciales de alcoholes polivalentes, tales como monoestearina, monoacetato de pentaeritrita y similares, y al-

408832

21



coholes polivalentes halogenados, tales como las monoclorhidrinas de glicerina, sorbita, pentaeritrita y similares.

Una clase relacionada de poliepóxidos polímeros que pueden ser catalizados de acuerdo con la práctica del presente invento comprende los poliepoxipolibidroxipoliéteres obtenidos haciendo reaccionar, también preferiblemente en medio alcalino, un fenol polivalente, tal como bigfenol A, resorcina, catequina y similares, o un alcohol polivalente, tal como glicerina, sorbita, pentaeritrita y similares, con un poliepóxido, tal como bis(2,3-epoxipropil)-éter, bis(2,3-epoxi-2-metilpropil)-éter, 1,2-epoxi-4,5-epoxipentano, y similares.

Todavía otros poliepóxidos representativos dentro del alcance del presente invento son los siguientes: dióxido de divinilbenceno, bis(2,3-epoxiciclopentil)-éter, epoxiéteres de ácidos polivalentes, tales como succinato de diglicidilo, adipato de diglicidilo, maleato de diglicidilo, ftalato de diglicidilo, hexacloroendometilentetrahidroftalato de diglicidilo y 4,4'-isopropilidendibenzoato de diglicidilo, y similares.

Los poliepóxidos o mezclas de poliepóxidos preferidos son líquidos que tienen viscosidades por debajo de aproximadamente 10.000 centipoises a la temperatura ambiente, preferiblemente por debajo de alrededor de 5.000 centipoises. Típicamente, poliepóxidos de una epihalohidrina y un fenol

408832



5 polivalente, tal como bisfenol A, que tienen viscosidades apropiadas son preparados mezclándolos con cantidades secundarias de poliepóxidos de alcoholes polivalentes. Generalmente, el componente secundario está presente en la concentración de aproximadamente 10 a aproximadamente 47% en peso, preferiblemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 35% en peso, basado en el peso total de componente de poliepóxido en la composición de relleno adhesivo.

10 El poliepóxido de un alcohol polivalente, tal como dietilenglicol epoxidizado, dipropilenglicol epoxidizado y similares, está presente desempeñando el papel de un flexibilizador que característicamente tiene baja viscosidad y actúa generalmente como un diluyente reactivo.

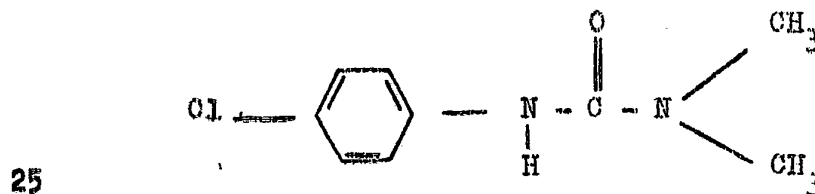
15 Desde luego, pueden emplearse otros flexibilizadores conocidos y similares, tales como glicéridos epoxidizados de los ácidos ricinoleico e isoricinoleico (por ejemplo, aceite de ricino epoxidizado, y similares. Estos flexibilizadores están presentes generalmente en cantidades secundarias, tal como se ha indicado en lo que antecede, en los poliepóxidos del tipo preparado a partir de una epihidrina y un fenol polivalente, proporcionándose usualmente suficiente cantidad de flexibilizador y/o diluyente reactivo para lograr líquidos con viscosidades deseadas.

25 Entre los muchos diluyentes reactivos dentro

del alcance del presente invento se encuentran los hidrocarburo-glicidil-éteres monofuncionales, por ejemplo - n-butil-glicidil-éter, fenil-glicidil-éter, alil-glicidil-éter, y similares.

5 Los poliepóxidos aquí considerados, por ejemplo los diglicidil-éteres de bisfenol A, tienen usualmente una equivalencia de 1,2-epóxido de al menos alrededor de 1,5, preferiblemente de al menos alrededor de 1,8. Similarmente, el peso equivalente de epóxido está preferiblemente dentro
10 del margen de aproximadamente 150 a aproximadamente 300, estando el más preferido entre alrededor de 160 y alrededor de 230.

El acelerador de monuron del presente invento está usualmente en forma de partículas sólidas y está presente en la concentración de alrededor de 0,25 a aproximadamente 4,0 partes, preferiblemente de alrededor de 1,0 a aproximadamente 3,0 partes, por 100 partes de componente líquido de poliepóxido. El monuron preferido es denominado
15 3-(para-clorofenil)-1,1-dimetilurea, un sólido cristalino blanco que tiene un punto de fusión de alrededor de 175°C, y posee la fórmula
20



408832

21



5 aquí considerados están en forma de partículas finamente divididas y son incorporados en cantidades secundarias, generalmente de alrededor de 0,5 a 5,0 partes en peso, preferiblemente de alrededor de 1,0 a alrededor de 3,0 partes en peso por 100 partes en peso de componente de poliepóxido líquido.

10 En lo que concierne al componente de cromato de zinc, se ha encontrado que una cantidad tan pequeña como alrededor de 0,01 a alrededor de 1,5, preferiblemente de alrededor de 0,25 a alrededor de 1,0 partes en peso por 100 partes en peso de componente de poliepóxido líquido proporciona características muy satisfactorias de resistencia a la humedad. El cromato de zinc más apropiado para el presente invento tiene un tamaño medio de partículas menor de 20 micras, preferiblemente menor de 10 micras.

15 De acuerdo con el presente invento se ha descubierto que los resultados muy deseables y las superiores propiedades aquí logradas son el resultado de un control cuidadoso de la viscosidad del componente de poliepóxido líquido así como de los grupos funcionales y del peso equivalente de epóxido del poliepóxido. Además, controlando cuidadosamente según el presente invento la concentración y las propiedades físicas de los componentes que proporcionan la composición o combinación de constituyentes única

20

25

408832



1872

en su género que aquí se describe, se logran los superiores resultados a los que arriba se ha aludido.

Las siguientes mejoras son meramente ilustrativas y de ningún modo limitativas:

- 5 (a) Temperaturas y velocidades de curado significativamente reducidas;
- (b) Resistencia al impacto grandemente mejorada;
- (c) Ningún alabeo;
- (d) Estabilidad en almacenamiento muy deseable;
- 10 (e) Superior aptitud para el bombeo y superior conductividad térmica;
- (f) Coeficiente de expansión grandemente reducido;
- (g) Propiedades mejoradas para limpieza con chorro de arena y eliminación de rebabas;
- 15 (h) Bajos niveles de humedad, que causan desprendimiento de gases en las condiciones de curado, son eliminados por los óxidos de metal alcalino-térreo;
- (i) Una resistencia significativamente acrecentada a la humedad, debida a cantidades secundarias de cromato de zinc;
- 20 (j) etc., etc.

Asimismo, éstas son sólo unas pocas de las propiedades superiores logradas por las composiciones absolutamente únicas en su género del presente invento.

25 De acuerdo con una realización preferida, los com-

408832



ponentes del presente invento son mezclados (1) disponiendo los componentes de epóxido líquido en un recipiente apropiado, (2) añadiendo la diciandiamida y el acelerador de monuron, mezclando durante 5 a 10 minutos, (3) añadiendo el amianto y cal, mezclando durante 5 a 10 minutos adicionales, y (4) añadiendo el material de carga y mezclando durante 5 a 10 minutos adicionales o hasta homogeneidad.

Si la mezcla ha de ser aplicada como una composición para relleno o soldadura de carrocerías, cada etapa de mezclado se puede llevar a cabo bajo vacío, o el vacío puede ser aplicado durante la última etapa (4).

El presente invento será comprendido mejor con ayuda de los siguientes ejemplos, que se pretende que sean ilustrativos y no indebidamente limitativos, estando en peso todas las partes dadas en los ejemplos, a menos que se diga otra cosa:

EJEMPLOS I-III

Las siguientes mezclas fueron aplicadas a paneles metálicos gruesos que tenían unas dimensiones de 250 mm x 250 mm. Las mezclas fueron aplicadas con espátula para llenar una muesca que medía aproximadamente 6,25 mm de profundidad y 50 mm de anchura, que se extendía a lo largo del centro del panel por toda su longitud. Los paneles resultantes fueron sostenidos verticalmente en una estufa durante 10 minutos a 163°C. Después de enfriar durante 10 minutos, las composicio-

408832



nes epoxídicas curadas, que no mostraron ninguna evidencia de alabeo, fueron limpiadas con chorro de arena para proporcionar una superficie continua y lisa que ocultaba esencialmente la zona con muesca. Los paneles fueron luego limpiados en una solución detergente caliente y hechas pasar a través de un baño de fosfatación de metal. Los paneles fueron luego secados, pintados por pulverización con un agente de imprimación para automóviles, secados en estufa durante 20 minutos a 149°C, enfriados y luego pintados por pulverización con un recubrimiento superior blanco para automóviles y curados durante 20 minutos a 149°C. Los paneles resultantes tenían un aspecto excelente antes y después de ser expuestos a una acción intensa de ultravioletas y de humedad durante 2,000 horas en un Medidor de Meteorización Atlas.

Las composiciones no curadas tenían viscosidades iniciales (ASTM-D-1,823) de 20-50 segundos para 20 gramos de flujo a través de un orificio de 2,6 mm a 5,6 kg/cm². Después de almacenamiento a la temperatura ambiente durante 60 días se observaron aumentos de viscosidad de 10 a 15 segundos; materiales que tienen viscosidades por debajo de alrededor de 100 segundos son considerados como aceptables desde un punto de vista de bombeo. Los materiales no curados quedaron inalterados con respecto a su resistencia al alabeo.

El hecho de reemplazar en estos ejemplos el amianto

408832

21



por una bentonita tratada comercial típica como agente tixotrópico dió como resultado aumentos de viscosidad hasta por encima de 100 segundos en 60 días. Similarmente, el hecho de reemplazar el amianto por sílice ahumada comercial dió
5 como resultado composiciones que se alabearon al ser curadas después de almacenamiento a la temperatura ambiente durante sólo 20 días.

La supresión de la cal en las composiciones mostradas dió como resultado un excesivo desprendimiento de gases
10 durante el curado, que causó imperfecciones en los paneles amolados.

15-11-72

- 20 -

408832

21



TABLA I

Ejemplo

	<u>Componente</u>	<u>I</u>	<u>II</u>	<u>III</u>
5	DGEBA ¹	35	59	85
	Diglicidiléter alifático (Epi-Rez 502) ²	25	21	15
	Epóxido flexible (Epi-Rez 5.132) ³	40	20	---
	Diciandiamida	8	8	8
10	Monuron ⁴	3	3	1
	CaL	1	1	1
	Amianto	8	8	8
	Talco	34	---	---
	Polvo de aluminio	48	150	150

15 ¹Diglicidiléter de bisfenol A.

20 ² Un diglicidiléter alifático de baja viscosidad (20-150 centipoises) que tiene un peso equivalente de epóxido de 300-325 y un punto de inflamabilidad de 213°C. Basado en el análisis de infrarrojos, el diglicidiléter de polipropilenglicol; un producto vendido por la firma Celanese Corporation, Nueva York, Nueva York.

25 ³ Una resina epoxídica modificada internamente para proporcionar composiciones flexibles; viscosidad 40.000 a 60.000 centipoises, peso equivalente de epóxido de 400-450 y un punto de inflamabilidad de 110°C; un nivel importante

408832

21 NOV 1972



de enlaces de hidrocarburo y éster (por infrarrojos y saponificación); un producto vendido por la firma Celanese Corporation, Nueva York, Nueva York.

⁴ 3-(para-clorofenil)-1,1-dimetilurea.

5

EJEMPLOS IV-VII

Las siguientes mezclas fueron pesadas y mezcladas a fondo para formar un material tixotrópico homogéneo capaz de curarse sobre una superficie vertical sin alabeo con un espesor de 12,5 mm. La velocidad de curado (tiempo de gelificación) fue medida sobre una placa metálica caliente a las temperaturas mostradas. Estos datos muestran que el monuron es un acelerador eficaz en el nivel de 1 a 5 partes por cien (PCR) de mezcla de resina epoxídica. Con un nivel de 5 PCR, se observó alguna tendencia a desprender gases.

15

Se encontró que las mezclas eran estables con respecto a la viscosidad y a la resistencia al alabeo durante un tiempo mayor de 90 días en recipientes cerrados almacenados a 23-27°C.

408832

21 NOV 1972



TABLA II

Ejemplo

	<u>Componente</u>	<u>IV</u>	<u>V</u>	<u>VI</u>	<u>VII</u>
5	DGEBA	85	85	85	85
	Diglicidiléter alifático (Epi-Rez 502) ¹	15	15	15	15
	Diciandiamida	8	8	8	8
	Cal	1	1	1	1
10	Monuron ²	0	1	3	5
	Amianto	8	8	8	8
	Polvo de aluminio	150	150	150	150
	Tiempo de gelificación, minutos				
	a 177°C	7,0	3,0	2,5	2,2
15	163°C	>15	4,8	3,7	3,4
	149°C	>15	5,3	4,3	4,1
	135°C	>15	7,8	5,9	5,3

¹ Véase Tabla I

² 3-(para-clorofenil)-1,1-dimetilurea.

408832



- REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se
5 recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento para preparar una composición tixotrópica de un solo componente de curado rápido y estable en almacenamiento, que comprende mezclar a fondo un
10 componente de polieóxido líquido que tiene una viscosidad por debajo de alrededor de 10.000 centipoises, diciandiamida como agente de curado latente, un acelerador de monuron, fibras de amianto como agente tixotropizante y un material de carga inorgánico inerte finamente dividido.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en
15 el que se mezclan inicialmente a fondo el componente de poliepóxido líquido, la diciandiamida y el acelerador de monuron, y se añaden a continuación las fibras de amianto y el material de carga inorgánico.

3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en
20 el que la mezcla de los componentes se efectúa disponiendo el componente de poliepóxido en un recipiente apropiado, añadiendo la diciandiamida y el acelerador de monuron, mezclando durante 5 a 10 minutos, añadiendo amianto y cal, mez

28.4.75

Rey

408832



clando durante 5 a 10 minutos adicionales, y añadiendo el material de carga y mezclando durante 5 a 10 minutos adicionales o hasta homogeneidad.

5 4a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que se añade además una cantidad pequeña pero eficaz de un óxido de metal alcalino-térreo en calidad de agente estabilizante.

10 5a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que se añade además cromato de zinc en la concentración de alrededor de 0,01 a alrededor de 1,5 partes en peso por 100 partes en peso de componente de epóxido líquido, para comunicar resistencia a la humedad.

15 6a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que se añade una cantidad pequeña pero eficaz de un óxido de metal alcalino-térreo y cronato de zinc en la concentración de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 1,5 partes en peso por 100 partes en peso de componente de epóxido líquido.

20 7a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que el óxido de metal alcalino-térreo es cal.

8a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que el monuron es 3-(para-clorofenil)-1,1-dimetil-urea.

25 9a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que el componente de poliepóxido líquido contiene

28.4.75

A handwritten signature or set of initials, possibly "Re", written in dark ink.

408832



como componente principal el diglicidiléter de un fenol polivalente.

5 10a.- Un procedimiento según la reivindicación 9a, en el que el fenol polivalente es 4,4¹-dihidroxidifenil-dimetilmetano.

11a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que el componente de poliepóxido líquido contiene como un componente secundario un polipropilenglicol epoxidizado de baja viscosidad.

10 12a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que el acelerador de monuron está presente en la concentración de alrededor de 0,25 a alrededor de 4,0 partes por 100 partes de componente de poliepóxido líquido.

15 13a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que la concentración de diciandiamida está dentro del margen de alrededor de 6 a alrededor de 14 partes en peso por 100 partes en peso de componente de poliepóxido líquido.

20 14a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que el agente tixotropizante de fibras de amianto está presente en la concentración de alrededor de 6 a alrededor de 15 partes en peso por 100 partes en peso de componente de poliepóxido líquido.

25 15a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que la concentración de material de carga está den-

28.4.75

408832



tro del margen de aproximadamente 50 a aproximadamente 175 partes en peso por 100 partes en peso de componente de poliepóxido líquido.

5 16ª.- Un procedimiento según la reivindicación 6ª, en el que el componente de poliepóxido líquido contiene como un componente principal el diglicidiléter de un fenol polivalente.

10 17ª.- Un procedimiento según la reivindicación 16ª, en el que el fenol polivalente es 4,4¹-dihidroxidifenil-dimetilmetano.

18ª.- Un procedimiento según la reivindicación 6ª, en el que el componente de poliepóxido líquido contiene como un componente secundario un polipropilenglicol epoxidizado de baja viscosidad.

15 19ª.- Un procedimiento según la reivindicación 6ª, en el que el acelerador de monuron está presente en la concentración de alrededor de 0,25 a alrededor de 4,0 partes por 100 partes de componente de poliepóxido líquido.

20 20ª.- Un procedimiento según la reivindicación 6ª, en el que la concentración de diciandiamida está en el margen de alrededor de 6 a alrededor de 14 partes en peso por 100 partes en peso de componente de poliepóxido líquido.

21ª.- Un procedimiento según la reivindicación 6ª, en el que el agente tixotropizante de fibras de amianto está presente en la concentración de alrededor de 6 a al-

25/pe

28.4.75

408832



- 2 MAYO 1975

rededor de 15 partes en peso por 100 partes en peso de componente de poliepóxido líquido.

5 22ª.- Un procedimiento según la reivindicación 6ª, en el que la concentración de material de carga está dentro del margen de alrededor de 50 a alrededor de 175 partes en peso por 100 partes en peso de componente de poliepóxido líquido.

23ª.- Un procedimiento para preparar una composición tixotrópica de un solo componente.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid,

- 2 MAYO 1975

P.A.

Alberto de ELIZABETH
Por Poder

AVS. 28.4.75

- 28 -