

COMPOSICIÓN DE RESINA EPOXÍDICA PARA FINES DE REVESTIMIENTO

Campo Técnico

La invención hace referencia al campo de las composiciones de resina epoxídica de curado a
5 baja temperatura y también a revestimientos, en particular, para pisos.

Técnica previa

Los productos de revestimiento a base de resinas epoxídicas se utilizan ampliamente en el sector de la construcción. Estos consisten en resina líquida y componentes de curado, que se mezclan
10 antes de la aplicación y luego reaccionan a temperatura ambiente en el intervalo de aproximadamente 5 y 35 °C para formar un revestimiento sólido. Dado que el componente de curado contiene aminas como constituyente reactivo principal, dichos productos tienden a presentar defectos superficiales tales como opacidad, manchas, aspereza o pegajosidad cuando se curan, lo que también se conoce como «enrojecimiento». El enrojecimiento es causado por las aminas que forman una sal con el dióxido de
15 carbono (CO₂) del aire y ocurre particularmente a alta humedad y bajas temperaturas. Especialmente en aplicaciones de revestimiento estéticamente exigentes, como los revestimientos para pisos, la aparición de defectos superficiales relacionados con el enrojecimiento es extremadamente desventajosa y, por lo general, requiere una reelaboración o sobrerrevestimiento laborioso de las áreas dañadas o, a menudo, incluso de todo el revestimiento.

La viscosidad de una composición de resina epoxídica se reduce con diluyentes para que sea
20 fácil de aplicar. Al mismo tiempo, los diluyentes también reducen la susceptibilidad al enrojecimiento. Los diluyentes habituales, por ejemplo, el alcohol bencílico, son compuestos volátiles (VOC o SVOC, por sus siglas en inglés) que no se incorporan a la matriz de resina durante el curado y, por lo tanto, producen emisiones. En el caso de los productos con bajas emisiones, para los cuales existe una
25 demanda creciente por parte de los consumidores, esto significa que los diluyentes se pueden usar solo en pequeñas cantidades o no se usan en absoluto.

Los aceleradores, por ejemplo, los fenoles o las bases de Mannich dan como resultado un curado más rápido a temperaturas más bajas, aliado con una susceptibilidad reducida al enrojecimiento. Sin embargo, estos aceleradores tienen olores fuertes, no son inofensivos desde el
30 punto de vista toxicológico y reducen la resistencia a la luz del revestimiento al aumentar la coloración amarillenta. Los ácidos como el ácido salicílico o el ácido p-toluenosulfónico también se pueden usar como aceleradores. Sin embargo, estos aumentan sustancialmente la viscosidad y, a veces, también conducen a un aumento de la coloración amarillenta.

Para reducir el enrojecimiento y a efectos de dilución, también es posible usar aminas específicas, por ejemplo, poliaminas alquiladas. Sin embargo, estas son costosas y a menudo dan lugar a un curado más lento en condiciones frías.

El enrojecimiento también se puede reducir mediante el uso de aditivos hidrófobos, por ejemplo, ceras, que flotan sobre el revestimiento y lo protegen del contacto con la humedad atmosférica. Sin embargo, el efecto de tales aditivos es a menudo inadecuado y depende en gran medida de la composición del revestimiento.

Compendio de la invención

Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es proporcionar una composición de resina epoxídica adecuada para fines de revestimiento que tenga bajas emisiones, se cure rápidamente y que no tenga defectos superficiales relacionados con el enrojecimiento incluso en condiciones húmedas y frías, y que dé como resultado revestimientos de alta calidad desde el punto de vista mecánico con una superficie libre de defectos y una baja tendencia a la coloración amarillenta.

Este objetivo se logra mediante la composición de resina epoxídica como se describe en la reivindicación 1. Esta comprende una combinación de cera y bis(aminometil)ciclohexano.

Sorprendentemente, esta combinación permite revestimientos de curado muy rápidos que tienen superficies libres de defectos, incluso cuando se curan en condiciones frías. La muy baja viscosidad de la composición de la invención le da una procesabilidad sobresaliente. Esto se logra usando solo una pequeña cantidad de diluyente, por ejemplo, alcohol bencílico, o ninguno en absoluto y, por consiguiente, da lugar a emisiones extremadamente bajas o ninguna en absoluto. El revestimiento curado tiene una excelente resistencia mecánica y muestra una tendencia extremadamente baja a la coloración amarillenta.

Una sorpresa particular, y algo que no se observa con composiciones similares basadas en otras aminas, es que la presencia de la cera no solo mejora la calidad del revestimiento, sino que también da como resultado una estabilidad apreciablemente mejor con respecto a la coloración amarillenta.

Cuando se usan otras aminas habituales en la técnica previa, como 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexano (IPDA, por sus siglas en inglés), 1,3-bis(aminometil)benceno (MXDA, por sus siglas en inglés), 2,2 (4), 4-trimetilhexametildiamina (TMD, por sus siglas en inglés), trietilentetramina (TETA, por sus siglas en inglés), tetraetilenpentamina (TEPA, por sus siglas en inglés) o polioxipropilendiamina, en lugar de bis (aminometil)ciclohexano, las composiciones de resina epoxídica correspondientes tienen propiedades apreciablemente más pobres, incluso cuando incluyen una cera. Para su uso como revestimientos para pisos, estos tendrían que mejorarse mediante la adición de aductos y/u otros aditivos, pero la experiencia ha demostrado que esto afecta

negativamente a otras propiedades tales como la procesabilidad, el olor, las emisiones o la tendencia a la coloración amarillenta. Aunque IPDA, MXDA, TMD o TETA en combinación con la cera muestran mejoras en la calidad de la superficie, todavía se producen defectos relacionados con el enrojecimiento, mientras que la polioxipropilendiamina cura lentamente de forma deseada.

5 La composición de resina epoxídica de la invención hace posible productos de revestimiento que tienen una excelente procesabilidad, se curan muy rápidamente, prácticamente no presentan coloración amarillenta y tienen una superficie dura y brillante de alta calidad, incluso cuando se usan en condiciones frías y húmedas, tal como entre 8 °C y 80 % de humedad relativa. Por consiguiente, estos productos son particularmente adecuados como revestimiento para pisos, especialmente como
10 capa superior o sello, cuando las bajas emisiones junto con las altas demandas de procesabilidad y estética son importantes.

Otros aspectos de la invención son objeto de otras reivindicaciones independientes. Las modalidades particularmente preferidas de la invención son objeto de las reivindicaciones dependientes.

15

Formas de ejecutar la invención

La invención se refiere a una composición de resina epoxídica que comprende al menos una resina epoxídica líquida, bis(aminometil)ciclohexano y al menos una cera.

«Resina epoxídica líquida» hace referencia a un poliepóxido industrial que tiene una
20 temperatura de transición vítrea por debajo de 25 °C.

«Cera» hace referencia a una masa hidrófoba que es inmiscible con agua, es sólida, pero se puede amasar a temperatura ambiente y se funde sin descomposición a una temperatura superior a 40 °C, en particular superior a 50 °C, en un líquido de viscosidad relativamente baja.

Un «grupo amino primario» hace referencia a un grupo amino que está unido a un solo radical
25 orgánico y tiene dos átomos de hidrógeno; un «grupo amino secundario» hace referencia a un grupo amino que está unido a dos radicales orgánicos que también pueden formar parte de un anillo y que tienen un átomo de hidrógeno; y un «grupo amino terciario» hace referencia a un grupo amino que está unido a tres radicales orgánicos, dos o tres de los cuales también pueden formar parte de uno o más anillos y no tiene ningún átomo de hidrógeno.

30 «Hidrógeno de amina» hace referencia a los átomos de hidrógeno de los grupos amino primarios y secundarios.

«Peso equivalente de hidrógeno de amina» hace referencia a la masa de una amina o una composición que contiene amina que contiene un equivalente molar de hidrógeno de amina.

Los nombres de sustancias que comienzan con «poli», tales como poliamina, poliol o poliepóxido, hacen referencia a sustancias que contienen formalmente dos o más de los grupos funcionales que aparecen en su nombre por molécula.

Un «diluyente» hace referencia a una sustancia que es soluble en una resina epoxídica y disminuye su viscosidad, y que no se incorpora químicamente al polímero epoxídico durante el proceso de curado.

«Viscosidad» hace referencia a la viscosidad dinámica o viscosidad de corte, que se define por la relación entre el esfuerzo de corte y la velocidad de corte (gradiente de velocidad) y se determina como se describe en la descripción o los ejemplos prácticos.

«Peso molecular» hace referencia a la masa molar (en g/mol) de una molécula. «Peso molecular promedio» hace referencia al peso molecular promedio en número M_n de una mezcla polidispersa de moléculas oligoméricas o poliméricas, que se determina típicamente mediante cromatografía por permeación de gel (GPC, por sus siglas en inglés) frente a poliestireno de serie.

«Temperatura ambiente» hace referencia a una temperatura de 23 °C.

Se obtiene una resina epoxídica líquida adecuada de una manera conocida, en particular a partir de la oxidación de las olefinas correspondientes o de la reacción de epiclorohidrina con los polioles, polifenoles o aminas correspondientes.

Las resinas epoxídicas líquidas adecuadas son en particular las resinas epoxídicas aromáticas, especialmente los éteres glicidílicos de:

- bisfenol A, bisfenol F o bisfenol A/F, donde A significa acetona y F significa formaldehído, los cuales sirvieron como reactivos para la preparación de estos bisfenoles. En el caso del bisfenol F, también pueden estar presentes isómeros posicionales, especialmente los derivados del 2,4'- o 2,2'-hidroxifenilmetano.

- derivados de dihidroxibenceno tales como resorcinol, hidroquinona o catecol;

- otros bisfenoles o polifenoles tales como bis(4-hidroxi-3-metilfenil)metano, 2,2-bis(4-hidroxi-3-metilfenil)propano (bisfenol C), bis(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)metano, 2,2-bis(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(3,5-dibromo-4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxi-3-terc-butilfenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)butano (bisfenol B), 3,3-bis(4-hidroxifenil)pentano, 3,4-bis(4-hidroxifenil)hexano, 4,4-bis(4-hidroxifenil)heptano, 2,4-bis(4-hidroxifenil)-2-metilbutano, 2,4-bis(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-2-metilbutano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclohexano (bisfenol Z), 1,1-bis(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano (bisfenol TMC), 1,1-bis(4-hidroxifenil)-1-feniletano, 1,4-bis[2-(4-hidroxifenil)-2-propil]benceno (bisfenol P), 1,3-bis[2-(4-hidroxifenil)-2-propil]benceno (bisfenol M), 4,4'-dihidroxi-difenil (DOD), 4,4'-dihidroxibenzofenona, bis(2-hidroxinaft-1-il)metano, bis(4-hidroxinaft-1-il)metano, 1,5-dihidroxinaftaleno, tris(4-hidroxifenil)metano, 1,1,2,2-tetrakis(4-hidroxifenil)etano, bis(4-hidroxifenil) éter o bis(4-hidroxifenil) sulfona;

- productos de condensación de fenoles con formaldehído que se obtienen en condiciones ácidas, como novolacas de fenol o novolacas de cresol, también llamadas novolacas de bisfenol F;
- aminas aromáticas como la anilina, toluidina, 4-aminofenol, 4,4'-metilendifenildiamina, 4,4'-metilendifenildi(N-metil)amina, 4,4'-[1,4-fenilenobis(1-metiletilideno)]bisanilina (bisanilina P) o 4,4'-[1,3-fenilenobis(1-metiletilideno)]bisanilina (bisanilina M).

Otras resinas epoxídicas líquidas adecuadas son poliepóxidos alifáticos o cicloalifáticos, especialmente

- éteres glicidílicos de alcoholes C_2 a C_{30} difuncionales, trifuncionales o tetrafuncionales de cadena abierta o cíclicos, ramificados o no ramificados, saturados o insaturados, especialmente etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, hexanodiol, octanodiol, glicoles de polipropileno, dimetilolciclohexano, neopentilglicol, dibromoneopentilglicol, aceite de ricino, trimetilolpropano, trimetiloletano, pentaeritritol, sorbitol o glicerol, o glicerol alcoxilado o trimetilolpropano alcoxilado;
- una resina líquida de bisfenol A, F o A/F hidrogenado, o los productos de glicidilación del bisfenol A, F o A/F hidrogenado;
- un derivado de N-glicidilo de amidas o bases de nitrógeno heterocíclico, por ejemplo, cianurato de triglicidilo o isocianurato de triglicidilo, o productos de reacción de epiclorohidrina con hidantoína.
- resinas epoxídicas a partir de la oxidación de olefinas tales como, en particular, vinilciclohexeno, dicitlopentadieno, ciclohexadieno, ciclododecadieno, ciclododecatrieno, isopreno, 1,5-hexadieno, butadieno, polibutadieno o divinilbenceno.

Una resina epoxídica líquida preferida es una resina líquida basada en un bisfenol, en particular un éter diglicidílico de bisfenol A y/o éter diglicidílico de bisfenol F, como se encuentran disponibles comercialmente, por ejemplo, a través de Dow, Huntsman o Momentive. Estas resinas líquidas tienen una viscosidad baja para las resinas epoxídicas y buenas propiedades como un revestimiento cuando se curan. Pueden contener proporciones de resina sólida de bisfenol A o éteres glicidílicos de novolac.

Adecuado como el bis(aminometil)ciclohexano es 1,2-bis(aminometil)ciclohexano o 1,3-bis(aminometil)ciclohexano o 1,4-bis(aminometil)ciclohexano o mezclas de estos.

Se da preferencia al 1,3-bis(aminometil)ciclohexano o al 1,4-bis(aminometil)ciclohexano o mezclas de estos.

Se da preferencia particular al 1,3-bis(aminometil)ciclohexano. Este se prepara en particular a partir de 1,3-bis(aminometil)benceno (MXDA) mediante hidrogenación y se encuentra disponible comercialmente, por ejemplo, a través de Mitsubishi Gas Chemical.

La cera es, en particular, una cera natural como la cera de abejas o la cera de montana, una cera obtenida al endurecer aceite vegetal mediante hidrogenación, tal como cera de soja, cera de

colza o cera de ricino, una cera obtenida de un aceite mineral tal como, en particular, una cera de parafina, una cera sintética, por ejemplo, en particular, una cera de polietileno, una cera de amida (diestearilamida de etileno) o una mezcla de tales ceras.

La cera se selecciona preferentemente del grupo que consista de cera de abejas, cera de montana, cera de soja, cera de colza, cera de ricino, cera de parafina, cera de polietileno, diestearilamida de etileno y mezclas de estas ceras.

La cera contiene preferentemente ésteres de ácidos grasos de cadena larga y/o hidrocarburos de cadena larga, preferentemente con un peso molecular en el intervalo de 250 a 1000 g/mol, en particular, 250 a 500 g/mol.

Preferentemente la cera es particularmente una cera de parafina, en particular, una cera de parafina que comprende hidrocarburos saturados lineales o ramificados que tienen un peso molecular en el intervalo de 250 a 500 g/mol.

La cera se encuentra preferentemente en forma de dispersión en un medio no acuoso

El medio no acuoso es líquido, especialmente a temperatura ambiente.

El medio no acuoso es preferentemente de baja volatilidad y tiene un punto de ebullición de al menos 250 °C y una presión de vapor de no más de 0,01 kPa a una temperatura de 20 °C.

Dicha dispersión de cera es preferentemente estable cuando se almacena a temperatura ambiente.

El medio no acuoso tiene preferentemente una buena compatibilidad con las composiciones de resina epoxídica basadas en éteres diglicídicos de bisfenol A o F.

El propio medio no acuoso contiene preferentemente grupos epoxídicos. Esto significa que se incorpora durante el curado de la composición y no genera emisiones ni migración.

Se da preferencia como medio no acuoso a un compuesto que se selecciona del grupo que consta de éter diglicídico de bisfenol A, éter diglicídico de bisfenol F, éter diglicídico de bisfenol A/F, éter diglicídico de dipropilenglicol, éter diglicídico de tripropilenglicol, éteres diglicídicos de polipropilenglicoles, éter diglicídico de butano-1,4-diol, éter diglicídico de hexano-1,6-diol, éter diglicídico de dimetilolciclohexano, éter glicídico de cresilo, éter glicídico de 4-metoxifenilo, éter glicídico de pn-butilfenilo, éter glicídico de p-terc-butilfenilo, éter glicídico de 4-nonilfenilo, éter glicídico de 4-dodecilfenilo, éter glicídico de cardanol, éter glicídico de bencilo, éter glicídico de 2-etilhexilo, éteres glicídicos de alcoholes naturales en particular, éteres glicídicos de alquilo C₈ a C₁₀, alquilo C₁₂ a C₁₄ o alquilo C₁₃ a C₁₅, y combinaciones de los compuestos citados.

Se da preferencia particular como el medio no acuoso a una mezcla de éteres diglicídicos de bisfenol A, F o A/F y éteres alquilglicídicos de alcoholes naturales, en particular, éteres glicídicos de alquilo C₈ a C₁₀, alquilo C₁₂ a C₁₄ o alquilo C₁₃ a C₁₅.

La cera es preferentemente una cera de parafina en forma de dispersión en una mezcla de éteres diglicídicos de bisfenol A, F o A/F, en particular, éteres glicídicos de alquilo C₈ a C₁₀, alquilo C₁₂ a C₁₄ o alquilo C₁₃ a C₁₅.

Una dispersión de cera de este tipo contiene preferentemente entre 40 % y 75 % en peso de cera de parafina, entre 10 % y 30 % en peso de éteres diglicídicos de bisfenol A, F o A/F, y entre 10 % y 30 % en peso de éteres alquilglicídicos.

Además, una dispersión de cera de este tipo puede contener otros auxiliares y aditivos, en particular emulsionantes, estabilizadores o espesantes.

La cera dispersada en el medio no acuoso tiene preferentemente un tamaño de partícula en el intervalo de 1 a 500 µm, en particular de 10 a 100 µm. El tamaño promedio de partícula se encuentra preferentemente en el intervalo de 20 a 60 µm.

Las modalidades preferidas de la cera tienen una miscibilidad particularmente buena en una resina epoxídica líquida, en la que permanecen estables cuando se almacenan a temperatura ambiente, y son particularmente eficaces para promover la formación de una superficie libre de defectos cuando la composición de resina epoxídica se usa como revestimiento de la superficie.

La composición de resina epoxídica contiene preferentemente entre 0,1 y 10, más preferentemente entre 0,2 y 5, en particular entre 0,2 y 2, partes en peso de cera en base a 100 partes en peso de constituyentes de la composición que contienen grupos epoxídicos.

La composición de resina epoxídica puede comprender adicionalmente constituyentes adicionales. Preferentemente comprende al menos un constituyente adicional que se selecciona de diluyentes reactivos que contienen grupos epoxídicos, otras poliaminas, aceleradores, diluyentes y rellenos.

Los diluyentes reactivos preferidos que contienen grupos epoxídicos son, en particular, éteres glicídicos de fenoles mono o polihídricos o alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, tales como, en particular, los éteres glicídicos de alcoholes dihidricos o polihídricos ya mencionados, o éteres monoglicídicos tales como, en particular, éter glicídico de fenilo, éter glicídico de cresilo, éter glicídico de guaiacol, éter glicídico de 4-metoxifenilo, éter glicídico de pn-butilfenilo, éter glicídico de p-terc-butilfenilo, éter glicídico de 4-nonilfenilo, éter glicídico de 4-dodecilfenilo, éter glicídico de cardanol, éter glicídico de bencilo, éter glicídico de alilo, éter glicídico de butilo, éter glicídico de hexilo, éter glicídico de 2-etilhexilo, o éteres glicídicos de alcoholes naturales, como, en particular, éteres glicídicos de alquilo C₈ a C₁₀ o alquilo C₁₂ a C₁₄ o alquilo C₁₃ a C₁₅. La adición de un diluyente reactivo que contiene grupos epoxídico provoca una reducción de la viscosidad y/o temperatura de transición vítrea y/o valores mecánicos.

Otras poliaminas adecuadas son en particular

- diaminas o triaminas primarias alifáticas, cicloalifáticas o arilalifáticas, en particular 2,2-dimetilpropano-1,3-diamina, pentano-1,3-diamina (DAMP, por sus siglas en inglés), pentano-1,5-diamina, 1,5-diamino-2-metilpentano (MPMD, por sus siglas en inglés), 2-butil-2-etilpentano-1,5-diamina (neodiamina C11), hexano-1,6-diamina, 2,5-dimetilhexano-1,6-diamina, 2,2 (4), 4-trimetilhexametilendiamina (TMD, por sus siglas en inglés), heptano-1,7-diamina, octano-1,8-diamina, nonano-1,9-diamina, decano-1,10-diamina, undecano-1,11-diamina, dodecano-1,12-diamina, 1,2-, 1,3- o 1,4-diaminociclohexano, bis(4-aminociclohexil)metano, bis(4-amino-3-metilciclohexil)metano, bis(4-amino-3-etilciclohexil)metano, bis(4-amino-3,5-dimetilciclohexil)metano, bis(4-amino-3-etil-5-metilciclohexil)metano, 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexano (isoforonediamina o IPDA), 2 (4) -metil-1,3-diaminociclohexano, 2,5(2,6)-bis(aminometil)biciclo[2.2.1]heptano (NBDA), 3(4),8(9)-bis(aminometil)triciclo[5.2.1.0^{2,6}]decano, 1,4-diamino-2,2,6-trimetilciclohexano (TMCD, por sus siglas en inglés), metano-1,8-diamina, 3,9-bis(3-aminopropil)-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5.5]undecano, 1,3 bis(aminometil)benceno (MXDA) o 1,4 bis(aminometil)benceno;

- diaminas o triaminas primarias alifáticas que contienen grupos éter, en particular bis(2-aminoetil)éter, 3,6-dioxaoctano-1,8-diamina, 4,7-dioxadecano-1,10-diamina, 4,7 -dioxadecano 2,9-diamina, 4,9-dioxadodecano-1,12-diamina, 5,8-dioxadodecano-3,10-diamina, 4,7,10-trioxatridecano-1,13-diamina o oligómeros superiores de estas diaminas, bis (3-aminopropil) politetrahidrofuranos u otras politetrahidrofurandiaminas, diaminas cicloalifáticas que contienen grupos éter de la propoxilación y subsiguiente aminación de 1,4-dimetilolciclohexano, disponible en particular como Jeffamine® particular RFD-270 (de Huntsman), o polioxialquilenoxialquilenos de polioxialquilenos, en particular, Jeffamine® D-230, Jeffamine® D-400, Jeffamine® D-2000, Jeffamine® EDR-104, Jeffamine® EDR-148, Jeffamine® EDR-176, Jeffamine® T-403, Jeffamine® T-3000, Jeffamine® T-5000 (todos de Huntsman), o aminas de BASF o Nitroil correspondientes;

- poliaminas que tienen grupos amino secundarios tales como, en particular, 2-aminoetilpiperazina, 3-dimetilaminopropilamina (DMAPA, por sus siglas en inglés), 3-(3-(dimetilamino)propilamino)propilamina (DMPAPA, por sus siglas en inglés), bis(hexametilen)triamina (BHMT), dietilentriamina (DETA, por sus siglas en inglés), trietilentetramina (TETA, por sus siglas en inglés), tetraetilenpentamina (TEPA), pentaetilenhexamina (PEHA, por sus siglas en inglés) u homólogos superiores de polietilenaminas lineales, dipropilentriamina (DPTA, por sus siglas en inglés), N- (2-aminoetil) -propano-1,3-diamina (N3 amina), N,N'-bis(3-aminopropil)etilendiamina (N4 amina), N, N'-bis(3-aminopropil)-1,4-diaminobutano, N5-(3-aminopropil) -2-metilpentano-1,5 -diamina, N3- (3-aminopentil) pentano-1,3-diamina, N5-(3-amino-1-etilpropil)-2-metilpentano-1,5-diamina, N,N'-bis(3-amino-1-etilpropil)-2-metilpentano-1,5-diamina, productos de la alquilación reactiva de poliaminas primarias con aldehídos o cetonas, en particular N-benciletano-1,2-diamina, N,N'-dibenciletano-1, 2-diamina, N-bencilpropano-1,2-diamina, N-bencil-1,3-bis (aminometil)benceno, N,N'-dibencilo-1,3-

bis(aminometil)benceno, N-2-etilhexil-1,3-bis(aminometil) benceno, N,N'-bis(2-etilhexil)-1,3-bis(aminometil)benceno, N-bencildietilentriamina, N, N'-dibencildietilentriamina, N-benciltrietilentetramina, N,N'-dibenciltrietilentetramina, N''-bencil-N, N'-bis (3-aminopropil)etilendiamina, N'',N'''-dibencil-N, N'-bis(3-aminopropil)etilendiamina, o poliaminas parcialmente estilizadas, por ejemplo, MXDA estilizada que contiene N-feniletil-1,3-bis(aminometil)benceno (disponible como Gaskamine® 240 de Mitsubishi Gas Chemical);

- aductos de bis (aminometil)ciclohexano o de las poliaminas mencionadas anteriormente o de otras poliaminas con epóxidos o resinas epoxídicas, en particular aductos con diepóxidos o monoepóxidos;

- poliamidoaminas, en particular, los productos de reacción de un ácido carboxílico mono o polibásico, o de ésteres o anhídridos de estos, en particular un ácido graso dimerizado, con una poliamina alifática, cicloalifática o aromática utilizada en exceso estequiométrico, en particular una polialquileno amina como DETA o TETA; o

- bases de Mannich, especialmente las fenalcaminas, es decir, productos de reacción de fenoles, en particular, cardanol, con aldehídos, en particular, formaldehído y poliaminas.

Las poliaminas adicionales preferidas se seleccionan del grupo que consista de TMD, 1,2-, 1,3- o 1,4-diaminociclohexano, bis(4-aminociclohexil)metano, IPDA, 2 (4)-metil-1,3-diaminociclohexano, MXDA, 1,4-bis(aminometil)benceno, polioxipropilendiaminas que tienen un peso molecular promedio en el intervalo de 200 a 500 g/mol, N-benciletano-1,2-diamina, N,N'-dibenciletano-1,2-diamina, N-bencilpropano-1,2-diamina, N-bencil-1,3-bis(aminometil)benceno, N,N'-dibencil-1,3-bis(aminometil)benceno, N''-bencil-N, N'-bis(3-aminopropil)etilendiamina, N'',N'''-dibencil-N, N'-bis(3-aminopropil)etilendiamina y aductos de estas u otras poliaminas con monoepóxidos o diepóxidos.

En una modalidad preferida, la composición de resina epoxídica incluye N-benciletano-1,2-diamina como una poliamina adicional, opcionalmente en combinación con N,N'-dibenciletano-1,2-diamina. El contenido de N-benciletano-1,2-diamina, basado en la suma de las aminas, se encuentra preferentemente en el intervalo de 1 % a 50 % en peso, preferentemente 2 % a 30 % en peso, en particular 5 % a 25 % en peso. Una composición de este tipo permite revestimientos que tienen una resistencia al impacto particularmente alta.

Los aceleradores adecuados son sustancias que aceleran la reacción entre grupos amino y grupos epoxídicos, en particular ácidos o compuestos hidrolizables en ácidos, en particular ácidos carboxílicos orgánicos tales como ácido acético, ácido benzoico, ácido salicílico, ácido 2-nitrobenzoico, ácido láctico, ácidos sulfónicos orgánicos, tales como ácido metanosulfónico, ácido p-toluenosulfónico o ácido 4-dodecylbencenosulfónico, ésteres sulfónicos, otros ácidos orgánicos o inorgánicos tales como, en particular, ácido fosfórico, o mezclas de los ácidos o ésteres ácidos mencionados anteriormente; aminas terciarias tales como, en particular, 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano, bencildimetilamina, α-

metilbencildimetilamina, trietanolamina, N,N-dimetilaminopropilamina, imidazoles tales como, en particular, N-metilimidazol, N-vinilimidazol o 1,2-dimetilimidazol, sales de tales aminas terciarias, sales de amonio cuaternario, en particular, cloruro de benciltrimetilamonio, amidinas tales como, en particular, 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-eno, guanidinas tales como, en particular, 1,1,3,3-tetrametilguanidina, fenoles como, en particular, bisfenoles, resinas fenólicas o bases de Mannich, en particular, 2-(dimetilaminometil) fenol, 2,4,6-tris(dimetilaminometil)fenol o polímeros obtenidos a partir de fenol, formaldehído y N,N-dimetilpropano-1,3-diamina, fosfitos, en particular fosfitos de di- o trifenilo, nitritos tales como, en particular, nitrito de calcio o compuestos que tienen grupos mercapto.

Se da preferencia a los ácidos, aminas terciarias, nitratos o bases de Mannich.

Se da preferencia particular al ácido salicílico, 2,4,6-tris(dimetilaminometil)fenol o nitrato de calcio, una combinación de estos.

Los diluyentes adecuados son, en particular, 2-fenoxietanol, 2-benciloxietanol, alcohol bencílico, etilenglicol, éter dimetílico de etilenglicol, éter dietílico de etilenglicol, éter dibutílico de etilenglicol, éter de difenilo de etilenglicol, dietilenglicol, éter monometílico de dietilenglicol, éter monoetílico de dietilenglicol, éter de mono-n-butyl de dietilenglicol, éter dimetílico de dietilenglicol, éter dietílico de dietilenglicol, éter de di-n-butyl de dietilenglicol, éter butílico de propilenglicol, éter fenílico de propilenglicol, dipropilenglicol, éter de monometilo de dipropilenglicol, éter dimetílico de dipropilenglicol, éter de di-n-butyl de dipropilenglicol, difenilmetano, diisopropilnaftaleno, fracciones de aceite mineral, por ejemplo productos Solvesso[®] (de Exxon), alquilfenoles tales como terc-butilfenol, nonilfenol, dodecilfenol, cardanol (de aceite de castaña de cajú, que contiene como el constituyente principal 3-(8,11,14-pentadecatrienil)fenol), fenol estirenizado, bisfenoles, resinas de hidrocarburos aromáticos, en particular tipos que contienen grupos fenol, fenol alcoxilado, en particular fenol etoxilado o propoxilado, en particular 2-fenoxietanol, adipatos, sebacatos, ftalatos, benzoatos, ésteres fosfóricos o sulfónicos orgánicos o sulfonamidas.

Los diluyentes preferidos son alcohol bencílico, 2-fenoxietanol, cardanol, fenol estirenizado, diisopropilnaftaleno o resinas de hidrocarburos aromáticos que contienen grupos fenol. Se da preferencia particular al alcohol bencílico, diisopropilnaftaleno o cardanol, en particular, alcohol bencílico.

El contenido de diluyentes en la composición de resina epoxídica se encuentra preferentemente en el intervalo de 0 % a 20 % en peso, más preferentemente 0 % a 15 % en peso, en particular 0 % a 10 % en peso. Dichas composiciones tienen emisiones particularmente bajas.

En una modalidad preferida, la composición de resina epoxídica comprende 1 % a 15 % en peso, en particular 2 % a 10 % en peso, de diluyente, en particular alcohol bencílico. Una composición de este tipo permite revestimientos de baja emisión que tienen alta resistencia al impacto y dureza.

Los rellenos adecuados son, en particular, carbonato de calcio molido o precipitado, que están opcionalmente recubiertos con ácido graso, en particular estearatos, barita (spar pesado), talco, polvo de cuarzo, arena de cuarzo, carburo de silicio, hierro mica, dolomita, wollastonita, caolín, mica (silicato de aluminio y potasio), tamiz molecular, óxido de aluminio, hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio, sílice, cemento, yeso, cenizas volantes, negro de carbón, grafito, polvos metálicos como aluminio, cobre, hierro, zinc, plata o acero, Polvo de PVC o cuentas huecas.

Se da preferencia al carbonato de calcio, polvo de cuarzo y arena de cuarzo.

La composición de resina epoxídica puede comprender opcionalmente otros auxiliares y aditivos, en particular los siguientes:

- 10 - diluyentes reactivos, en particular los ya mencionados, o aceite de soja epoxidado o aceite de linaza, compuestos que contienen grupos acetoacetato, en particular polioles acetoacetilados, butirolactona, carbonatos, aldehídos, isocianatos o siliconas que tienen grupos reactivos;
- otras aminas, en particular monoaminas tales como, en particular, bencilamina o furfurilamina o poliaminas aromáticas tales como, en particular, 4,4'-, 2,4' y/o 2,2'-diaminodifenilmetano,
- 15 2,4- y/o 2,6-tolilendiamina, 3,5-dimetiltio-2,4-tolilendiamina y/o 3,5-dimetiltio-2,6-tolilendiamina, 3,5-dietil-2,4-tolilendiamina y/o 3,5-dietil-2,6-tolilendiamina;
- compuestos que tienen grupos mercapto, en particular polímeros de polisulfuro terminados en mercaptano líquidos, éteres de polioxialquileño terminados en mercaptano, derivados de polioxialquileño terminados en mercaptano, poliésteres de ácidos tiocarboxílicos, 2,4,6-trimercapto-
- 20 1,3,5-triazina, trietilenglicol dimercaptano o etanoditiol;
- polímeros, en particular poliamidas, polisulfuros, polivinil formal (PVF), polivinil butiral (PVB), poliuretanos (PUR), polímeros que tienen grupos carboxilo, poliamidas, copolímeros de butadieno-acrilonitrilo, copolímeros de estireno-acrilonitrilo, copolímeros de butadieno-estireno, homo o copolímeros de monómeros insaturados, en particular del grupo que comprende etileno, propileno,
- 25 butileno, isobutileno, isopreno, acetato de vinilo o alquil(met)acrilatos, en particular polietilenos clorosulfonados o polímeros que contienen flúor o melaminas modificadas con sulfonamida;
- fibras, en particular fibras de vidrio, fibras de carbono, fibras metálicas, fibras cerámicas o fibras poliméricas tales como fibras de poliamida o fibras de polietileno;
- pigmentos, en particular dióxido de titanio, óxidos de hierro u óxido de cromo (III);
- 30 - modificadores de reología, en particular espesantes o agentes anticongelantes;
- mejoradores de la adhesión, en particular organoalcóxidosilanos;
- sustancias ignífugas, en particular los rellenos de hidróxido de aluminio o hidróxido de magnesio ya mencionados, trióxido de antimonio, pentóxido de antimonio, ácido bórico ($B(OH)_3$),
- 35 borato de cinc, fosfato de cinc, borato de melamina, cianurato de melamina, polifosfato de amonio,

fosfato de melamina, pirofosfato de melamina, óxidos de difenilo polibromados o éteres de difenilo, fosfatos tales como, en particular, fosfato de difenil cresilo, resorcinol bis(difenilfosfato), resorcinol difosfato de oligómero, tetrafenilresorcinol difosfito, difosfato de etilendiamina, bisfenol A bis(difenilfosfato), tris(cloropropil) fosfatotris[3-bromo-2,2-bis(bromometil)propil] fosfato, 5 tetrabromobisfenol A, bis(2,3-dibromopropil éter) de bisfenol A, resinas epoxídicas bromadas, etilenobis(tetrabromoftalimida), etilenobis(dibromonorbornanodicarboximida), 1,2-bis(tribromofenoxi)etano, isocianurato tris(2,3-dibromopropil), tribromofenol, hexabromociclododecano, bis(hexaclorociclopentadieno)ciclooctano o cloroparafinas.

- aditivos, en particular agentes humectantes, agentes niveladores, antiespumantes, 10 desaireadores, estabilizadores contra la oxidación, calor, radiación de luz o UV, o biocidas.

Si la composición de resina epoxídica contiene otras poliaminas además de bis(aminometil)ciclohexano, el contenido de bis(aminometil) ciclohexano basado en la suma de las aminas es preferentemente al menos 35 % en peso, más preferentemente al menos 50 % en peso, en particular al menos 70 % en peso, lo más preferentemente al menos 85 % en peso. En una 15 composición de resina epoxídica de este tipo, las propiedades preferidas descritas son particularmente pronunciadas.

La composición de resina epoxídica se encuentra preferentemente en gran parte libre de aminas que tienen un peso molecular por debajo de 120 g/mol, en particular por debajo de 150 g/mol. Esta contiene preferentemente, según la suma de las aminas, menos de 2 % en peso, en particular 20 menos de 1 % en peso, de aminas con un peso molecular por debajo de 120 g/mol, en particular por debajo de 150 g/mol.

Una composición de este tipo es particularmente ventajosa en cuanto a toxicología y olor y permite superficies particularmente atractivas.

La composición de resina epoxídica contiene preferentemente solamente bajo contenido de 25 aductos amina-epoxídicos. Esta contiene preferentemente, según la suma de las aminas, menos de 30 % en peso, más preferentemente menos de 20 % en peso, en particular menos de 10 % en peso, de aductos de amina-epoxídicos. Una composición de este tipo tiene una viscosidad particularmente baja incluso sin un diluyente.

La composición de resina epoxídica contiene preferentemente solamente bajo contenido de 30 diluyentes con alto punto de ebullición. Esta contiene preferentemente menos de 30 % en peso, más preferentemente menos de 20 % en peso, en particular menos de 15 % en peso, lo más preferentemente menos de 10 % en peso, de diluyentes que tienen un punto de ebullición de al menos 200 °C.

La composición de resina epoxídica contiene preferentemente menos de 5 % en peso, más 35 preferentemente menos del 2 % en peso, en particular menos del 1 % en peso, y más preferentemente

no contiene ningún contenido en absoluto de diluyentes que tengan un punto de ebullición por debajo de 200 °C. Una composición de este tipo tiene particularmente pocas emisiones.

En la composición de resina epoxídica, la relación de la cantidad de grupos reactivos frente a grupos epoxídicos con respecto a la cantidad de grupos epoxídicos se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,5 a 1,5, en particular 0,7 a 1,2.

Los hidrógenos de amina presentes en la composición de resina epoxídica y cualquier otro grupo presente que sea reactivo frente a los grupos epoxídicos reaccionan con los grupos epoxídicos, con apertura de anillo (reacción de adición) de estos. Como resultado principalmente de esta reacción, la composición se polimeriza y, por lo tanto, se cura.

La composición de resina epoxídica se encuentra preferentemente en forma de una composición que tiene dos o más componentes e incluye

- un componente de resina que comprende al menos una resina epoxídica líquida y opcionalmente compuestos adicionales que tienen grupos epoxídicos, y
- un componente de agente de curado que comprende bis(aminometil)ciclohexano y opcionalmente otras poliaminas o agentes de curado,

donde la cera se encuentra presente como un constituyente del componente de resina o del componente del agente de curado o de ambos componentes.

Pueden estar presentes otros constituyentes incluidos en la composición de resina epoxídica, tales como diluyentes, aceleradores, rellenos o aditivos tales como agentes humectantes o desaireadores, en el componente de resina o el componente de agente de curado o en ambos componentes.

Si la cera se encuentra en forma de una dispersión en un medio no acuoso que tiene grupos epoxídicos, esta es preferentemente un constituyente del componente de resina.

El componente de resina y el componente de agente de curado de la composición de resina epoxídica se almacenan cada uno en un recipiente separado. Otros constituyentes de la composición de resina epoxídica pueden estar presentes como un constituyente del componente de resina o del componente del agente de curado. Asimismo, es posible que otros constituyentes estén presentes como un componente dedicado y separado.

Los componentes se pueden almacenar, lo que significa que pueden almacenarse antes de su uso durante varios meses hasta un año o más sin ningún cambio en sus respectivas propiedades hasta un grado relevante para su uso.

Para el uso de la composición de resina epoxídica, los componentes se mezclan entre sí poco antes o durante la aplicación.

Los componentes se mezclan por medio de un método adecuado; esta mezcla se puede hacer de forma continua o por lotes. La mezcla se lleva a cabo en particular a temperatura ambiente, la cual se encuentra típicamente en el intervalo de 5 a 50 °C, preferentemente de 10 a 30 °C.

Al mezclar los dos componentes, el curado comienza a través de una reacción química. Esto implica la reacción de los hidrógenos de amina presentes en la composición de resina epoxídica y cualquier otro grupo presente que sea reactivo frente a los grupos epoxídicos con los grupos epoxídicos, como se describió anteriormente.

El curado se produce típicamente a una temperatura en el intervalo de 0 a 50 °C. Se lleva a cabo preferentemente a temperatura ambiente, en particular de 5 a 40 °C, preferentemente de 10 a 30 °C, y típicamente se extiende durante un período de unos pocos días a semanas. La duración depende de factores que incluyen la temperatura, la reactividad de los constituyentes y la estequiometría de estos, y de la presencia de aceleradores.

De este modo, la invención proporciona además una composición curada obtenida del curado de la composición de resina epoxídica como se describe en el presente documento.

La composición de resina epoxídica se aplica a al menos un sustrato, siendo particularmente adecuados los siguientes sustratos:

- vidrio, vitrocerámica, hormigón, mortero, ladrillo, teja, yeso, asfalto y rocas naturales como granito o mármol;
- metales o aleaciones como aluminio, hierro, acero o metales no ferrosos, o metales o aleaciones con acabado superficial como metales galvanizados o cromados;
- cuero, textiles, papel, madera, materiales a base de madera unidos con resinas, por ejemplo, resinas fenólicas, de melamina o epoxídicas, compuestos de resina-textiles u otros llamados compuestos de polímeros;
- plásticos, en particular PVC rígido o flexible, ABS, policarbonato (PC), poliamida (PA), poliésteres, PMMA, resinas epoxídicas, PUR, POM, PO, PE, PP, EPM o EPDM, donde la superficie de los plásticos se ha sometido opcionalmente a tratamiento con plasma, corona o llama;
- plásticos reforzados con fibra tales como plásticos reforzados con fibra de carbono (CRP, por sus siglas en inglés), plásticos reforzados con fibra de vidrio (GRP, por sus siglas en inglés) o compuestos de moldeo de láminas (SMC, por sus siglas en inglés);
- sustratos recubiertos tales como metales o aleaciones con recubrimiento en polvo;
- pinturas o barnices.

Los sustratos pueden tratarse previamente si es necesario antes de la aplicación de la composición de resina epoxídica.

La composición de resina epoxídica descrita se puede usar ventajosamente como recubrimiento, revestimiento, pintura, barniz, sello, capa base o capa preparatoria para la construcción

y aplicaciones industriales, especialmente como revestimiento para pisos o recubrimiento para pisos para interiores como oficinas, naves industriales, gimnasios o zonas de almacenamiento en frío, o exteriores para balcones, terrazas, plantas de estacionamiento, puentes o techos, como recubrimiento protector para hormigón, cemento, metales, plásticos o madera, por ejemplo, para sellar superficies de construcciones de madera, vehículos, áreas de carga, tanques, silos, tubos, tuberías, máquinas o construcciones de acero, por ejemplo, de barcos, muelles, plataformas marinas, puertas de esclusas, centrales hidroeléctricas, construcciones fluviales, piscinas, turbinas eólicas, puentes, chimeneas, grúas o muros de tablestaca, o como capa inferior, capa de adhesión o para la hidrofobización de las superficies.

La composición de resina epoxídica descrita se usa preferentemente como revestimiento para pisos, especialmente en interiores como oficinas, naves industriales, gimnasios o zonas de almacenamiento en frío, o en exteriores para balcones, terrazas, plantas de estacionamiento o puentes. Preferentemente se usa de forma particular como capa superior o sello, donde la calidad de la superficie es particularmente importante.

Para su uso como revestimiento para pisos, la composición de resina epoxídica se aplica especialmente como un revestimiento autonivelante o ligeramente tixotrópico a superficies predominantemente planas. Para esto, esta tiene preferentemente una consistencia líquida con baja viscosidad y buenas propiedades de flujo. Inmediatamente después de que el componente de resina y el componente del agente de curado se hayan mezclado, este tiene preferentemente una viscosidad, medida a 20 °C, en el intervalo de 0,2 a 4 Pas, más preferentemente 0,3 a 2 Pas, en particular 0,3 a 1,5 Pas. La composición mixta, dentro del tiempo de procesamiento, se aplica a la superficie de un sustrato como una película delgada que tiene un espesor de capa de aproximadamente 50 µm a aproximadamente 5 mm, típicamente a temperatura ambiente. Esta se aplica especialmente vertiéndola sobre el sustrato a recubrir y luego extendiéndola uniformemente, por ejemplo, con una cuchilla raspadora o una llana dentada. También puede aplicarse con brocha o rodillo o en forma de aplicación por pulverización.

El revestimiento para pisos es en particular un elemento de un recubrimiento para pisos que comprende

- opcionalmente una primera capa,
- opcionalmente una capa de nivelación,
- una o más capas de una capa base, también conocida como capa de desgaste, que opcionalmente se rocía con arena de cuarzo,
- y opcionalmente un sello (capa superior).

La composición de resina epoxídica de la invención puede constituir aquí la primera capa y/o la capa de nivelación y/o la capa base y/o el sello del recubrimiento para pisos. Las capas adicionales

que no corresponden a la composición de resina epoxídica de la invención también pueden ser composiciones de resina epoxídica u otro material, especialmente un revestimiento de poliuretano o poliurea.

Como primera capa, la composición de resina epoxídica de la invención puede estar en gran parte libre de rellenos. Se aplica una primera capa para humedecer la superficie, unir el polvo y la suciedad, cerrar los poros, y/o nivelar el sustrato. Se aplica una primera capa en una cantidad que cubre hasta cubrir el sustrato, especialmente hormigón, mortero, yeso o asfalto.

Como una capa de nivelación, la composición de resina epoxídica de la invención típicamente incluye rellenos. Se aplica una capa de nivelación para rellenar agujeros y hendiduras en un sustrato muy desigual, siendo el resultado final la provisión de una superficie en gran medida nivelada para aplicar la capa base.

Como capa base, la composición de resina epoxídica de la invención incluye típicamente rellenos. La capa base se aplica preferentemente en un espesor de capa en el intervalo de 0,5 a 5 mm, opcionalmente en dos o más operaciones, es decir que la capa final se rocía opcionalmente con arena de cuarzo.

Como un sello, la composición de resina epoxídica de la invención se aplica preferentemente usando un rodillo en un espesor de capa en el intervalo de 0,1 a 1 mm, en particular de 0,2 a 0,5 mm. Esta se puede usar como un sello transparente en gran parte sin rellenos o en forma llena y pigmentada.

Con sus propiedades ventajosas en cuanto a olor, procesabilidad, rapidez de curado y robustez frente a defectos relacionados con el enrojecimiento, la composición de resina epoxídica de la invención es particularmente adecuada para todas las capas de un revestimiento para pisos.

Con los bajos valores de emisión que se pueden lograr, la composición de resina epoxídica de la invención es particularmente adecuada para aplicaciones en el interior de edificios.

Con su extraordinaria resistencia a la luz y estabilidad frente a la coloración amarillenta, la composición de resina epoxídica de la invención puede usarse especialmente y de forma preferida como un sello, también denominado capa superior, particularmente como la capa final de un revestimiento para pisos.

El uso de la composición de resina epoxídica da lugar a un artículo.

La invención proporciona además un artículo que comprende la composición curada que se obtiene del uso descrito.

La composición de resina epoxídica de la invención tiene una excelente procesabilidad, se cura muy rápidamente, prácticamente no presenta coloración amarillenta y tiene una superficie dura y brillante de alta calidad, incluso cuando se usan en condiciones frías y húmedas, tal como entre 8 °C y 80 % de humedad relativa. Estas propiedades sobresalientes se logran en particular incluso sin el

uso de aceleradores o diluyentes. La composición de resina epoxídica de la invención es particularmente adecuada para usar como un revestimiento para pisos, especialmente como capa superior o sello, donde son importantes las bajas emisiones junto con las altas demandas de procesabilidad y la estética.

5

Ejemplos

A continuación, se presentan ejemplos prácticos, que están destinados a dilucidar adicionalmente la invención descrita. La invención, por supuesto, no se limita a estos ejemplos prácticos descritos.

10

«AHEW» significa peso equivalente de hidrógeno de amina.

«EEW» significa peso equivalente de epoxi.

«Condiciones climáticas estándar» («SCC») hace referencia a una temperatura de 23 ± 1 °C y una humedad relativa del aire de 50 ± 5 %.

15

A menos que se indique lo contrario, los productos químicos utilizados fueron de Sigma-Aldrich Chemie GmbH.

Sustancias utilizadas:

20

Modificador DW 1765 BD: Cera de parafina dispersa en éter diglicílico de bisfenol A y éteres monoglicídicos de alcoholes C_{12} a C_{14} , EEW aprox. 729 g/equiv. (de Huntsman)

GY 250 Araldite®: Éter diglicílico de bisfenol A, EEW aprox. 187,5 g/equiv. (de Huntsman)

Resina 862 Epikote®: Éter diglicílico de bisfenol F, EEW aprox. 169 g/equiv. (de Huntsman)

25

DY-E Araldite®: Éteres monoglicídicos de alcoholes C_{12} a C_{14} , EEW aprox. 290 g/equiv. (de Huntsman)

1,3-BAC: 1,3-Bis(aminometil)ciclohexano, AHEW 35,5 g/equiv. (de Mitsubishi Gas Chemical)

IPDA 3-Aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, AHEW 42,6 g/equiv. (Vestamin® IPD de Evonik)

30

MXDA: 1,3-Bis(aminometil)benceno, AHEW 34 g/equiv. (de Mitsubishi Gas Chemical)

TMD: 2,2,4- y 2,4,4-Trimetilhexametilendiamina, AHEW 39,6 g/equiv. (Vestamin® TMD, de Evonik)

35

TETA: Trietilentetramina (TETA), AHEW aprox. 27 g/equiv. (grado técnico, de Huntsman).

D-230:	Polioxipropilendiamina que tiene un peso molecular promedio de aprox. 240 g/mol, AHEW 60 g/equiv. (Jeffamine®D-230, de Huntsman)
NB-EDA	N-Benciletano-1,2-diamina, AHEW 50,1 g

5

Producción de composiciones de resina epoxídica:

Ejemplos 1 a 12:

Para cada ejemplo, los ingredientes del componente de resina que se indican en la tabla 1 se mezclaron en las cantidades indicadas (en partes en peso) por medio de un mezclador centrífugo (SpeedMixer™ DAC 150, FlackTek Inc.) y se almacenaron con exclusión de humedad.

Los ingredientes del componente de agente de curado que se indica en la tabla 1 se procesaron y almacenaron de manera similar.

Los dos componentes de cada composición se procesaron luego por medio del mezclador centrífugo para producir un líquido homogéneo y este se probó inmediatamente de la siguiente manera:

La viscosidad se midió 10 minutos después de la mezcla («**Viscosidad (10')**») a 20 °C en un viscosímetro de placa cónica Rheotec RC30 termorregulado (diámetro del cono 50 mm, ángulo del cono 1 °, distancia de la placa a la punta del cono 0,05 mm, velocidad de corte 10 s⁻¹).

Se aplicó un primer revestimiento de película a una placa de vidrio con un espesor de capa de 500 µm, y se almacenó/curó en condiciones climáticas estándar. La **dureza König** (dureza de péndulo König, medida de acuerdo con el DIN EN ISO 1522) se determinó en esta película después de 1 día («dureza König (1d SCC)»), después de 2 días («dureza König (2d SCC)»), después de 4 días («dureza König (4d SCC)»), después de 7 días («dureza König (7d SCC)») y después de 14 días («dureza König (14d SCC)'). Después de 14 días, se evaluó la apariencia de la película (llamada «**Apariencia (SCC)**» en la tabla). Una película se describió como «agradable» si era clara y tenía una superficie brillante y no pegajosa sin estructura. «Estructura» hace referencia a cualquier tipo de marca o patrón en la superficie.

Se aplicó un segundo recubrimiento de película a una placa de vidrio con un espesor de capa de 500 µm e inmediatamente después de la aplicación, se almacenó/curó durante 7 días a 8 °C y 80 % de humedad relativa y luego durante 2 semanas en condiciones climáticas estándar. 24 horas después de la aplicación, se colocó sobre la película una tapa de botella de polipropileno debajo de la cual se había colocado una pequeña esponja húmeda. Después de otras 24 horas, la esponja y la tapa se retiraron y se colocaron en un nuevo punto de la película, desde donde se retiró y se volvió a colocar después de 24 horas, lo cual se realizó un total de 4 veces. Luego se evaluó la apariencia de esta película (denominada «**Apariencia (8 °/80 %)**» en las tablas) de la misma manera que se describe

para la Apariencia (SCC). También se informó en cada caso el número de marcas visibles que se habían formado en la película como resultado de la esponja húmeda y/o el anillo en la parte superior. La dureza König se determinó nuevamente en las películas curadas de este modo, en cada caso después de 7 días a 8 °C y 80 % de humedad relativa («Dureza König (7d 8 °/80 %)») y luego después de otros 2 días en SCC («dureza König (+2d SCC)»), 7 días en SCC (dureza König (+7d SCC)), y 14 d en SCC («dureza König (+14d SCC)'). Una marca blanca es un signo de enrojecimiento, causado por la esponja húmeda debajo de la tapa. Un anillo como marca es causado por la tapa en la parte superior, que deja una huella en la película, y es un signo de la inadecuada rapidez del curado de la composición.

Como medida de coloración amarillenta, se determinó el cambio de color después del tensado en un medidor de intemperie. Para esto, se aplicó un recubrimiento adicional a una placa de vidrio en un espesor de capa de 500 µm y se almacenó/curó en condiciones climáticas estándar durante 2 semanas y luego se tensó durante 72 horas (**Q-Sun (72h)**) a una temperatura de 65 °C en un medidor de intemperismo modelo Q-Sun Xenon Xe-1 que tiene un filtro óptico Q-SUN Daylight-Q y una lámpara de xenón con una intensidad de luz de 0,51 W/m² a 340 nm. La diferencia de color ΔE de la película estresada frente a la película no estresada correspondiente se determinó luego utilizando un colorímetro NH310 de Shenzhen 3NH Technology Co. LTD equipado con detector de diodo fotoeléctrico de silicio, fuente de luz A, interfaz de medición del espacio de color CIE L*a*b*C*H*. Los valores de ΔE de 0,5 a 2 representan una coloración amarillenta mínima, de 2 a 4 coloración amarillenta leve, de 4 a 6 coloración amarillenta apreciable y más de 6 coloración amarillenta fuerte.

Los resultados se presentan en la tabla 1.

Los ejemplos etiquetados «(Ref.)» son ejemplos comparativos.

Ejemplo	1	2 (Ref.)	3 (Ref.)	4 (Ref.)	5 (Ref.)	6 (Ref.)
Componente de resina:						
GY 250 Araldite®	80,5	80,5	80,5	80,5	80,5	80,5
Resina 862 Epikote®	80,5	80,5	80,5	80,5	80,5	80,5
DY-E Araldite®	26,1	26,1	26,1	26,1	26,1	26,1
Modificador DW 1765 BD	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3
Componente de curado:						
Amina	1,3-BAC 35,5	IPDA 42,6	MXDA 34,0	TMD 39,6	TETA 30,0	D230 60,0
Viscosidad (10') [Pas]	0,51	0,65	0,46	0,42	0,71	0,31
König h. [s] (1d SCC)	179	97	207	164	206	n.m.
[s] (2d SCC)	227	195	237	206	214	6
(4d SCC)	225	211	225	223	224	98
(7d SCC)	238	231	236	228	234	171
(14d SCC)	239	234	236	231	236	200
Apariencia (SCC)	agradable	agradable	opaco	agradable	opaco	agradable
Q-SUN (72 h) ΔE	1,9	3,5	9,9	8,4	3,0	4,7
König h. [s] (7d 8 °/80 %)	182	139	174	91	167	7
[s] (+2d SCC)	225	213	213	202	192	150
(+7d SCC)	231	220	225	218	200	195
(+14d SCC)	231	227	227	222	207	204
Apariencia (8 °/80 %)	agradable	mate	opaco	mate	opaco, pegajoso	agradable
Marcas	ninguna	1x anillo	ninguna	1x anillo	ninguna	3x anillo

Tabla 1: Composición y propiedades de los ejemplos **1** a **12**.

«n.m.» significa «no medible» (aun pegajoso).

Ejemplo	7 (Ref.)	8 (Ref.)	9 (Ref.)	10 (Ref.)	11 (Ref.)	12 (Ref.)
Componente de resina:						
GY 250 Araldite®	80,5	80,5	80,5	80,5	80,5	80,5
Resina 862 Epikote®	80,5	80,5	80,5	80,5	80,5	80,5
DY-E Araldite®	26,1	26,1	26,1	26,1	26,1	26,1
Modificador DW 1765 BD	-	-	-	-	-	-
Componente de curado:						
Amina	1,3-BAC 35,5	IPDA 42,6	MXDA 34,0	TMD 39,6	TETA 30,0	D230 60,0
Viscosidad (10') [Pa·s]	0,48	0,65	0,43	0,36	0,69	0,29
König h. [s] (1d SCC)	25	57	39	36	6	n.m.
[s] (2d SCC)	91	105	35	39	6	28
(4d SCC)	92	164	46	41	6	126
(7d SCC)	91	119	36	60	8	112
(14d SCC)	80	190	52	43	25	203
Apariencia (SCC)	estructura	mate	opaco	estructura	estructura	agradable
Q-SUN (72 h) ΔE	6,0	4,6	12,9	11,6	11,9	4,6
König h. [s] (7d 8 °/80 %)	25	28	4	1	10	1
[s] (+2d SCC)	27	71	8	6	7	3
(+7d SCC)	17	88	11	11	3	3
(+14d SCC)	11	77	14	22	6	4
Apariencia (8 °/80 %)	estructura	mate	opaco	estructura	opaco, pegajoso	pegajoso
Marcas	4x levemente blanco	4x blanco	4x blanco	4x anillo	4x blanco	4x anillo

Tabla 1: (continuación)

Ejemplos 13 a 16:

Para cada ejemplo, los ingredientes del componente de resina que se indican en la tabla 2 se mezclaron en las cantidades indicadas (en partes en peso) y se almacenaron con exclusión de humedad.

Los ingredientes del componente de agente de curado que se indican en la tabla 2 se mezclaron y almacenaron de manera similar.

Los dos componentes de cada composición se procesaron luego por medio de una fresa con rodillo mezclador para producir un líquido homogéneo y este se probó inmediatamente de la siguiente manera:

5 Inmediatamente después de que los componentes se hayan mezclado, la viscosidad se midió a 23 °C («Viscosidad mixta (23 °C)») en un viscosímetro de placa-placa Anton Paar termorregulado (diámetro 50 mm, distancia 0,5 mm, velocidad de corte 10 s⁻¹).

La dureza **Shore D** se determinó en muestras de ensayo cilíndricas que tenían un espesor de 5 mm después del almacenamiento en condiciones climáticas estándar durante 7 días y 14 días.

10 La **resistencia a la tracción** y la **elongación de ruptura** se determinaron aplicando la composición mixta en un espesor de capa de 2 mm a una placa de silicona y almacenándola en condiciones climáticas estándar. Después de 1 día, la película curada se separó de la placa de silicona, se extrajeron muestras de prueba con forma de mancuerna que tenían una longitud de 75 mm con una longitud de barra de 30 mm y un ancho de barra de 4 mm, y las muestras de prueba se analizaron después de un tiempo de curado total de 7 días a una velocidad de deformación de 2 mm/min de acuerdo con el DIN EN ISO 527-2.

Para determinar la **emisión** de compuestos orgánicos de baja volatilidad de acuerdo con el ISO 16000-25, se rellenaron placas de Petri de 36 mm de diámetro con la composición mixta en un espesor de capa de 0,7 mm y se almacenaron en condiciones climáticas estándar. Después de 6 días y después de 31 días, se determinó la emisión en una microcámara en un flujo de nitrógeno de 75 ml/min (correspondiente a un tipo de cambio de aire de 100/h). Para los valores de 6 días, los compuestos detectados en la corriente de nitrógeno se cuantificaron por GC/MS; para los valores de 31 días, esto se realizó por GC/FID. La cuantificación se realizó por calibración con tolueno y alcohol bencílico basado en el área de pico, con todos los compuestos detectados excepto el alcohol bencílico cuantificado como equivalentes de tolueno y alcohol bencílico como equivalentes de alcohol bencílico.

25 Los resultados se expresan como la suma de los equivalentes de tolueno y alcohol bencílico y se extrapolan a la sala de referencia europea.

Para determinar la **resistencia al impacto**, se recubrieron losas de hormigón arenado de 300 x 300 x 40 mm (2 kg/m²) en la superficie arenada con 120 g de Sikafloor®-161 (primera capa de 2 componentes a base de resina epoxídica, de Sika) que se rellenó con 60 g adicionales de arena de cuarzo (tamaño de grano 0,1 a 0,4 mm) y se almacenaron en condiciones climáticas estándar durante 24 horas. La composición mixta se aplicó en un espesor de capa de 3 mm a las losas de hormigón imprimadas de este modo y se almacenaron durante 7 días en condiciones climáticas estándar. La resistencia al impacto de este revestimiento se determinó de acuerdo con el ISO 6272, con cargas de 6, 8, 10, 12, 14 y 16 Nm aplicadas cada una a la superficie cinco veces en diferentes lugares. El

resultado de la resistencia al impacto se expresó como la carga máxima en la que se ejecutaron al menos 4 de las 5 pruebas de caída sin daños visibles en el revestimiento.

La **apariencia** se evaluó en las losas de hormigón recubiertas producidas para la determinación de la resistencia al impacto. Una superficie se describió como «agradable» si era uniforme, transparente y brillante sin manchas ni cráteres.

Ejemplo	13	14	15	16
Comp. de resina:				
GY 250 Araldite®	56,08	54,01	50,60	47,16
Resina 862 Epikote®	14,03	13,51	12,65	11,79
DY-E Araldite®	11,36	10,94	10,26	9,55
Modificador DW 1765 BD	0,92	0,89	0,84	0,78
Desespumante	1,85	1,78	1,67	1,57
Comp. de agente de curado:				
1,3-BAC	12,76	12,07	11,50	10,30
NB-EDA	3,00	2,84	2,71	2,42
Alcohol bencílico	-	3,96	9,77	16,43
Viscosidad mixta (23 °C)	0,29 Pa·s	0,29 Pa·s	0,25 Pa·s	0,15 Pa·s
Shore D (después de 7 d)	78	74	72	37
(después de 14 d)	78	75	73	45
Resistencia a la tracción [MPa]	35,6	n.d.	34,8	n.d.
Elongación de ruptura [%]	1,50		3,40	
Emisión (después de 6 d)	2164	1933	n.d.	n.d.
[µg/m³] (después de 31 d)	459	598		
Resistencia al impacto [Nm]	6	n.d.	14	n.d.
Apariencia	agradable	n.d.	agradable	n.d.

Tabla 2: Composición y propiedades de los ejemplos **13** a **16**.

«n.d.» significa «no determinado»