(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) **EP 1 603 989 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
31.10.2007 Patentblatt 2007/44

(21) Anmeldenummer: **04718647.3**

(22) Anmeldetag: **09.03.2004**

(51) Int Cl.:
C09K 9/02 *(2006.01)*

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2004/002416

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2004/083338 (30.09.2004 Gazette 2004/40)

(54) **ZUSAMMENSETZUNG ZUR HERSTELLUNG EINES DUROPLASTEN MIT THERMOCHROMEN EIGENSCHAFTEN**

COMPOSITION FOR PRODUCING A THERMOSET MATERIAL PROVIDED WITH THERMOCHROMIC PROPERTIES

COMPOSITION DESTINE A LA PRODUCTION D'UN DUROPLASTE AUX PROPRIETES THERMOCHROMIQUES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IT LI LU MC NL PL PT RO SE SI SK TR

(30) Priorität: **20.03.2003 DE 10312464**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
14.12.2005 Patentblatt 2005/50

(73) Patentinhaber:
- **Stowe Woodward F & E GmbH**
  52353 Düren (DE)
- **Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V.**
  80686 München (DE)

(72) Erfinder:
- **SEEBOTH, Arno**
  12557 Berlin (DE)
- **LÖTZSCH, Detlef**
  10629 Berlin (DE)
- **KRIWANEK, Jörg**
  13156 Berlin (DE)
- **LUTZ, Andreas**
  52385 Nideggen (DE)

(74) Vertreter: **Popp, Eugen et al**
MEISSNER, BOLTE & PARTNER
Postfach 86 06 24
81633 München (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 677 564
EP-A- 1 084 860
EP-A- 1 179 435
EP-A- 1 211 299
WO-A-02/08821
US-A- 5 873 932

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 1 603 989 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Zusammensetzung zur Herstellung eines Duroplasten mit thermochromen Eigenschaften gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1 sowie die Verwendung einer solchen Zusammensetzung gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 13.

[0002] Duroplaste werden für eine Vielzahl von Anwendungen benötigt. Oftmals betreffen diese Anwendungen Bereiche, in denen temperaturkritische Verfahren durchgeführt werden und/oder in denen eine aktive Temperaturkontrolle notwendig ist. Solche Temperaturkontrollen werden bislang auf herkömmliche Weise, d.h. mit einem Thermometer, mit Thermoelementen od. dgl. Temperaturmeßverfahren und der zugehörigen Elektronik, also in aller Regel auf indirekte Weise sehr aufwendig, durchgeführt. Des weiteren wird durch bisher übliche Temperaturmeßverfahren in aller Regel nur eine lokale Temperaturmessung vorgenommen, die als repräsentativ für einen größeren Bereich angenommen wird; eine exakte Temperaturbestimmung über einen großflächigen Bereich ist mit diesen herkömmlichen Verfahren jedoch nicht möglich oder sehr aufwendig. Insbesondere eine optische Kontrolle scheidet unter der Verwendung vorgenannter Verfahren praktisch völlig aus, da eine solche, selbst bei Heranziehung sehr vieler Temperaturmeßsensoren eine sehr großflächige Anzeigeeinrichtung mit sehr vielen unübersichtlichen Temperaturangaben erfordern würde. Insbesondere in kritischen Bereichen würde eine solche, zwangsläufig unübersichtliche Anzeigetafel unvermeidlich zu Problemen führen.

[0003] Es besteht deshalb ein dringendes Bedürfnis an einer einfachen Temperaturüberwachungsvorrichtung, die insbesondere für die Temperaturüberwachung großflächiger Bereiche geeignet ist. Für eine solche Anwendung wurden deshalb thermochrome Zusammensetzungen und Laminate entwickelt, die bei bestimmten Temperaturen ihre optischen Eigenschaften ändern. In aller Regel verändern sich bisher bekannte Zusammensetzungen hierbei im Verlauf einer Temperaturerhöhung oder -erniedrigung von einer undurchsichtigen in eine durchsichtige Erscheinungsform. Exakte Aussagen zu einer jeweiligen Temperatur lassen sich damit nicht oder nur sehr grob machen.

[0004] Hierzu beschreibt die EP 1 211 299 A2 ein Laminatbauteil mit einer reversiblen thermochromen Eigenschaft, die darin besteht, einerseits lichtabschirmend und andererseits lichtdurchlässig zu wirken. Zu diesem Zweck wird dort ein thermochromer Stoff in ein transparentes Harz eingeschlossen, so daß das dortige Laminat je nach Temperatur entweder transparent oder lichtundurchlässig erscheint.

[0005] Ferner beschreiben die US 4,617,350 und die US 4,861,835 Polymerzusammensetzungen für die Anwendung in optischen und optoelektronischen Geräten, die auf einem Acrylsäure- oder Metacrylsäureesterbasispolymer beruhen, das mit einem Copolymer von Vinylidenfluorid und Hexafluoraceton versetzt ist. Diese dort offenbarten Harzzusammensetzungen weisen keine Farbwechseleigenschaften auf, sondern zeigen nur einen Opak-Transparent-Übergang.

[0006] Demgegenüber beschreibt die EP 0 677 564 eine thermochrome, opak-transparente Zusammensetzung, die eine Dispersion in einem Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymer-Matrixharz enthält und durch Mischen eines reversibel thermochromen Materials mit einer sterisch gehinderten Aminverbindung erhalten wird. Die farbgebenden Komponenten werden dort zunächst zu kleinen Teilchen verarbeitet und anschließend in der Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymermatrix in Form einer Dispersion verteilt. Auf diese Weise wird vermieden, daß reaktive Harzausgangskomponenten in erheblichem Umfang mit farbgebenden Komponenten reagieren, was bis dato immer zu einem erheblichen Verlust an Farbintensität und zu einem Verlust an Empfindlichkeit für einen Farbwechsel bei Temperaturänderungen geführt hat. Nachteilig bei dem dort offenbarten Verfahren ist jedoch die Tatsache, daß die kleinen Partikel zumindest oberflächlich von den reaktiven, das Harz bildenden Komponenten angegriffen werden, wobei in Abhängigkeit der Aushärt-Geschwindigkeit des Harzes ebenfalls oben genannte Nachteile auftreten. Darüber hinaus ist das dortige Verfahren nur für relativ wenige Farbstoffe anwendbar, da sich diese zu Feststoffen verarbeiten lassen müssen. Darüber hinaus dürfen die dortigen Farbstoffe nur eine geringe Reaktivität gegenüber den Harzausgangskomponenten aufweisen.

[0007] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Zusammensetzung zur Herstellung eines Duroplasten mit thermochromen Eigenschaften zur Verfügung zu stellen, mit der die oben genannten Nachteile vermieden werden, wobei die Variationsvielfalt der verwendbaren Farbstoff- und Harzsysteme gegenüber dem Stand der Technik erweitert ist.

[0008] Diese Aufgabe wird durch eine Zusammensetzung gemäß Patentanspruch 1 gelöst.

[0009] Insbesondere wird die Aufgabe durch eine Zusammensetzung zur Herstellung eines Duroplasten mit thermochromen Eigenschaften gelöst, die aus einer Mischung eines thermochromen Komposits und Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten besteht, wobei das thermochrome Komposit jeweils zumindest eine der folgenden Komponenten aufweist: Farbstoff, Entwickler, Schmelzmittel, grenzflächenaktiver Stoff und Polymer.

[0010] Ein wesentlicher Punkt der Erfindung liegt in der Verwendung eines grenzflächenaktiven Stoffs in Kombination mit einem Farbstoff-Entwickler-System und einem Schmelzmittel. Die thermochrome Komponente besteht hierbei in der Farbstoff-Entwickler-Kombination, einschließlich eines geeigneten Schmelzmittels, wobei die Komponenten jeweils spezifisch für einen bestimmten Farbwechsel bei einer bestimmten Temperatur kombiniert sind. Der grenzflächenaktive Stoff und/oder der grenzflächenaktive Stoff in Kombination mit dem Schmelzmittel ermöglichen in vorteilhafter Weise die Verwendung sehr zahlreicher Farbstoff-Entwickler-Systeme, da durch den grenzflächenaktiven Stoff oder einer

Kombination des grenzflächenaktiven Stoffs mit dem Schmelzmittel eine Abschirmung der funktionellen Gruppen der Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten gegenüber dem Farbstoff-Entwickler-System erfolgt. Die grenzflächenaktiven Komponenten und Schmelzmittel können auch auf einer hochmolekularen Struktur basieren. Somit ist es möglich, nahezu beliebige Farbstoff-Entwickler-Systeme zu verwenden, wobei auch die Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten keiner Limitierung unterliegen. Je nach verwendetem System ist es lediglich notwendig, insbesondere den grenzflächenaktiven Stoff und je nach Farbstoffsystem auch das Schmelzmittel den jeweiligen Erfordernissen anzupassen.

[0011] Erfindungsgemäß ist das thermochrome Komposit in der Mischung gegenüber den Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten im wesentlichen inertisiert.

[0012] Eine solche Inertisierung kann je nach Farbintensität des jeweiligen Farbstoffs durch eine Mikroverkapselung unter Inkaufnahme der damit einhergehenden Nachteile, wie beispielsweise einer Opakisierung der Kapsel stattfinden. Erfindungsgemäß ist es jedoch bevorzugt, daß die Inertisierung des thermochromen Komposits dadurch erhalten wird, daß das Komposit bzw. insbesondere der Farbstoff von einem Schutzschild umgeben ist, der aus einem grenzflächenaktiven Stoff und/oder einem Polymer und/oder einem Gemisch aus grenzflächenaktivem Stoff und Polymer besteht. Der Schutzschild ist vorzugsweise in Form einer Micelle aufgebaut. An dieser Stelle sei betont, daß das Polymer und der grenzflächenaktive Stoff, insbesondere Tensid, nicht zwingend als Gemisch im physikalischen Sinne vorliegen müssen, sondern auch chemisch miteinander verbunden sein können.

[0013] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung liegt der grenzflächenaktive Stoff im Gesamtsystem in einer Konzentration vor, die in einem polaren Lösungsmittel vorteilhafter Weise die kritische Micellkonzentration CMC erreicht hat oder überschreitet. Als Referenzlösungsmittel wird bevorzugt Wasser verwendet, jedoch bestehen in dieser Beziehung keinerlei Einschränkungen, wobei das verwendete Lösungsmittelsystem jederzeit beliebig auf die Komponenten des thermochromen Komposits sowie auf die Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten angepaßt werden kann. Selbiges gilt für den zu verwendenden pH-Wert sowie die Reaktionstemperatur, die dem jeweiligen Stoffsystem angepaßt jeweils so gewählt werden, daß eine Micellbildung stattfinden kann. Innerhalb der Micellen werden erfindungsgemäß in vorteilhafter Weise zumindest das Farbstoff-Entwickler-System gegenüber den reaktiven Gruppen der Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten abgeschirmt, so daß eine Zerstörung bzw. Denaturierung der farbgebenden Substanzen vermieden wird.

[0014] Das Schmelzmittel dient einerseits einer besseren Durchmischbarkeit des thermochromen Komposits mit den Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten als auch seinerseits einer Abschirmung des Farbstoff-Entwickler-Systems gegenüber den harzbildenden Komponenten. Des weiteren initiiert es temperaturgesteuert die Änderung des Aggregatzustandes des Komplexes. Die Struktur des Schmelzmittels gewährleistet eine ausgewogene Hydrophobie-Hydrophilie-Ballance. Hierzu sind die funktionellen Gruppen in enger Nachbarbarschaft mit einem endständigen hydrophoben Strukturteil angeordnet. Als polymere Komponenten werden hier im weitgefassten Sinn auch Vorkondensate oder Monomere einbezogen. Alle Ausgangskomponente zur Erzeugung der Duroplaste können mehr als eine aktive funktionelle Gruppe besitzen. Erfindungsgemäß sind die Komponenten der Zusammensetzung aus einer oder mehrerer der gemäß nachfolgender Tabelle 1 genannten Substanzen ausgewählt:

Tabelle 1

Farbstoff	Phtalide, Fluorone, Spiropyrane
Entwickler	Phenole, organische Säuren und deren Derivate
Schmelzmittel	Paraffine, gesättigte und ungesättigte Alkohole, Säuren, Ester, Amide, Amine
grenzflächenaktiver Stoff	Ionische und nichtionische Tenside, Dioctylsulfosuccinat, C-12 Sulfobetain, C-16 Aminoxid, Na-Dodecylsulfat, Cetyltrimethylammoniumbromid
Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten	Polyester, Formaldehydharze, Epoxidharze, Polyurethane, Hydroxycarbonsäuren, Dialkohole, Diepoxide, Diisocyanate, Diamine, Vinylmonomere, Dienaddukte der Maleinsäure, Phthalsäurederivate
Polymer	PVA, Polyacrylsäure, Polyether, Polyester, Styren, Polyacrylamid, Polyethylen, Polypropylen, Maleinsäureanhydrid-Copolymere, Melamine

[0015] Die erfindungsgemäß bevorzugten Konzentrationen der Komponenten der Zusammensetzung sind nachfol-

gender Tabelle 2 zu entnehmen:

Tabelle 2

Komponente	Gew.-%	bevorzugt Gew.-%	besonders bevorzugt Gew.-%
Farbstoff	0,005-0,8	0,01-0,5	0,1-0,25
Entwickler	0,005-1,6	0,01-1,0	0,1-0,5
Schmelzmittel	0,5-6,5	0,1-6,0	1,0-3,0
grenzflächenaktiver Stoff	0,008-2,3	0,01-2,0	0,2-0,6
Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten	87,5-99,9	90,0-99,5	95,0-98,5
Polymer	0,05-7,3	0,11-6,1	0,5-3,0

[0016] In vorteilhafter Weise ermöglicht das erfindungsgemäße thermochrome Komposit die Herstellung eines Duroplasten, der in Abhängigkeit der Temperatur zumindest einen klar definierten Farbwechsel zeigt. Der Farbwechsel entspricht hierbei einem definierten Farbübergang von einer ersten Farbe in eine zweite Farbe, wobei ein Farbübergang in Form von Mischfarben der ersten und der zweiten Farbe nicht oder allenfalls sehr untergeordnet stattfindet. Somit ist beispielsweise ein Farbumschlag von Blau als erster Farbe nach Rot als zweiter Farbe ohne violette Zwischentöne möglich. Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann dementsprechend in vorteilhafter Weise zur Erzeugung von Duroplasten verwendet werden, die bei einer bestimmten Sprungtemperatur einen klar definierten Farbwechsel zeigen und somit beispielsweise als Indikatoren für kritische Temperaturen verwendet werden können, ohne daß eine Interpretation eines Farbübergangs, die oft subjektiven Einflüssen unterliegt, vorgenommen werden muß.

[0017] Erfindungsgemäß kann das thermochrome Komposit mehrere Farbstoff-Entwickler-Systeme enthalten, die jeweils für wenigstens einen klar definierten Farbwechsel stehen, so daß ein großer Temperaturbereich mit mehreren Sprungtemperaturen abgedeckt werden kann.

[0018] Erfindungsgemäß ist es vorgesehen, daß bevorzugte Farbstoff-Entwickler-Systeme neben zumindest einem klar definiertem Farbwechsel zumindest einen weiteren optisch darstellbaren Übergang ins Transparente vollziehen können. Auf diese Weise ist, je nach Farbstoff-Entwickler-System, gewährleistet, daß in Abhängigkeit der jeweiligen Temperatur für den Betrachter jeweils nur ein Farbstoff-Entwickler-System optisch aktiv in Erscheinung tritt, so daß Mischfarben durch eine Interferenz verschiedener Farbstoff-Entwickler-Systeme vermieden werden.

[0019] Gemäß einer weiteren Ausführungsform der Erfindung ermöglicht die Verwendung des thermochromen Komposits in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung weiterhin die Herstellung eines Duroplasten, bei dem in Abhängigkeit der Temperatur ein, insbesondere reversibler, scharfer Farbwechsel innerhalb eines klar definierten Temperaturintervalls stattfindet. Erfindungsgemäß liegt das Temperaturintervall, d.h. der Temperaturbereich, innerhalb dessen der Farbwechsel vollendet ist, in einem Bereich von 15 K, bevorzugt innerhalb eines Temperaturintervalls von 8 K und besonders bevorzugt innerhalb eines Temperaturintervalls von 2 K.

[0020] In vorteilhafter Weise ist es somit möglich, spezifisch auf eine notwendige Empfindlichkeit hinsichtlich einer Temperaturüberwachung einzugehen, wobei bei thermisch unproblematischen Systemen beispielsweise ein hohes Farbwechseltemperaturintervall von 15 K oder höher gewählt werden kann, während thermisch empfindliche Systeme mit einem kleinen Farbwechseltemperaturintervall von 2 K oder gegebenenfalls auch kleiner ausgestattet werden.

[0021] Gemäß einer weiteren Ausführungsform der Erfindung ermöglicht das thermochrome Komposit der erfindungsgemäßen Zusammensetzung die Herstellung eines Duroplasten, der mehrere Farbwechselschaltpunkte aufweist. Dies kann zum einen dadurch realisiert sein, daß ein Farbstoff-Entwickler-System mehrere Farbwechsel vollziehen kann. Gemäß einer Alternative werden Mehrfach-Farbwechsel-Schaltpunkte dadurch erreicht, daß das thermochrome Komposit mehrere Farbstoff-Entwickler-Systeme aufweist, die jeweils bei unterschiedlichen Temperaturen aktiv sind. Es kann ebenso möglich sein, daß zwei oder mehr Farbstoffe jeweils mit einem oder auch mehr Entwickler(n) bei unterschiedlichen Temperaturen eine Aktivität hinsichtlich der Ausbildung unterschiedlicher Farben zeigen.

[0022] In vorteilhafter Weise ist mit der erfindungsgemäßen Zusammensetzung ein im wesentlichen isotroper Duroplast erzeugbar, der in alle Raumesrichtungen dieselben Farbeigenschaften aufweist. Somit ist bei der Verarbeitung des Duroplasten die Orientierung des Duroplasten unerheblich, wodurch eine Verarbeitung des Duroplasten zu einem Produkt wie beispielsweise einem Formteil erheblich vereinfacht ist.

[0023] Gemäß einer Ausführungsform der Erfindung verläuft zumindest ein Farbwechsel irreversibel. In vorteilhafter Weise ist es erfindungsgemäß möglich, einen solchen irreversiblen Farbwechsel beispielsweise zur Qualitätssicherung oder für eine sonstige, insbesondere kritische Temperaturkontrolle einzusetzen.

[0024] Wie bereits oben erwähnt, können gemäß einer weiteren Ausführungsform der Erfindung zumindest zwei der

Komponenten des thermochromen Komposits funktionell innerhalb einer supramolekularen Molekülstruktur vorliegen. Hierfür eigenen sich insbesondere das Schmelzmittel und der grenzflächenaktive Stoff, wobei auch eine chemische Verbindung von Farbstoff und/oder Entwickler und/oder Schmelzmittel und/oder grenzflächenaktivem Stoff innerhalb einer Struktur, hier jedoch an unterschiedlichen Bindungspunkten von der Erfindung umfaßt ist.

[0025] Darüber hinaus wird die Aufgabe der Erfindung durch eine Verwendung einer vorgenannten Zusammensetzung zur Herstellung von Gehäusen, insbesondere von Lagern oder Pumpen, Schabern, Abdeckungen, insbesondere für Maschinen, Monitoring- und Anzeigevorrichtungen sowie für eine sichtbare Temperaturüberwachung, insbesondere in der Klebetechnik und der Qualitätssicherung gelöst.

[0026] Weitere Ausführungsformen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

[0027] Nachfolgend wird die Erfindung anhand von einem Ausführungsbeispiel näher beschrieben.

Ausführungsbeispiel:

[0028] Zu 250 ml destilliertem Wasser werden 0.35 g Sulfobetain mit einer Kettenlänge von 12 Kohlenstoffatomen und 0.25 g Polyacrylsäure gegeben. Das Gemisch wird auf 85°C erwärmt und mit 750 U/min gerührt. Anschließend erfolgt die Zugabe von 2.5 g des Farbstoff-Komplexes. Dieser besteht aus Bisphenol A, Kristallviolettlakton und 1-Octadecanol im Gew.-Verhältnis von 2 : 1 : 15. Das Gemisch wird weitere 2.5 Std. bei 85°C gerührt. Eine stabile Emulsion bildet sich aus. Hierzu werden 30 g einer wässerigen 7.5 %igen Lösung von Methylolmelamin über einen Zeitraum von 5 min zugesetzt. Die Mischung wird nochmals für 3 Std. gerührt. Das gebildete thermochrome Komposit (TK) läßt sich in einfacher Weise filtrieren und trocknen. Das TK wird unter Rühren direkt in eine Harz-Härter-Mischung (Gew.-Verhältnis 10 : 4) dotiert, wobei sich 4.5 Gew.-% TK in der Mischung befinden. Der fertige Duroplast bzw. das fertige Duromer besitzt stabile thermochrome Eigenschaften. Es schaltet bei 60°C reversibel zwischen blau und farblos um.

[0029] An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, daß alle oben beschriebenen Details für sich alleine und in jeder Kombination als erfindungswesentlich beansprucht werden. Abänderungen hiervon sind dem Fachmann geläufig.

Patentansprüche

1. Zusammensetzung zur Herstellung eines Duroplasten mit thermochromen Eigenschaften, bestehend aus einer Mischung eines thermochromen Komposits, das jeweils zumindest eine der folgenden Komponenten

   - Farbstoff,
   - Entwickler,
   - Schmelzmittel,
   - grenzflächenaktiver Stoff,
   - Polymer

   aufweist, und Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten, wobei das thermochrome Komposit in der Mischung gegenüber den Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten im wesentlichen inertisiert ist, und wobei das Komposit zur Inertisierung von einem Schutzschild umgeben ist, der aus einem grenzflächenaktiven Stoff und/oder einem Polymer und/oder einem Gemisch aus grenzflächenaktiven Stoff und Polymer, insbesondere einer Micelle, besteht.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1,
   dadurch gekennzeichnet, dass
   der grenzflächenaktive Stoff in der Mischung in einer Konzentration vorliegt, welche die kritische Micellkonzentration erreicht oder überschreitet.

3. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
   dadurch gekennzeichnet, dass
   die Komponenten der Zusammensetzung aus einer oder mehrerer der gemäß nachfolgender Tabelle genannten Substanzen ausgewählt sind:

Farbstoff	Phtalide, Fluorone, Spiropyrane
Entwickler	Phenole, organische Säuren und deren Derivate

(fortgesetzt)

Schmelzmittel	Paraffine, gesättigte und ungesättigte Alkohole, Säuren, Ester, Amide, Amine
grenzflächenaktiver Stoff	Ionische und nichtionische Tenside, Dioctylsulfosuccinat, C-12 Sulfobetain, C-16 Aminoxid, Na-Dodecylsulfat, Cetyltrimethylammoniumbromid
Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten	Polyester, Formaldehydharze, Epoxidharze, Polyurethane, Hydroxycarbonsäuren, Dialkohole, Diepoxide, Diisocyanate, Diamine, Vinylmonomere, Dienaddukte der Maleinsäure, Phthalsäurederivate
Polymer	PVA, Polyacrylsäure, Polyether, Polyester, Styren, Polyacrylamid, Polyethylen, Polypropylen, Maleinsäureanhydrid-Copolymere, Melamine

4. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Komponenten der Zusammensetzung in einer Konzentration gemäß nachfolgender Tabelle vorliegen:

Komponente	Gew.-%	bevorzugt Gew.-%	besonders bevorzugt Gew.-%
Farbstoff	0,005-0,8	0,01-0,5	0,1-0,25
Entwickler	0,005-1,6	0,01-1,0	0,1-0,5
Schmelzmittel	0,5-6,5	0,1-6,0	1,0-3,0
grenzflächenaktiver Stoff	0,008-2,3	0,01-2,0	0,2-0,6
Ausgangskomponenten zur Erzeugung des Duroplasten	87,5-99,9	90,0-99,5	95,0-98,5
Polymer	0,05-7,3	0,11-6,1	0,5-3,0

5. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
das thermochrome Komposit die Herstellung eines Duroplasten ermöglicht, der in Abhängigkeit der Temperatur zumindest einen klar definierten Farbwechsel zeigt.

6. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
das thermochrome Komposit die Herstellung eines Duroplasten ermöglicht, bei dem in Abhängigkeit der Temperatur ein, insbesondere reversibler, scharfer Farbwechsel, insbesondere innerhalb eines Temperaturintervalls von 15 K, bevorzugt innerhalb eines Temperaturintervalls von 8 K und besonders bevorzugt innerhalb eines Temperaturintervalls von 2 K, stattfindet.

7. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
das thermochrome Komposit die Herstellung eines Duroplasten ermöglicht, der Mehrfach-Farbwechsel-Schaltpunkte aufweist.

8. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
ein isotroper Duroplast erzeugbar ist.

9. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
zumindest ein Farbwechsel irreversibel ist.

10. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
zumindest zwei der Komponenten des thermochromen Komposits funktionell innerhalb einer supramolekularen Molekülstruktur vorliegen.

11. Verwendung einer Zusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10 zur Herstellung von Gehäusen, insbesondere von Lagern oder Pumpen, Schabern, Abdeckungen, insbesondere für Maschinen, Monitoring- und Anzeigevorrichtungen sowie für eine sichtbare Temperaturüberwachung, insbesondere in der Klebetechnik und der Qualitätssicherung.

Claims

1. Composition for the preparation of a thermoset having thermochromic properties, consisting of a mixture of a thermochromic composite, which has at least one of each of the following components:

- colorant,
- developer,
- flux,
- surface-active substance,
- polymer,

and starting components for the production of the thermoset, the thermochromic composite having been rendered substantially inert in the mixture with respect to the starting components for the production of the thermoset, and for inertisation the composite being surrounded by a protective shield which consists of a surface-active substance and/or a polymer and/or a mixture of surface-active substance and polymer, especially a micelle.

2. Composition according to claim 1,
characterised in that
the surface-active substance is present in the mixture in a concentration which reaches or exceeds the critical micelle concentration.

3. Composition according to either one of the preceding claims,
characterised in that
the components of the composition are selected from one or more of the substances mentioned in the table below:

Colorant	phthalides, fluorones, spiropyrans
Developer	phenols, organic acids and derivatives thereof
Flux	paraffins, saturated and unsaturated alcohols, acids, esters, amides, amines
Surface-active substance	ionic and non-ionic surfactants, dioctyl sulfosuccinate, C-12 sulfobetaine, C-16 amine oxide, Na dodecyl sulfate, cetyltrimethylammonium bromide
Starting components for the production of the thermoset	polyesters, formaldehyde resins, epoxy resins, polyurethanes, hydroxycarboxylic acids, dialcohols, diepoxides, diisocyanates, diamines, vinyl monomers, diene adducts of maleic acid, phthalic acid derivatives
Polymer	PVA, polyacrylic acid, polyether, polyester, styrene, polyacrylamide, polyethylene, polypropylene, maleic anhydride copolymers, melamine

4. Composition according to any one of the preceding claims,
characterised in that
the components of the composition are present in a concentration in accordance with the table below:

Component	% by weight	preferred % by weight	especially preferred % by weight
Colorant	0.005-0.8	0.01-0.5	0.1-0.25
Developer	0.005-1.6	0.01-1.0	0.1-0.5
Flux	0.5-6.5	0.1-6.0	1.0-3.0
Surface-active substance	0.008-2.3	0.01-2.0	0.2-0.6
Starting components for the production of the thermoset	87.5-99.9	90.0-99.5	95.0-98.5
Polymer	0.05-7.3	0.11-6.1	0.5-3.0

5. Composition according to any one of the preceding claims,
characterised in that
the thermochromic composite enables a thermoset to be prepared which exhibits at least one clearly defined colour change in dependence upon the temperature.

6. Composition according to any one of the preceding claims,
characterised in that
the thermochromic composite enables a thermoset to be prepared in which, in dependence upon the temperature, a marked colour change, especially a reversible colour change, takes place especially within a temperature range of 15 K, preferably within a temperature range of 8 K and more especially within a temperature range of 2 K.

7. Composition according to any one of the preceding claims,
characterised in that
the thermochromic composite enables a thermoset to be prepared which has multiple colour change transition points.

8. Composition according to any one of the preceding claims,
characterised in that
an isotropic thermoset can be produced.

9. Composition according to any one of the preceding claims,
characterised in that
at least one colour change is irreversible.

10. Composition according to any one of the preceding claims,
characterised in that
at least two of the components of the thermochromic composite are present functionally within a supramolecular molecule structure.

11. Use of a composition according to any one of claims 1 to 10 in the production of housings, especially of bearings or pumps, scrapers, covers, especially for machines, monitoring and display devices and for visible temperature monitoring, especially in adhesives technology and quality assurance.

Revendications

1. Composition pour la préparation d'une résine thermodurcissable avec des propriétés thermochromes, constituée d'un mélange d'un composite thermochrome qui comporte respectivement au moins un des composants suivants :

- un colorant,
- un révélateur,
- un fondant,
- une substance tensioactive,
- un polymère,

et des composants de départ pour la préparation de résines thermodurcissables, sachant que le composite thermochrome dans le mélange est sensiblement inertisé par rapport aux composants de départ pour la production de la résine thermodurcissable et sachant que le composite est entouré pour l'inertisation d'un bouclier protecteur qui consiste en une substance tensioactive et/ou en un polymère et/ou en un mélange de la substance tensioactive et du polymère, en particulier consiste en une micelle.

2. Composition selon la revendication 1,
caractérisée en ce que
la substance tensioactive est présente dans le mélange en une concentration qui atteint ou dépasse la concentration micellaire critique.

3. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisée en ce que
les composants de la composition sont choisis parmi une ou plusieurs des substances citées conformément au tableau ci-après :

Colorant	Phtalides, fluorones, spiropyranes
Révélateur	Phénols, acides organiques et leurs dérivés
Fondant	Paraffines, alcools, acides, esters, amides, amines, saturés et insaturés
Substance tensioactive	Tensioactifs ioniques et non ioniques, dioctylsulfosuccinate, sulfobétaïne C-12, oxyde d'amine C-16, dodécylsulfate de sodium, bromure de cétyltriméthylammonium
Composants de départ pour la production de la résine thermodurcissable	Polyesters, résines de formaldéhyde, résines époxydes, polyuréthannes, acides hydroxycarboxyliques, dialcools, diépoxydes, diisocyanates, diamines, monomères de vinyle, produits d'addition diéniques de l'acide maléique, dérivés des acides phtaliques
Polymère	PVA, acide polyacrylique, polyéthers, polyesters, styrène, polyacrylamide, polyéthylène, polypropylène, copolymères de l'anhydride maléique, mélamines

4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisée en ce que
les composants de la composition sont présent dans des concentrations conformément au tableau suivant :

Composant	% en poids	% en poids de préférence	% en poids de façon particulièrement préférée
colorant	0,005 à 0,8	0,01 à 0,5	0,1 à 0,25
Révélateur	0,005 à 1,6	0,01 à 1,0	0,1 à 0,5
Fondant	0,5 à 6,5	0,1 à 6,0	1,0 à 3,0
Substance tensioactive	0,008 à 2,3	0,01 à 2,0	0,2 à 0,6
Composés de départ pour la production de la résine thermodurcissable	87,5 à 99,9	90,0 à 99,5	95,0 à 98,5
Polymère	0,05 à 7,3	0,11 à 6,1	0,5 à 3,0

5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,

caractérisée en ce que
le composite thermochrome permet la préparation d'une résine thermodurcissable qui présente au moins un changement de couleur clairement défini en fonction de la température.

6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisée en ce que
le composite thermochrome permet la préparation d'une résine thermodurcissable pour laquelle a lieu en fonction de la température un changement de couleur net, en particulier réversible, en particulier à l'intérieur d'un intervalle de température de 15 K, de préférence à l'intérieur d'un intervalle de température de 8 K, et de façon particulièrement préférée à l'intérieur d'un intervalle de température de 2 K.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisée en ce que
le composite thermochrome permet la préparation d'une résine thermodurcissable qui présente de multiples points de changement de couleur.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisée en ce que
une résine thermodurcissable isotrope peut être produite.

9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisée en ce que
un changement de couleur au moins est irréversible.

10. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,
caractérisée en ce que
deux au moins des composants du composite thermochrome sont présents fonctionnellement à l'intérieur d'une structure de molécule supramoléculaire.

11. Utilisation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 à la fabrication de carters, en particulier de paliers ou de pompes, de racloirs, de recouvrements, en particulier pour des machines, de dispositifs de contrôle et d'affichage, ainsi que pour une surveillance visible de la température, en particulier dans la technique de collage et dans l'assurance qualité.

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 1211299 A2 **[0004]**
- US 4617350 A **[0005]**
- US 4861835 A **[0005]**
- EP 0677564 A **[0006]**