

21 DIC



PATENTE DE INVENCIÓN

Le A 10 452-Sp.

348484

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de
lacas al fuego acuosas"

=====

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana,
residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

=====

Ya es conocido el aumentar el índice de acidez de las resinas alquídicas, que contienen grupos hidroxilo, modificadas con un ácido graso, cuyas sales amínicas, debido a un índice de acidez demasiado bajo de la resina alquídica, no se pueden emplear para la preparación de

5.



- 2 -

21 DIC 1967

- materias primas para lacas solubles en agua y que, por lo tanto, se pueden denominar brevemente resinas alquídicas insolubles en agua, mediante reacción con anhídrido ftálico o bién anhídrido maleico, bajo formación de un semi-éster, de manera que se obtengan sales amínicas solubles en agua. De esta manera se obtienen, en caso dado solo al emplear simultáneamente disolventes orgánicos miscibles con agua, materias primas para lacas solubles en agua que por si solas o en combinación con resinas fenólicas o aminoplastos se pueden endurecer mediante calor.
- 5.
- 10.

Tales sistemas de aglutinantes acuosos que contienen pigmentos y/o sustancias de relleno se emplean preferentemente como imprimaciones de secado al fuego y rellenos, mientras que las lacas de cobertura, en la mayoría de los casos, se componen aún de sistemas no acuosos tradicionales, ya que la preparación de lacas con buen brillo proporcionan dificultades, especialmente si tienen una pigmentación más elevada.

156

20. Sorprendentemente se ha descubierto ahora que se obtienen materias primas de lacas solubles en agua, que suministran unos barnices de laca de brillantez especialmente alta si se emplean aquellas resinas alquídicas insolubles en agua, modificadas con un ácido graso, y que contienen grupos hidroxilo, cuyo índice de acidez asciende como máximo a 8 y en las cuales la proporción molecular de los polioles introducidos por condensación con relación a los ácidos dicarboxílicos introducidos por condensación asciende entre 1:1 y 1,3:1 aproximadamente, que además sean semiésteres del ácido tetrahidrof
- 25.
- 30.



5. tállico o de sus homólogos, cuyo índice de acidez total se encuentre entre 40 y 60 aproximadamente, y en las que la diferencia entre el índice de acidez total y el índice de acidez del semiester es de 6 y en las que el grado de neutralización de los semiesteres es inferior al 95%, preferentemente un 80% o menos aproximadamente.

10. La proporción indicada entre poliol-ácido dicarboxílico en la resina alquídica es usual, pero crítica para las lacas de elevada brillantez. Con un exceso superior en polioles o índices de acidez más elevados de las resinas alquídicas, por lo pronto insolubles en agua, dan las resinas que se obtienen después de la reacción con anhídrido tetrahidrotállico unos barnizados mates.

15. Por otra parte, el efecto del ácido tetrahidrotállico o de sus homólogos es específico, pues no sólo los conocidos productos de reacción con anhídrido ftállico y anhídrido maleico conocidos, sino también los semiesteres por ejemplo del ácido hexahidrotállico, del ácido trimelítico y del ácido succínico suministran lacas mate hasta moderadamente brillantes.

20. Para la formación del semiester son adecuados, además del mismo ácido tetrahidrotállico, también, por ejemplo, el ácido 4-metiltetrahidrotállico, el ácido 3-metil- Δ -4-tetrahidrotállico, el ácido 4-metil- Δ -4-tetrahidrotállico, el ácido 3,6-dimetil- Δ -4-tetrahidrotállico, el ácido 3-etil- Δ -4-tetrahidrotállico y el ácido endometilentetrahidrotállico, o bien sus anhídridos.

25. Las resinas alquídicas solubles en agua, que se obtienen mediante esterificación simultánea en una sola etapa de los mismo componentes de resina alquídica hasta
- 30.



5. lograr índices de acidez necesarios para que sean solubles en agua, por ejemplo. 40 -80, son de molecularidad relativamente baja, lo que repercute desfavorablemente sobre la resistencia al agua y las demás propiedades de la película de los barnices de lacá obtenidos con ellas.

10. Por el contrario, las lacas según la presente invención se basan en resinas alquílicas de condensación completa, es decir, de molecularidad mas elevada con índice de acidez bajo. Por esta razón son excelentemente adecuadas para la fabricación de lacas pigmentadas, duraderas, de elevada brillantez, muy buena resistencia al agua, adherencia y elasticidad.

15. Las resinas alquílicas, que contienen ácidos grasos, se obtienen en forma en sí conocida, a partir de polioles y ácidos dicarboxílicos, o bien de sus anhídridos, bajo empleo simultáneo de aceites secantes, semi-secantes o no secantes, tales como aceite de coco, de ricino, de ricineno, de soja o de linaza, o bién mezclas de tales aceites, o bién sus productos de reesterificación con polioles. En lugar de los aceites o sus productos de reacción se pueden emplear también los ácidos grasos de aceites naturales o ácidos grasos sintéticos, o de ácidos grasos obtenidos de ácidos grasos naturales mediante hidrogenación, deshidratación o dimerización, tal como por ejemplo

20. ácido de la grasa de soja, el ácido del aceite de linaza, el ácido de la grasa de coco, el ácido del aceite de ricino, el ácido ricinólico hidrogenado, ácido

25.

30.



21
ricinénico, los ácidos de primeras grasas sintéticas y naturales, y los ácidos grasos que se obtienen de hidrocarburos parafínicos.

5. Se pueden emplear simultáneamente otros ácidos monocarboxílicos, tales como el ácido benzoico, el ácido terc.-butilbenzoico y los ácidos resínicos.

10. Como polioles se deben emplear alcoholes por lo menos trivalentes, por ejemplo glicerina y trimetilolpropano. Para la obtención de resinas solubles en agua son especialmente adecuados los alcoholes tetra y polivalentes, tales como pentaeritrita, dipentaeritrita y sorbita o bien sus mezclas con los polioles antes mencionados, ya que los elevados índices de alcalinidad de las resinas alquídicas favorecen la solubilidad en agua. Asimismo se pueden emplear simultáneamente alcoholes bivalentes, tales como etilenglicol, dietilenglicol, butanodiolos o neopentilglicol.

15. Ácidos dicarboxílicos adecuados son por ejemplo el ácido adípico, e isoftálico, así como el anhídrido ftálico que es el que más se emplea.

20. La obtención de las resinas alquídicas se logran, en forma conocida, mediante poliesterificación a temperaturas más elevadas. Al emplear simultáneamente ácido ricinólico puede ser ventajoso efectuar la poliesterificación a temperaturas bajas, si se ha de mantener el grupo hidroxilo del ácido ricinólico, lo que repercute favorablemente sobre la solubilidad en agua. Se recomiendan temperaturas de esterificación muy elevadas cuando, durante la poliesterificación, simultáneamente se haya de deshidratar el ácido ricinólico.

25.
30.



- Además de los límites a mantener, de acuerdo con la presente invención, una proporción molecular entre poliol y ácido dicarboxílico entre 1:1 y 1,3:1 e índice de acidez inferiores a 8 es, como se sabe,
5. de importancia para la reacción descrita a continuación con anhídrido tetrahidroftálico, un índice de alcalinidad suficiente de la resina alquídica. Para apoyar la solubilidad en agua deberán disponerse, después de la reacción con anhídrido tetrahidroftálico al semiéster,
10. aún de grupos hidroxilo libres. Frecuentemente es ya suficiente un índice de alcalinidad de 60 -100, pero también son posibles índices de alcalinidad más elevados, por ejemplo, 100 - 200.

- La reacción de las resinas alquídicas con anhídrido tetrahidroftálico se efectúa preferentemente
15. bajo tales condiciones de reacción de manera que se presente una formación de semiéster lo más completa posible.

- Para el control de la formación de semiéster se efectúan dos determinaciones del índice de acidez,
20. según dos métodos distintos. El índice de acidez total en presencia de piridina abarca todos los grupos ácido libres y de cada anhídrido ambos radicales carboxilo, valorándose bajo ausencia de alcoholes. El índice de acidez semiéster abarca todos los grupos ácido libres y de cada anhídrido solo un radical carboxilo, valorándose en presencia de alcoholes. La diferencia entre ambas valoraciones dá, después del calculo,
25. el contenido restante en anhídrido libre. Como el anhídrido libre actúa como reductor del brillo se deberá continuar la reacción de la resina alquídica con los anhídridos hasta que la diferencia entre ambas determinaciones del índice de acidez sea inferior a 6.
- 30.



Condiciones de reacción adecuadas son temperaturas de reacción aproximadamente entre 100 y 160°C. Una amplia formación de semiéster se presenta por ejemplo a 140°C en el plazo de 30 minutos. Con temperaturas de reacción más elevadas y tiempos de reacción más

5. largos se pueden perder grupos carboxilo por esterificación. Las proporciones cuantitativas se seleccionan convenientemente de manera que, terminada la formación de semiéster, se obtenga una resina alquídica con un
10. índice de acidez entre 40 y 60, aproximadamente. Índices de acidez inferiores influyen la solubilidad en agua. Índices de acidez superiores influyen la resistencia a los agentes climatológicos.

15. Preferentemente se componen las resinas alquídicas de manera que contengan justamente tantos grupos hidrófilos, es decir la suma de los radicales hidroxilo y carbonilo, como sean necesarios al emplear simultáneamente los disolventes orgánicos mencionados para la obtención de lacas acuosas de gran solubilidad,
20. con lo cual se crean lacas muy especialmente resistentes.

24. Terminada la reacción se mezclan las resinas alquídicas convenientemente con disolventes orgánicos, que son total o parcialmente miscibles con agua. Tales disolventes orgánicos son especialmente los alcoholes etéricos, tales como el etilenglicolmonometil, -etil, -butiléter, pero también los alcoholes, ésteres, cetonas, cetoalcoholes o ésteres. Estos ayudan en forma favorable a la solubilidad en agua y actúan como reductores de la viscosidad.
- 30.



La transformación de las resinas alquídicas en sus sales solubles en agua se efectúa en forma en sí conocida mediante adición de aminas. La cantidad de amina debe dimensionarse de manera que el grado de neutrali-

5. zación sea inferior al 95%, preferentemente un 80% o menos. Esto es el caso cuando una diluición con agua conteniendo 30% de resina alquídica, y en caso dado disolventes orgánicos, no sobrepasa un valor pH de 8, medido con papel indicador, especialmente entre 6,8 y 7,5
10. Mientras que se deben evitar valores pH inferiores por razones de la estabilidad de la laca, produciendo los valores pH más elevados una destacada disminución del brillo.

- Aminas adecuadas son por ejemplo las alquilaminas primarias, secundarias y terciarias, tal como metilamina, dietilamina, trietilamina, y los aminoalcoholes, tal como etanolamina, dietanolamina, trietanolamina, N-metiletanolamina, N,N-dimetiletanolamina, 3-amino propanol, y sus éteres, tal como 3-metoxipropilamina,
- 15.
20. pero también la morfolina. Como el amoniaco y las mono- y dialquilaminas, fácilmente volátiles, pueden influenciar la duración de las soluciones acuosas en presencia de los aminoplastos y las aminas de difícil volatilización, tales como trietanolamina, pueden conducir a amarilleamientos de las lacas, se han acreditado como representantes especiales adecuados de esta serie la trietilamina., la dietanolamina y la dimetiletanolamina.
- 25.

- Las soluciones de sal de resina alquídica se pueden preparar en cualquier concentración deseada y seguir diluyendo con agua según necesidad.
- 30.



Usualmente se mezclan, para la obtención de lacas acu^o sas, soluciones de sal de resina alquídica que contienen poca agua, lo más concentradas posible, con pigmentos en molinos de cilindros o de bolas. Se obtienen así

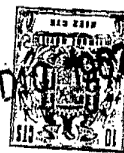
5. unas pastas de las cuales se pueden obtener las lacas desecadas mediante adición de agua y ulterior solución de sal de resina alquídica, en caso dado bajo adición de aminoplastos, asimismo solubles en agua, secantes y desespumantes.

10. Las lacas se pueden aplicar sobre los objetos a recubrir según los procedimientos usuales, bien sea por rociado, inmersión, riego, pintado o también electroforéticamente. Para desarrollar totalmente el efecto de brillo es ventajoso almacenar las lacas antes de su aplicación durante unas 48 hasta 72 horas.

15. El endurecimiento de los revestimientos se efectúa a temperaturas algo por encima de los 100°C, dependiendo la duración del tratamiento necesario de la temperatura de tratamiento térmico seleccionada. Con los materiales de laca según la presente invención se obtienen unos barnizados de laca que se adhieren bien sobre el metal, que son solidos al agua y que se destacan por un elevado brillo. Las partes indicadas en los ejemplos siguientes son, siempre que no se indique otra cosa, partes en peso.

25. EJEMPLO 1

30. 136,0 partes de pentaeritrita, 126,2 partes de ácido de primeras grasas naturales y 134,5 partes de anhídrido ftálico se esterifican bajo agitación en una atmósfera de nitrógeno a 220°C hasta un índice de



acidez de 6 y una viscosidad de aproximadamente 260 segundos (medido en xileno al 40% según DIN 53211).

- Esta resina alquídica, totalmente insoluble en agua después de agregar aminas, que contiene el polioliol y el ácido dicarboxílico en una proporción molecular de 1,1:1, se hace reaccionar entonces al semiéster con 35,9 partes de anhídrido tetrahidroftálico en 30 minutos a 140°C. La resina así obtenida, con un índice de acidez total de 40, y una diferencia entre el índice de acidez total y el índice de acidez del semiéster de 2, se disuelve en etilenglicolmonobutiléter al 63,5%, se mezcla después a temperatura ambiente con dimetil-etanolamina en tales cantidades y con agua destilada se diluye a un contenido en resina alquídica del 55%, de manera que una ulterior dilución de esta solución con agua a un contenido en resina alquídica del 30% tenga un valor pH de 6,8- 7,0 (medido con papel indicador especial de Merck, zona pH 6,4 - 8,0), lo que corresponde a un grado de neutralización del 90%. La viscosidad de esta solución al 30% es de unos 130 segundos.
- Una laca de 45,5 partes de la solución al 55% 15,0 partes de dióxido de titanio (rutilo), 8,4 partes de una solución acuosa al 60% usual de una resina melamínica, tal y como se obtiene como componente de endurecimiento para lacas al fuego solubles en agua mediante condensación de melamina con formaldehído y eterificación de los radicales metilólicos mediante metanol, con una viscosidad de 25 segundos, y 31,2 partes de agua, se aplica después de un tiempo de maduración de 72 horas con pistola sobre chapas. Las chapas provistas del
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



barniz de laca se tratan termicamente, después de un tiempo de ventilación de 10 minutos, durante 50 minutos, a 150°C. Se obtienen barnices de laca blanco puro, bien endurecidos, con un grado de brillo de

5. 73.

La determinación del brillo se efectúa según ASTM.D 523-53T con un ángulo de reflexión de 20° en un medidor de brillos Gradner. Contra mayor sea el valor indicado mejor es el brillo.

10. Ejemplo 2

Esterificando pentaeritrita, ácido de primeras grasas naturales, anhídrido ftálico y anhídrido tetrahidroftálico en las proporciones cuantitativas indicadas en el ejemplo 1, pero conjuntamente en una etapa hasta un índice de acidez de 40 y disolviendo este producto como se ha descrito en el ejemplo 1, entonces una laca preparada a partir de la solución al 55%, según el ejemplo 1, muestra bajo las mismas condiciones de tratamiento térmico, un barniz de laca con un grado de brillantez de solo 14 y una resistencia al agua muy mala. Ya después de 10 días de aguado se presentan ampollas en la capa de barniz mientras que el barniz de laca según el ejemplo 1 también después de 20 días de aguado está aun totalmente libre de ampollas.

25. Ejemplo 3

Si la resina alquídica insoluble en agua, descrita en el ejemplo 1, en lugar de con anhídrido tetrahidroftálico se pone en reacción con los anhídridos, mencionados en la tabla a continuación, en cantidades cuantitativas de manera que se formen semiésteres de resina

30.



alquídica comparables con índices de acidez finales aproximadamente iguales, y si de estas resinas se preparan soluciones neutralizadas al 55%, según el ejemplo 1, entonces se obtienen lacas de la composición

5. del ejemplo 1 que, contrario al ejemplo 1 dan solo lacas mates hasta debilmente brillantes.

Los grados de brillantez que se alcanzan resultan, en parte, más reducidos si las lacas se diluyen a un contenido en aglutinante del 25%, lo que frecuentemente se efectua para lograr lacas de viscosidad

10. especialmente baja con buenas propiedades de aplicación.

	Ejemplo 1	Ejemplo 3a	Ejemplo 3b	Ejemplo 3c	Ejemplo 3d	Ejemplo 3e
Anhidrido empleado para la obtención	Anhidrido tetraftálico	Anhidrido Ftálico	Anhidrido succínico	Anhidrido maleico	Anhidrido trimelítico	Anhidrido hexahidrotftálico
Índice de acidez del semiéster de resina alquídica	40	40	42	38	39	40
Grado de brillantez de la laca tratada térmicamente a 150° según el ejemplo 1	73	50	28	39	10	14
Grado de brillantez de los barnices de laca efectuados con lacas ulteriormente diluidas con agua	70	28	24	20	20	30

El ejemplo que ahora sigue, muestra claramente



- que solo los semiésteres de la presente invención de resinas alquídicas insolubles en agua con índices de acidez inferiores a 8 aproximadamente, que contienen poliol y ácido dicarboxílicos en una proporción molecular de 1:1 hasta 1,3:1, aproximadamente, con anhídrido tetrahidroftálico, suministran materias primas para lacas brillantes, mientras que el semiéster del anhídrido tetrahidroftálico y las resinas alquídicas, que también poseen índices de acidez inferiores a 8, pero que sin embargo tienen una proporción molecular entre poliol y ácido dicarboxílico de por ejemplo 1,35:1. solo suministran materias primas para lacas mates.
- 5.
- 10.

Ejemplo 4

- A partir de 136,0 partes de pentaeritrita, 126,2 partes de ácido de primeras grasas naturales y 109,5 partes de anhídrido ftálico, se prepara como se ha descrito en el ejemplo 1, una resina alquídica con un índice de acidez de 6. Esta resina alquídica es, debido a su mayor exceso en poliol, considerablemente de menos molecularidad y menos viscosa. Se ha reaccionar, como se ha indicado en el ejemplo 1, con 33,7 partes de anhídrido tetrahidroftálico de manera que se forme una resina comparable con un índice de acidez total de 40. Si se prepara a partir de la resina alquídica, así obtenida, según el ejemplo 1 una laca y ésta se aplica con pistola sobre chapas, se obtienen, después de un periodo de ventilación de 10 minutos y un tiempo de endurecimiento de 30 minutos a 150°C, barnices de laca mate con un grado de brillantes inferior a 10.
- 15.
- 20.
- 25.

30. Ejemplo 5



5. 136,0 partes de pentaeritrita, 84,0 partes de ácido de grasa de aceite de coco, 149,0 partes de ácido ricinólico y 125,8 partes de anhídrido ftálico se esterifican agitando en una atmósfera de nitrógeno inicialmente a 180°C, después a 200°C hasta el índice de acidez de 5.

10. Esta resina alquídica, después de la adición de amina totalmente insoluble en agua, que contiene poliol y ácido dicarboxílico en una proporción molecular de 1,18:1, se ha reaccionar entonces a semiéster con 60,8 partes de anhídrido tetrahidroftálico en 30 minutos a 140°C. La resina así obtenida con un índice de acidez total de 50 y una viscosidad de 68 segundos (medido en xileno al 40%) se transforma como se ha indicado en el ejemplo 1 en una solución al 55%. El valor pH asciende, medido según el método mencionado en el ejemplo 1, a 7,0.

20. Una laca compuesta según el ejemplo 1 se aplica, después de un tiempo de maduración de 72 horas, con una pistola sobre chapas, Las chapas barnizadas se tratan térmicamente, después del tiempo de ventilación usual, durante 30 minutos a 150°C. Se obtienen barnices de lacas bien endurecidas con asimismo buena elasticidad, buena aplicación y un grado de brillantez de 68.

Ejemplo 6

25. 1768,0 partes de pentaeritrita, 1640,6 partes de ácido de primeras grasas naturales y 1748,5 partes de anhídrido ftálico se esterifican bajo agitación en una atmósfera de nitrógeno a 220°C hasta un índice de acidez de 5 y una viscosidad de 180 segundo (medido en xileno al 40% según DIN 53211).
- 30.



21 010

- 951,9 partes de esta resina alquídica insoluble en agua, que contiene poliol y ácido dicarboxílico en proporción molar 1,1 : 1 se hace reaccionar con 101,9 partes de anhídrido 4-metil-tetrahidroftálico a 140^o hasta que se ha formado una resina con un índice de acidez total de 40, que se disuelve en etilenglicolmonobutiléter al 63,5 %. Después de enfriar a temperatura ambiente se mezcla la solución con tanta dimetiletanolamina y se diluye con agua a un 55% de contenido en resina alquídica, de manera que el grado de neutralización ascienda al 80% y una solución, diluida con agua ulteriormente a un 30%, tenga un valor pH de 7,0 - 7,2 (medido con papel indicador especial de Merck, zonas pH 6,4 - 8,0). Una laca de 45,4 partes de la solución al 55%, 15,0 partes de dióxido de titanio (Rutil), 8,4 partes de una solución acuosa al 60% usual de una resina melamínica, tal y como se obtiene como componente endurecedor para lacas al fuego solubles en agua, mediante condensación de melamina con formaldehído y etimerificación de los radicales metilólicos mediante metanol, y 31,2 partes de agua se diluye, después de un tiempo de maduración de 72 horas, con agua a un contenido en resina alquídica del 20% y se aplica con una pistola sobre chapas. Las chapas barnizadas se tratan térmicamente, después del tiempo de ventilación de 10 minutos, 150^oC. Se obtienen barnices de laca blancos bien endurecidos con un grado de brillantez de 76 (medido con un medidor de brillos Gardner según ASTM D523-53 T con un ángulo de reflexión de 20^o).
- Los ejemplos siguientes muestran que con va-



- riaciones de los índices óptimos mencionados se disminuye la influencia dadora de brillantez de los componentes ácido formadores de semiésteres. Demuestran nuevamente con toda claridad que solo la combinación de una serie de medidas, en sí conocidas, hace posible la sorprendente mejora en la técnica de las lacas.

5. Ejemplo 7

- Una resina alquídica según el ejemplo 1, esterificada a 220° , sin embargo solo hasta un índice de acidez de 11, se hace reaccionar al semiéster como se ha indicado en el ejemplo 1. Se obtiene un semiéster de resina alquídica con un índice de acidez total de 48 y un índice de acidez del semiéster de 44. Se disuelve como se ha indicado en el ejemplo 6 y se elabora a una laca. Un barnizado endurecido durante 30 minutos al 150° tiene un grado de brillantez de solo 46.

10. Ejemplo 8

- Una laca según el ejemplo 6, pero preparada a partir de una solución al 55% con un grado de neutralización del 95% da, en comparación con el ejemplo 6, un barnizado con un grado de brillantez de solamente 10.

15. Ejemplo 9

- 136,0 partes en peso de pentaeritrita, 126,2 partes en peso de ácido de primeras grasas naturales con un índice de acidez de 340 - 350 y 134,5 partes en peso de anhídrido ftálico se condensan en una atmósfera de nitrógeno, agitando, a 220°C hasta que se obtiene una resina alquídica con un índice de acidez de 6

25.
30.



- y una viscosidad de 233 segundos en xileno al 40% según DIN 53.211). 366,1 partes en peso de esta resina alquídica insoluble en agua, que contiene poliál y ácido dicarboxílico en proporción molecular 1,1:1, se hacen reaccionar con 39,1 partes en peso de anhídrido endometilentetrahidroftálico a 160°C, hasta que se ha formado una resina de índice de acidez de 40, y una diferencia entre el índice de acidez total y el índice de acidez del semiéster de 2, que se disuelve al 63,5 % en etilenglicolmonobutiléter. Después de enfriar a temperatura ambiente se mezcla la solución con dimetiletanolamina en tales cantidades y se diluye con agua a un contenido del 55% en resina alquídica, de manera que una ulterior dilución de esta solución con agua a 30% ten a un valor pH de 6,8 - 7,0 (medido con papel indicador especial Merck, margen pH 6,4 - 8,0).
- 5.
- 10.
- 15.

- Una laca de 45,4 partes en peso de la solución al 55%, 15,0 partes en peso de dióxido de titanio (rutilo), 8,4 partes en peso de una solución acuosa usual al 60% de una resina melamínica, tal y como se obtiene como componente endurecedor para lacas al fuego diluibles con agua mediante condensación de melamina con formaldehído y eterificación de los radicales metilólicos mediante metanol, con una viscosidad de 25 segundos y 31,2 partes en peso de agua, se aplica, después de un tiempo de maduración de 72 horas, con una pistola sobre chapas. Las chapas laqueadas se tratan térmicamente después de un tiempo de ventilación de 10 minutos durante 30 minutos a 150°.
- 20.
- 25.
- 30.
- Se obtienen barnices de laca blancos bien endurecidos



21 DIC 1966

con un grado de brillantez de 68.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con el número F 51 041 IVc/22 g de 22 de diciembre de 1966, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE LACAS AL FUEGO ACUOSAS", caracterizándose por lo siguiente:
- 1.^a.- Procedimiento para la obtención de lacas al fuego acuosas, a base de sales amínicas de semiésteres de resinas alquídicas, que contienen grupos hidroxilo, modificadas con un ácido graso, en caso dado, con un contenido en disolventes orgánicos miscibles con agua y/o aminoplastos y preferentemente pigmentos, caracterizado porque en una primera etapa, una resina alquídica, totalmente insoluble en agua después de agregar aminas, que tiene un índice de acidez de 8 como máximo y en la que la proporción molecular entre el poliol y el ácido dicarboxílico, introducidos por condensación, asciende a valores comprendidos entre 1:1 y 1,3: 1 aproximadamente, se hace reaccionar



21 DIC 1967

- con ácido tetrahidroftálico ó sus homólogos, en tales condiciones de reacción que se presente una formación del semiéster lo más completa posible, de manera que la resina resultante posea un índice de ácida entre aproximadamente 40 y aproximadamente 60 y una diferencia entre el índice de ácida total y el índice de ácida del semiéster de 6; en caso dado, en una segunda etapa, la resina alquídica se mezcla con un disolvente orgánico conveniente, preferentemente etilenglicolmonobutileter, y en una última etapa, la resina alquídica se transforma en sus sales solubles en agua mediante adición de aminas, preferentemente un amino-alcohol tal como dimetil etanolamina, en cantidad tal que el grado de neutralización sea inferior al 95%, preferentemente un 80% ó menos.
- 5.
- 10.
- 15.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción entre la citada resina alquídica y el ácido tetrahidroftálico o un homólogo del mismo, se realiza a temperaturas comprendidas entre 100 y 160°C, preferentemente a 140°C y con un tiempo de reacción de 30 minutos.

20.

3.- Procedimiento para la obtención de lacas al fuego acuosas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

25.

21 DIC 1967
Madrid,

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ABEJO Y MODEY
P. p. Firmado: F. Hernández Ruiz