

PATENTE DE INVENCION

Le A 10 919-Sp.

356880

16



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la preparación de recubrimientos
de laca de poliuretano".

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

Ya se conocen los recubrimientos de laca de poliuretano a base de di- ó poliisocianatos y alcoholes de poliéster o bien de poliéter. Usualmente, los dos componentes se mezclan poco antes de la elaboración, reaccionando uno con otro, con formación de película,

5.



después de ser aplicados a una gasa. Muy a menudo se emplea como ingrediente previo un poliisocianato obtenido a partir de toluilen-diisocianato y trimetilolpropano. Las lacas obtenidas de esta manera tienen, sin embargo, además de sus otras características usualmente buenas, el inconveniente de curar muy lentamente y de que la capacidad de admisión de pigmento no es satisfactoria.

5. Otros poliisocianatos no presentan estos inconvenientes. Así, los productos obtenidos por polimerización de poliisocianatos aromáticos, por ejemplo, según las patentes alemanas números 951168 y 1.201.992, así como también la patente británica nº 941.379, tienen como resultado lacas cuya velocidad de curado es mucho mayor, y cuya capacidad de admisión de pigmento es ligeramente superior. Tienen aún, sin embargo, los inconvenientes de gran fragilidad, poco cristalizados y tendencia a agrietarse. También, la capacidad de admisión de pigmento de las lacas de reacción producidas con tales polímeros es menor y a menudo las características de elaborabilidad de las lacas pigmentadas no alcanzan a satisfacer los requisitos de la práctica.

10. Los poliisocianatos, obtenibles a partir de isocianatos alifáticos por reacción con polialcoholes o por polimerización (Patente británica 966.338), así como también por formación de Biuret (comparar patente alemana 1.101.394), dan como resultado recubrimientos de laca con excelentes características de retención del brillo y de capacidad de admisión de pigmento. Tienen, sin embargo, el inconveniente de una velocidad de reac-

15.
20.
25.
30.



5. ción muy reducida, por lo que solo endurecen con resinas de poliésteres especiales y mediante el uso de catalizadores, o mediante el empleo de temperaturas elevadas, en períodos de tiempo aceptables. Su empleo se dificulta más aún porque el empleo necesario de catalizadores para aumentar la velocidad abrevia el tiempo de elaboración de una manera indeseable en la práctica.

10. Se ha observado que se pueden reunir en la producción de recubrimientos de poliuretano las citadas ventajas, evitando simultáneamente los inconvenientes hasta ahora usuales, si se emplean como componente poliisocianato, polímeros de isocianato con estructura de isocianurato obtenidos por polimerización en mezcla de poliisocianatos alifáticos y aromáticos.

15. Estos polímeros de isocianato permiten la producción de recubrimientos de laca que poseen grandes velocidades de curado aún sin el empleo de catalizadores, presentando asimismo las excelentes características de capacidad de admisión de pigmento, resistencia a los elementos, y permanencia de brillo que usualmente solo se consiguen con los isocianatos alifáticos.

20.

25. Por lo tanto, el objeto del presente invento es un procedimiento para la producción de recubrimientos de laca de poliuretano, a base de polímeros de isocianato y compuestos polihidroxílicos, que se caracteriza porque como polímeros de isocianato se emplean polímeros en mezcla de poliisocianatos alifáticos y aromáticos, estando comprendida la relación molar entre grupos isocianato alifáticos y aromáticos,

30.



en el polímero en mezcla, preferentemente entre 0,2 y 5. El invento se refiere asimismo a los recubrimientos de laca que se obtienen según este procedimiento.

- Sorprendentemente, con los polímeros en mezcla de isocianatos según el invento, se alcanzan efectos imposibles de conseguir con las mezclas simples de los polímeros de isocianatos alifáticos y aromáticos correspondientes. Mientras que dichas mezclas simples solo pueden emplearse con una gama reducida de compuestos de polihidroxiolo como correactivos, ya que de lo contrario se presentan problemas en el transcurso de la reacción y en la compatibilidad, los polímeros en mezcla de isocianatos, a emplear según el invento, presentan grandes posibilidades de combinación con compuestos de hidroxilo, con lo que pueden hacerse variar, dentro de límites particularmente amplios, las características técnicas de las películas producidas con estas lacas. Es además digno de mencionar la especial uniformidad del revestimiento de laca a causa de una excelente permanencia de la película de laca también en los bordes y aristas de los sustratos recubiertos, así como también la posibilidad de conseguir aún con una reticulación estequiométricamente alta (relación NCO/OH superior a 1) una elasticidad suficiente de las películas de laca. Los polímeros en mezcla de isocianatos, empleados según el invento, presentan además una capacidad de elaboración (tiempo de envase) aún en sistemas de laca de alta pigmentación, y ofrecen una seguridad de elaboración generalmente mejorada.
5. Los polímeros en mezcla de isocianatos se alcanzan efectos imposibles de conseguir con las mezclas simples de los polímeros de isocianatos alifáticos y aromáticos correspondientes. Mientras que dichas mezclas simples solo pueden emplearse con una gama reducida de compuestos de polihidroxiolo como correactivos, ya que de lo contrario se presentan problemas en el transcurso de la reacción y en la compatibilidad, los polímeros en mezcla de isocianatos, a emplear según el invento, presentan grandes posibilidades de combinación con compuestos de hidroxilo, con lo que pueden hacerse variar, dentro de límites particularmente amplios, las características técnicas de las películas producidas con estas lacas. Es además digno de mencionar la especial uniformidad del revestimiento de laca a causa de una excelente permanencia de la película de laca también en los bordes y aristas de los sustratos recubiertos, así como también la posibilidad de conseguir aún con una reticulación estequiométricamente alta (relación NCO/OH superior a 1) una elasticidad suficiente de las películas de laca. Los polímeros en mezcla de isocianatos, empleados según el invento, presentan además una capacidad de elaboración (tiempo de envase) aún en sistemas de laca de alta pigmentación, y ofrecen una seguridad de elaboración generalmente mejorada.
10. Los polímeros en mezcla de isocianatos, a emplear según el invento, presentan grandes posibilidades de combinación con compuestos de hidroxilo, con lo que pueden hacerse variar, dentro de límites particularmente amplios, las características técnicas de las películas producidas con estas lacas. Es además digno de mencionar la especial uniformidad del revestimiento de laca a causa de una excelente permanencia de la película de laca también en los bordes y aristas de los sustratos recubiertos, así como también la posibilidad de conseguir aún con una reticulación estequiométricamente alta (relación NCO/OH superior a 1) una elasticidad suficiente de las películas de laca. Los polímeros en mezcla de isocianatos, empleados según el invento, presentan además una capacidad de elaboración (tiempo de envase) aún en sistemas de laca de alta pigmentación, y ofrecen una seguridad de elaboración generalmente mejorada.
15. Los polímeros en mezcla de isocianatos, a emplear según el invento, presentan grandes posibilidades de combinación con compuestos de hidroxilo, con lo que pueden hacerse variar, dentro de límites particularmente amplios, las características técnicas de las películas producidas con estas lacas. Es además digno de mencionar la especial uniformidad del revestimiento de laca a causa de una excelente permanencia de la película de laca también en los bordes y aristas de los sustratos recubiertos, así como también la posibilidad de conseguir aún con una reticulación estequiométricamente alta (relación NCO/OH superior a 1) una elasticidad suficiente de las películas de laca. Los polímeros en mezcla de isocianatos, empleados según el invento, presentan además una capacidad de elaboración (tiempo de envase) aún en sistemas de laca de alta pigmentación, y ofrecen una seguridad de elaboración generalmente mejorada.
20. Los polímeros en mezcla de isocianatos, a emplear según el invento, presentan grandes posibilidades de combinación con compuestos de hidroxilo, con lo que pueden hacerse variar, dentro de límites particularmente amplios, las características técnicas de las películas producidas con estas lacas. Es además digno de mencionar la especial uniformidad del revestimiento de laca a causa de una excelente permanencia de la película de laca también en los bordes y aristas de los sustratos recubiertos, así como también la posibilidad de conseguir aún con una reticulación estequiométricamente alta (relación NCO/OH superior a 1) una elasticidad suficiente de las películas de laca. Los polímeros en mezcla de isocianatos, empleados según el invento, presentan además una capacidad de elaboración (tiempo de envase) aún en sistemas de laca de alta pigmentación, y ofrecen una seguridad de elaboración generalmente mejorada.
25. Los polímeros en mezcla de isocianatos, a emplear según el invento, presentan grandes posibilidades de combinación con compuestos de hidroxilo, con lo que pueden hacerse variar, dentro de límites particularmente amplios, las características técnicas de las películas producidas con estas lacas. Es además digno de mencionar la especial uniformidad del revestimiento de laca a causa de una excelente permanencia de la película de laca también en los bordes y aristas de los sustratos recubiertos, así como también la posibilidad de conseguir aún con una reticulación estequiométricamente alta (relación NCO/OH superior a 1) una elasticidad suficiente de las películas de laca. Los polímeros en mezcla de isocianatos, empleados según el invento, presentan además una capacidad de elaboración (tiempo de envase) aún en sistemas de laca de alta pigmentación, y ofrecen una seguridad de elaboración generalmente mejorada.
30. Los polímeros en mezcla de isocianatos se



V. 1968

-6-

reacción de polimerización, separando el exceso de poliisocianatos monómeros no afectados mediante destilación o extracción.

- Compuestos de polihidroxilo adecuados, que pueden emplearse en las lacas de poliuretano de dos componentes, son alcoholes polivalentes como por ejemplo etilenglicol, propilenglicol-(1,3), butilenglicol-(1,4), trimetilolpropano, hexanotriol-(1,2,6), aceite de ricino. Particularmente adecuados son los alcoholes de poliéster, que pueden obtenerse a partir de alcoholes polivalentes y ácidos carboxílicos por esterificación a temperaturas elevadas, y, en caso dado, en vacío. Junto con los alcoholes polivalentes ya citados, resultan adecuados a estos fines el dietilenglicol, trietilenglicol, hexanodiol-(1,6), polipropilenglicoles. Como ácidos policarboxílicos pueden considerarse, por ejemplo, el succínico, adípico, maléico, ftálico, hexahidroftálico, tetrahidroftálico, isoftálico. Además son adecuados como compuestos polihidroxílicos las resinas alquídicas con grupos hidroxilo libres, como las obtenidas a partir de aceites como el de ricino, o el de coco, por alcoholisis con alcoholes polivalentes como el trimetilolpropano con esterificación subsiguiente con ácido ftálico. Además de estos compuestos polihidroxílicos pueden emplearse productos de condensación de formaldehído, por ejemplo, sobre ciclohexanona, así como también amidas o poliuretanos que contengan grupos hidroxilo.

- Las proporciones de mezcla entre polímero en mezcla de isocianato y compuesto polihidroxílico



pueden variar dentro de la gama de 0,3 a 1,5 para la relación NCO/HO. En general, se prefiere una relación NCO/OH del orden de 0,6 a 1,2.

- Como disolventes para la preparación de
5. los recubrimientos de laca son adecuados ésteres, cetonas e hidrocarburos clorados, así como combinaciones de los anteriores con hidrocarburos aromáticos. Ejemplos de disolventes son el acetato de etilo, acetato de etilglicol, acetato de butilo, metiletilcetona, metil-
10. isobutilcetona, ciclohexanona, tricloroetileno. Ejemplos de hidrocarburos aromáticos son el tolueno y el xileno. Mezclas disolventes adecuadas son por ejemplo acetato de etilglicol:acetato de butilo:acetato de etilo:tolueno en una proporción 1:1:1:1, y acetato de
15. etilglicol:acetato de butilo:metiletilcetona:tolueno en una proporción 6:2:6:2. Tanto los disolventes como los agentes de mezcla disolventes deben estar libres de agua. Se emplean principalmente para la disolución de los compuestos polihidroxílicos. La cantidad total de
20. disolvente a emplear se rige por el procedimiento de elaboración. En general, la laca debería tener un contenido en aglutinante de entre 20 y 50%.

- La preparación de los recubrimientos de laca de poliuretano se lleva a cabo disolviendo primeramente el compuesto polihidroxílico. La solución
25. de poliisocianato se añade poco antes de la elaboración, preparando así la laca para su elaboración ulterior.

- Se añaden del modo usual auxiliares de
30. laca a la solución del compuesto polihidroxílico. So-



- lo en casos excepcionales es posible mezclar estos auxiliares también en la solución de poliisocianato. Auxiliares de laca adecuados son, por ejemplo, para mejorar la fluidez y textura, aceites de silicona, ésteres de celulosa, y polímeros o copolímeros lineales de los más diversos orígenes; para evitar burbujas, por ejemplo, un polímero en mezcla de ésteres acrílicos con vinilisobutiléteres; y para aumentar la viscosidad, por ejemplo, ácidos silícicos en dispersión coloidal, aceite de ricino hidrogenado, o polivinilbutilacrilato.
- 5.
- 10.

- Para la pigmentación son adecuados los pigmentos y materiales de relleno usuales. La dispersión de los mismos se lleva a cabo mediante procedimientos conocidos en la solución de compuestos polihidroxílicos. El nivel de pigmentación puede llegar hasta 200%, referido al contenido libre de disolventes de poliisocianato y compuesto polihidroxílico. En general, para una capa base es de 150%, y para una capa de cubierta de 50%.
- 15.

- Los tiempos de curado con la preparación de recubrimientos de poliuretano según el presente invento son breves, y pueden ser de menos de una hora con tiempos de elaboración de seis horas o más. Es posible conseguir una reducción mayor del tiempo de curado, hasta alcanzar pocos minutos, mediante el empleo de catalizadores como por ejemplo, aminas terciarias o sales orgánicas metálicas. Sin embargo, la adición de catalizadores perjudica también el tiempo de elaboración.
- 20.
- 25.

- Las soluciones de lacas de poliuretano pue-
- 30.



- den elaborarse y aplicarse según los procedimientos usuales, por ejemplo por aplicación con pincel o rodillo, rociado con o sin aire comprimido, rociado electrostático, vertido e inmersión. Su campo de aplicación principal es la preparación de cubiertas de laca resistentes a los elementos y de colores permanentes, que deben satisfacer requisitos especiales en cuanto a su resistencia mecánica y química. Es posible su empleo como base para pulido rápido, y también como base protectora anticorrosiva. Presentan buena resistencia a los disolventes y productos químicos, y son también adecuadas para colores de impresión.
- 5.
- 10.

- Como sustrato para estas lacas pueden mencionarse principalmente madera, metal y cemento de amianto. Sin embargo, también es posible recubrir o impregnar con ellas goma, vidrio, materiales plásticos, tejidos de fibras naturales y sintéticas, papel, cuero, etc.
- 15.

- En los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos se emplean los siguientes poliisocianatos y compuestos polihidroxílicos:
- 20.

I. POLIISOCIANATOS.

- A) Poliisocianurato-isocianato de 2,4-toluilendiisocianato, preparado según la Patente Alemana N^o 1.201.992. Solución al 50% en acetato de butilo, con un valor NCO de 8,0%; viscosidad de 15 a 20 P₂₀; peso molecular medio del sólido aproximadamente 1080, correspondiente a 2 a 3 anillos de isocianurato en la molécula; contenido en toluilendiisocianato sin aglutinar inferior a 0,4%.
- 25.
- 30.



5. B) Poliisocianurato-isocianato de 1,6-hexametilen-diisocianato. Libre de disolventes. Valor NCO de 21 a 22%; viscosidad 2 a 4 P_{20g}; Peso molecular medio aproximadamente 650, correspondiente a 1 a 2 anillos de isocianurato en la molécula; contenido en hexametilen-diisocianato sin aglutinar inferior a 0,3%.
10. C) Isocianato de poliuretano de 2,4- y 2,6-toluilendiisocianato, (proporción de isómeros 65/35) y trimetilpropano en solución al 67% en acetato de etilglicol/xileno (1:1); valor NCO 11,6%; viscosidad 15 a 20 P_{20g}; contenido en toluilendiisocianato sin aglutinar inferior a 0,5%.
15. D) Isocianato de poliuretano de 1,6-hexametilendiisocianato y agua, preparado según la Patente Alemana N^o 1.101.394 en solución al 75% en acetato de etilglicol/xileno (1:1); valor NCO 16,5%; viscosidad 250 a 300 cP_{20g}; contenido en hexametilendiisocianato sin aglutinar inferior a 0,4%.
20. E) Poliisocianurato-isocianato a emplear de acuerdo con el invento, preparado según la Solicitud de Patente Alemana N^o F 48.322 IVd/12 p, compuesto de 40% en peso de 1,6-hexametilendiisocianato y 60% en peso de 2,4-toluilendiisocianato en solución al 60% en acetato de butilo. Valor NCO 10,3%; peso molecular medio 860, viscosidad 20 P_{20g}; contenido en monómeros sin aglutinar inferior a 0,5%.
25. F) Poliisocianurato-isocianato a emplear de acuerdo con el presente invento preparado según la Solicitud de Patente Alemana F 48.322 IVd/12 p de la siguiente manera:
30. se mezclan y agitan 1402 partes en peso de 3-isocianato-

-11-

- metil-3,5,5-trimetilciclohexilisocianato y 550 partes en peso de 2,4-toluilendiisocianato con 3 partes en peso de tri-n-butyl-fosfina a 60°C, hasta que el valor NCO haya bajado, después de aproximadamente 5 horas, hasta 31%. Se detiene la reacción por adición de 2,3 partes en peso de sulfato de dimetilo y p-tolueno-sulfonato de metilo 1:1 y calentamiento hasta 100°C durante una hora, y se separa por destilación la fracción no afectada de las materias primas en un evaporador de capa delgada a 1,5 Torr y 230°C. De 1619 partes en peso de mezcla inicial se obtienen así 986 partes de destilado y 624 partes de residuo, que tiene un valor NCO de 18,5% y menos de 0,5% de isocianatos monómeros, y está compuesto en aproximadamente un 50% del isocianato alifático. Se disuelve en acetato de butilo para dar una solución amarilla de contenido en sólidos del 60%, viscosidad 65 P₂₀₀, valor NCO 9,4%.
15. G) Polisocianurato-isocianato a emplear de acuerdo con el invento preparado según la solicitud de Patente Alemana F 48.322 IVd/12 p de la siguiente manera.
20. Se mezclan y agitan durante 5½ horas a 60°C 1218 partes en peso de metilciclohexildiisocianato (Mezcla de los isómeros 2,4- y 2,6- en proporción 80:20) y 589 partes/peso de 2,4-toluilendiisocianato con 5,4 partes en peso de tri-n-butyl-fosfina, hasta que el valor NCO haya bajado a 35,5%. Se detiene la reacción por adición de 4,2 partes en peso de sulfato de dimetilo/p-toluenosulfonato de metilo 1:1 y calentamiento a 100°C durante 1 hora, y se separa la fracción de isocianatos monómeros por destilación en vacío. La resina frágil y
- 25.
- 30.



1968

-12-

oscura residual se disuelve en acetato de butilo para formar una solución al 67% con valor NCO 15,0%, viscosidad 22 P₂₀₀ y proporción en isocianurato alifático de 41%.

5. H) Polisocianurato-isocianato a emplear de acuerdo con el invento preparado según la solicitud de Patente Alemana F 48.322 IVd/l2p de la siguiente manera:

10. Se mezclan y agitan a 60°C 1481 partes en peso de m-xililendiisocianato-*u, w'* y 686 partes en peso de 2,4-toluilendiisocianato con 1 parte en peso de tri-n-butyl-fosfina. La reacción violenta, exotérmica, se detiene después de 17 minutos por adición de 1 parte en peso de sulfato de dimetilo/p-tolueno sulfonato de metilo 1:1 a 100°C, y se separan los monómeros en exceso por destilación de capa delgada a aproximadamente 190°C y 1,4 Torr empleando nitrógeno como medio de arrastre. De una mezcla inicial de 2100 partes en peso se obtienen así 1395 partes en peso de destilado y 691 partes en peso de residuo, que se disuelve en acetato de butilo para formar una solución amarilla al 60%. Valor NCO 10,1%; viscosidad 8,6 P₂₀₀; proporción en isocianurato alifático 46%.
- 15.
- 20.

25. I) Polisocianurato-isocianato a emplear de acuerdo con el invento preparado según la solicitud de Patente Alemana F 48.322 IVd/l2p:

30. Se mezclan y agitan a 60°C 2520 partes en peso de 2,4,4-trimetilhexametildiisocianato-(1,6) y 1044 partes en peso de 2,4-toluilendiisocianato con 3,5 partes en peso de tri-n-butyl-fosfina. Se suspende la reacción después de 20 minutos por adición de 2,7



- partes en peso de sulfato de dimetilo/p-toluenosulfonato de metilo 1:1 a 100°C cuando el valor NCO alcanza 31,1%, y se separa el exceso de isocianatos no afectados por destilación en evaporador de capa delgada a
5. aproximadamente 180°C y 1,5 Torr, con nitrógeno como medio de arrastre. De una mezcla inicial de 2006 partes en peso se obtienen 1042 partes de destilado y 955 partes de residuo. Este forma una resina marrón frágil, soluble en acetato de butilo para formar una solución
10. al 67%. Valor NCO 12,2%, viscosidad 9 P₂₀, proporción alifática 48%.

II COMPUESTOS POLIHIDROXILICOS

- 1) Poliéster hidroxilado muy ramificado de ácido ftálico y trimetilolpropano. Índice OH 265; solución al
15. 65% en acetato de etilglicol con Índice OH efectivo 165.
- 2) Poliéster hidroxilado ramificado de ácido adípico, ácido ftálico y hexano-(1,2,6)-triol; Índice OH 290, Índice de acidez inferior a 4.
- 3) Poliésterhidroxilado ramificado de ácido adípico, ácido ftálico, ácido maléico, 1,2-propilenglicol, tri-
20. metilolpropano y hexano-(1,2,6)-triol; Índice OH 215.
- 4) Poliésterhidroxilado ramificado de ácido adípico, ácido ftálico, ácido maleico, 1,2-propilenglicol, tri-
- metilolpropano y hexano-(1,2,6)-triol; Índice OH 165.
25. 5) Producto de reesterificación de anhídrido ftálico con ácidos grasos saturados, empleando también triol alifático y ácidos dicarboxílicos alifáticos; Índice OH 165, Índice de acidez inferior a 15.
- 6) Producto de reesterificación de anhídrido ftálico,
30. triol alifático y aceite de ricino; Índice OH 198,



Indice de acidez inferior a 10.

- 7) Poliéster hidroxilado lineal de ácido adípico y dietilenglicol, Indice OH 40.
 - 8) Producto de condensación de formaldehido con ciclohexanona. Punto de reblandecimiento aproximadamente 80°C, Indice OH 215.
- 5.

EJEMPLO I Y EJEMPLOS DE COMPARACION I Y II:

- Comparación de un producto de este procedimiento basado en el Polímero de Mezcla "E" con recubrimientos de laca basados en el poliisocianato de uretano "C" y el isocianurato-poliisocianato "A"
- 10.

Componentes	Ejemplo comparativo I	Ejemplo comparativo II	Ejemplo 1
Poliéster-alcohol 4	26,7	27,7	27,4
5. Acetato de etilglicoléter	20,2	24,5	24,9
Xilol	7,5	10,5	10,7
Poliisocianato A	45,6	-	-
Poliisocianato C	-	32,5	-
Poliisocianato E	-	-	37,0
10. Proporción NCO/OH	1,1	1,1	1,1
Contenido en sólidos %	50,0	50,0	50,0
<u>Propiedades:</u>			
Tiempo de envase, horas:	>8 <24	>38 <47	>18
Velocidad de curado, según "Gardner			
15. drying time recorder" (horas)			
Superficialmente curado:	0,5	3,5	3,0
Totalmente curado:	1,3	10,5	5,4
Dureza (sward)	50	30	34
Desgaste por fricción			
20. (TABER), mg/1000 U, a carga de 1 kg:	40	38	50
Grado de blancura antes de iluminar:	94,42	94,07	92,24
Grado de blancura después de iluminar:	82,63	73,52	88,07
Descenso del grado de blancura:	11,79	20,55	4,17

25.

EJEMPLO 2 y EJEMPLOS DE COMPARACION III Y IV:

Comparación de un producto de este procedimiento a base del polímero de mezcla de isocianurato "E" con recubrimientos de laca a base del isocianurato alifático "B" y del poliisocianato de biuret "D".



Componentes :	Ejemplo comparativo III	Ejemplo comparativo IV	Ejemplo 2
Poliéster hidroxilado I	25,6	24,1	21,5
5. Acetato de etilglicoléter	35,4	24,0	21,4
Acetato de butilo	-	-	7,3
Acetato de etilo	-	13,4	-
Tolueno	3,3	-	-
Oxido de propileno	-	1,0	-
10. Poliisocianato B	-	34,4	-
Poliisocianato D	33,5	-	-
Poliisocianato E	-	-	49,3
Aceite de silicona	2,0	2,9	-
Octoato de cinc al 100%	0,2	0,2	-
15. Proporción NCO/OH	1,1	1,1	1,1
Contenido en sólidos %	50,0	50,0	50,0
<u>Propiedades:</u>			
Tiempo de envase, horas:	2,9	4,3	13 6
Velocidad de curado, según			
20. "Gardner drying time recorder", horas			
Superficialmente curado:	1,4	3,5	0,2
Totalmente curado:	2,9	6,3	0,4
Dureza (Sward) :	74	78	67
25. Desgaste por fricción (TABER) mg/1000 U a carga de 1 kg:	34	37	45
Coloración amarillenta relativa bajo lámpara de cuarzo Hanovia (no hay coloración amarillenta = 10)	6,0	6,5	6,5



1968

-17-

EJEMPLO 3 -

12) Componentes:	a	b	c	d	e	f
Poliésterhidroxilado 1	100	-	-	-	-	-
" " 2	-	100	-	-	-	-
5. " " 3	-	-	100	-	-	-
" " 4	-	-	-	25	-	-
" " 5	-	-	-	75	100	-
" " 6	-	-	-	-	-	100
Acetobutirato de celulosa al 2%						
10. en acetato de etilglicol:	10	11,3	9,6	9	8	9
Aceite de silicona al 10% en acetato de etilglicol:	2	2,3	2	1,8	1,6	1,8
Mezcla disolvente 1 † †:	300	-	-	-	-	-
Mezcla disolvente 2 † †:	-	325	290	270	253	275
15. 2ª Componentes:						
Poliisocianato de mezcla E:	165	210	155	125	100	140
Proporción NCO/OH:	0,9	1,0	1,0	1,0	0,8	1,0
Tiempo de elaboración, horas	14	42	72	33	23	34
Secado en minutos, capa húmeda						
20. de 90 micras sobre vidrio:	8	12	20	15	7	5

††: Mezcla disolvente 1: Acetato de etilglicol:acetato de butilo: metiletiletona:tolueno(6:2:6:2).

Mezcla disolvente 2: acetato de etilglicol: acetato de etilo:tolueno(1:1:1:1).

25. El primer componente se prepara por disolución de los poliésteres hidroxilados y subsecuente mezcla con los auxiliares de laca. Los dos componentes se mezclan poco antes de su elaboración. Se obtienen así lacas especialmente adecuadas como lacas de cubierta



sobre diversos sustratos. Diluyéndolas más aún se pueden obtener también lacas-base para maderas.

EJEMPLO 4 -

5. Ingredientes como en el ejemplo 3. El primer componente se pigmentó con Dióxido de Titanio (Rutilo).

	a	b	c	d	e	f
Adición de dióxido de titanio	120	136	116	105	96	110
Tiempo de elaboración, horas	15	30	48	20	18	28
10. Secado, minutos	90	110	240	90	80	100

El dióxido de titanio se muele con las soluciones de poliésteres hidroxilados en el molino de embudo. A continuación se añaden los aditivos auxiliares.

15. Con los ingredientes del ejemplo se obtienen lacas muy resistentes a los elementos y de gran permanencia de pigmento.



EJEMPLO 5 -

1ª) Componentes:				a	b	c	d	e	f
	Poliésterhidroxilado	1		50	50	-	-	-	-
	"	"	4	-	-	25	-	-	-
5.	"	"	5	50	50	75	75	100	-
	"	"	7	-	-	-	25	-	100
	Poliol		8	-	-	-	-	-	100
	Acetobutirato de celulosa al 10% en acetato de etilglicol:			7,4	6,6	8,6	7,9	8	-
10.	Bentonita al 10% en acetato de etilo:			-	-	-	-	-	30
	Polímero de mezcla de cloruro de vinilo/acetato de vinilo al 20%; en acetato de etilglicol/ ciclohexanona 3:1 :			-	-	-	-	-	200
15.	Polímero de mezcla de éster acrí- lico/vinilisobutiléter al 10% en acetato de etilo:			-	-	-	-	-	3
	Dióxido de Titanio (Rutilo):			74	66	86	79	80	155
20.	Mezcla disolvente 1:			-	-	100	100	100	128
	Mezcla disolvente 2:			100	100	-	-	-	-
	(Véase ejemplo 7)								
2ª) Componente:									
	Polímero de mezcla de isocianato E			77	52	120	97	100	125
25.	Acetato de butilo			16	10	24	20	20	25
	Proporción aproximada NGO/OH			0,5	0,3	1,0	1,0	0,3	0,7



1966

EJEMPLO 6 -

5. Se disuelven 100 partes en peso de poliéster hidroxilado 1 en 740 partes en peso de mezcla disolvente 1 (Ej. 3), y se añaden 48 partes en peso de una pasta de estearato de cinc en acetato de etilo. Antes de la elaboración se añaden 190 partes en peso del polímero de mezcla de isocianato E. Se obtiene una base de pulido rápido para madera, que tiene un tiempo de permanencia de 20 horas. Se consigue la pulibilidad excelente ya después de un secado de aproximadamente 20 minutos.

EJEMPLO 7 -

15. Se disuelven 200 partes en peso de poliéster hidroxilado 3 en 750 partes en peso de una mezcla disolvente compuesta de metilisobutilcetona:acetato de etilglicol:metilhexanona:acetato de butilo (2:2:1:2), se les añaden 75 partes en peso de una pasta al 10% de bentonita en acetato de etilo como expansor, y se muelen luego con 500 partes en peso de cromato de cinc,
20. 175 partes en peso de microdolomita y 75 partes en peso de mica. Se añade a continuación 1 parte en peso de una solución al 10% de un polímero de mezcla de éster acrílico con vinilisobutiléter en acetato de etilo. El componente de poliol se mezcla poco antes de su empleo
25. con 330 partes en peso del polímero de mezcla de isocianato E. Se obtiene una capa de base inhibidora de la corrosión, de buena adhesión sobre hierro.



EJEMPLO 8 -

Componente 1:	a	b	c	d	e
Poliéster hidroxilado 2	8,5	8,5	8,5	8,5	8,5
Acetato de etilglicoléter	20,8	19,2	20,3	21,2	19,9
5. Acetato de butilo	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Componente 2:					
Poliisocianato F	19,4	-	-	-	-
Poliisocianato G	-	11,8	-	-	-
Poliisocianato H	-	-	18,2	-	-
10. Poliisocianato I	-	-	-	15,0	-
Poliisocianato E	-	-	-	-	17,5
Proporción NCO/OH	1	1	1	1	1
Contenido en sólidos %	40	40	40	40	40
Velocidad de curado, película					
15. húmeda de 90 micras sobre vidrio, minutos:	45	45	45	110	45
Tiempo de recipiente, horas:	42	22	24	78	29
Amarillamiento (Xenotest*) después de 48 horas, valor inicial:					
20. cial:	0,7	0,7	0,8	0,7	0,7
Después de 48 horas, valor final	1,4	1,2	1,5	1,2	1,2
Amarillamiento de las porciones pigmentadas con 50% de dióxido de titanio (referido al ligador total) (Xenotest)					
25. 200 Horas Valor inicial:	1,0	0,9	0,9	1,0	0,9
Valor final:	1,0	0,9	0,9	1,0	0,9

* Xenotest 150 de Quarzlampengesellschaft, Hanau.



1968

EJEMPLO 9 -

	a	b	c	d	e
Componente 1:					
Poliéster hidroxilado 5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5
Acetato de etilglicoléter	13,5	12,9	13,4	13,7	13,1
5. Acetato de butilo	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Componente 2:					
Poliisocianato F	9,7	-	-	-	-
Poliisocianato G	-	5,9	-	-	-
Poliisocianato H	-	-	9,1	-	-
10. Poliisocianato I	-	-	-	7,5	-
Poliisocianato E	-	-	-	-	8,7
Proporción NCO/OH	1	1	1	1	1
Contenido en sólidos %	40	40	40	40	40
Propiedades :					
15. Velocidad de curado (película húmeda de 90 micras sobre vidrio), minutos:	25	45	60	100	30
Tiempo de recipiente, horas;	23	18	18	46	15
Amarillamiento después de 48 horas (Xenotest)					
20. Valor inicial:	0,7	0,7	0,8	0,7	0,7
Valor final:	1,5	1,4	1,8	1,4	1,4
Amarillamiento de las porciones pigmentadas con 50% de dióxido de titanio (referido al total de ligador) (Xenotest), después de 200 horas					
25. Valor inicial:	1,0	0,8	1,1	0,9	0,8
Valor final:	1,0	0,8	1,1	0,9	0,8
30. Xenotest 150 de la Quarzlampengesellschaft, Hanau					



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 nº F 16 44 809.2 de 4 de agosto de 1.967.
5. 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: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE RECUBRIMIENTOS DE LACA DE POLIURETANO"; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª - Procedimiento para la preparación de recubrimientos de laca de poliuretano, caracterizado porque comprende mezclar compuestos polihidroxílicos con polímeros de isocianato obtenidos por polimerización en mezcla de poliisocianatos alifáticos y aromáticos, estando comprendida la relación molar entre grupos isocianato alifáticos y aromáticos en el polímero en mezcla, preferentemente entre 0,2 y 5.
15. 2ª - Procedimiento para la preparación de recubrimientos de laca de poliuretano, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.
- 20.
- 25.



1268

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

Madrid,

15 NOV 1963

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,

ACEBO Y MODEY
Abogado Sr. Hernández Rúa