

424746

29M



424746

memoria descriptiva

F.C. 9-1-76

Int. Cl.: C09D

CLASE DE REGISTRO	Una Patente de Invención, por veinte años en España.
NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE	VEBA-CHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT. - sociedad alemana -
RESIDENCIA Y DOMICILIO	Gelsenkirchen-Buer, (Alemania).
<input type="checkbox"/> OBJETO	"Procedimiento para la preparación de lacas de poliuretano de un componente".
INVENTORES	Karl SCHMITT, Josef DISTELDORF, Werner FLAKUS, alemanes.
PRIORIDAD	Solicitud patente alemana P 23 15 910.6 del 30 de marzo de 1973.

424746

20



- 1 -

1

Se han descrito frecuentemente en la bibliografía lacas de poliuretano de un componente, que se endurecen en la humedad. Ciertas dificultades con este tipo de lacas de reacción dificultaron evidentemente hasta ahora un empleo más amplio de este interesante sistema de lacas de reacción.

5

Como tales deben citarse:

1. La obtención de estabilidad de almacenaje a largo plazo.

10

2. Capacidad de pigmentación de estos sistemas de lacas.

3. Suficiente reactividad por naturaleza en dependencia de humedad y/o temperatura y finalmente la constitución sin burbujas de películas de material plástico y

15

4. La obtención de una excelente resistencia a la luz, resistencia a los agentes atmosféricos, resistencia a los agentes químicos y termoestabilidad de las películas de laca.

20

Se ha encontrado ahora que podían evitarse fácilmente los inconvenientes hasta ahora existentes y cumplirse al mismo tiempo la mayor parte de las antes mencionadas exigencias y fuerzas a tal clase de laca, si se emplean lacas de poliuretano de un componente estable en almacenaje, capaces de pigmentación, que se componen de disolventes usuales PUR y del producto de la reacción del 3-isocianatometil-3,5,5-trimetilciclohexilisocianato con poliésteres ramificados conteniendo grupos terminales de hidroxilo en base de ácidos dicarboxílicos mixtos alifáticos y aromáticos, haciéndose reaccionar el poliéster y el isocianato en cantidades tales

25

30

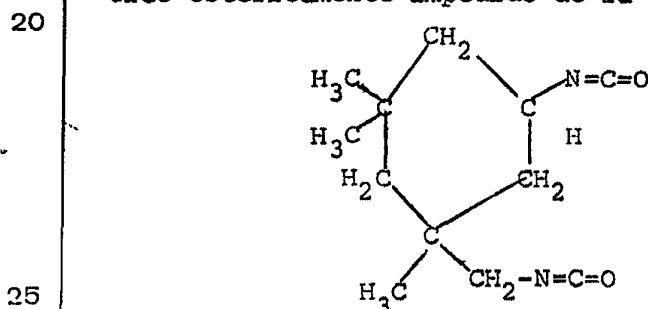
424746



- 2 -

1 que por grupos OH corresponden dos grupos de isocianato, y -
 de 15 a 85, preferentemente de 30 a 70 moles por ciento de -
 los ácidos de los ácidos dicarboxílicos son alifáticos y el
 resto son ácidos aromáticos, sin adicionales catalíticas ex-
 5 trañas a temperaturas de 10 a 35° C, preferentemente de 15 a
 25° C, y los poliésteres contienen inserto estaño en la móle-
 cula de poliéster. Estas lacas de poliuretano de un componen-
 te, estables en el almacenaje, capaces de pigmentación pue-
 den contener adicionalmente también pigmentos secos usuales
 10 en el mercado.

El 3-isocianatometil-3,5,5-trimetilciclohexilisocia-
 nato empleado como componente de isocianato, también denomi-
 nado isoforondisocianato o IPDI, respecto a la capacidad de
 15 rendimiento exigida en el mercado, ha demostrado ser un com-
 ponente de reacción especialmente ventajoso. La especial ade-
 cuación de este diisocianato en unión con los poliésteres ra-
 mificados conteniendo grupos terminales de hidroxilo resulta
 de la peculiaridad estructural de este compuesto cicloalifá-
 tico estéricamente impedido de la siguiente fórmula



Así presenta el grupo NCI alifático, a temperatu-
 ra ambiente, una capacidad de reacción aproximadamente 10 -
 veces más elevada que el grupo de diisocianato directamente
 sustituido en el carbono de anillo.

30

424746

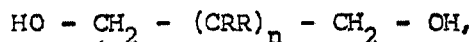


- 3 -

1 Para la reacción con el IPDI se emplean poliésteres ramificados conteniendo grupos de hidroxilo, conteniendo estaño en base de ácidos dicarboxílicos mixtos alifáticos y aromáticos y polioles, en lo que la mezcla de ácidos dicarboxílicos se compone en 15-85 moles por ciento de restos de ácidos alifáticos y el resto son ácidos aromáticos. La ramificación de los poliésteres se obtiene porque al lado de la cantidad principal de polioles que son dioles, están polioles - con más de dos grupos de hidroxilo, en lo que estos deberían existir por lo menos en 5 moles por ciento.

5 Son ácidos dicarboxílicos alifáticos adecuados especialmente aquellos con por lo menos 4 átomos de molécula, como ácido succínico, ácidos glutárico, ácido adípico, ácido suberoso, ácidos sebácico, ácidos aceláico y otros. El componente de ácidos aromáticos puede ser, por ejemplo, uno de los siguientes ácidos dicarboxílicos: Acido ftálico, ácido - isoftálico y ácido tereftálico y otros. Estos ácidos también pueden llevar uno o varios sustituyentes de alquilo.

15 Para la preparación de poliésteres conteniendo grupos de hidroxilo son adecuados dioles alifáticos con grupos OH primarios situados al final, que están libres de heteroátomos en la cadena y cuyos átomos C de posición central pueden estar alquil sustituidos, entendiéndose por átomos C de posición central aquellos, que no son portadores de grupos primarios OH. Los dioles también pueden transcribirse por la siguiente fórmula.



en que $n = 0$ y $R =$ hidrógeno por un resto de alquilo, pueden

30

424746

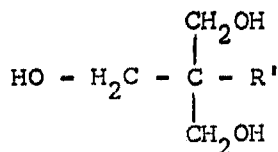
29



- 4 -

1 do ser preferentemente resto de $C_1 - C_4$, como etilenglicol,
propilenglicol-(1,3), butandiol-(1,4), Pentandiol-(1,5), He-
xandiol-(1,6) así como los derivados simple y múltiplemente
alquil sustituidos, 2,2-dimetilpropandiol-(1,3), 2,2,4-res-
5 pectivamente 2,4,4,-trimetilhexandiol-(1,6) y semejantes.

La ramificación de los poliésteres se consigue por
sustitución parcial de los dióles por poliol con más de dos -
grupos hidroxilo. La sustitución de los dioles o de otros po-
lioles puede efectuarse en cantidades tales que 5-50% molar
10 de los grupos hidroxilo procedan, por ejemplo, de tales po-
lioles tri o polivalentes. Para obtener la ramificación son
adecuados polioles de la siguiente fórmula general



15 en que R' puede ser un resto de alquilo, preferentemente un
resto de $C_1 -$ y C_2 o un resto de metilol, como 1,1,1-trimeti-
loletano, 1,1,1-trimetilolpropano, pentaeritrita y semejan-
tes.

20 En la fabricación de poliéster pueden emplearse
los ácidos dicarboxílicos también en forma de derivados fun-
cionales, es decir los correspondientes ésteres y los anhí-
dridos de ácidos puros y mezclados. Al utilizar ésteres se
25 prefieren especialmente aquellos de alcoholes de cadena cor-
ta, así los correspondientes metil-, etil-, n -y di-propil y
 n -y di-butil ésteres.

En la fabricación de los oxiésteres se utilizan
30 polioles y ácidos dicarboxílicos en cantidades tales que por

424746



1
5
10
15
20
25
30

grupo de carboxilo entran 1,2 - 1.75 grupos de hidroxilo.

Para inclusión de estaño en los poliésteres son adecuados ésteres de estaño, éster óxidos de estaño, alquiléteres de estaño, halogenuros de estaño y semejantes, como di-n-butilóxido de estaño, di-n-butil estaño diulareato, tetracloruro de estaño, dicloruro de estaño, diisooctato de estaño, diformato de estaño, etc. Se utilizan compuestos de estaño en cantidades tales que el poliéster conteniendo grupos de hidroxilo finales contenga estaño en cantidades de 0,1 hasta 0,5% de peso.

Los poliésteres ramificados conteniendo grupos finales de hidroxilo con estaño en la molécula de poliéster pueden prepararse de manera conocida y usual. Para ello se ofrece, por ejemplo, el siguiente procedimiento.

Se parte de ácido dicarboxílico o de sus anhídridos. La relación de los equivalentes de ácidos respecto al alcohol se rige naturalmente según el tamaño deseado de las moléculas y según el número de OH, que desee obtenerse. Los componentes de reacción primeramente sin catalizador se calientan en un equipo de aparatos adecuados haciendo pasar un gas inerte, por ejemplo, nitrógeno. Aproximadamente a 140° C se produce la primera disociación de agua. El agua se aleja destilativamente de la mezcla de reacción. En el plazo de varias horas la temperatura de elevación se eleva hasta 210° C. Cuando se ha efectuado el desprendimiento de agua de 60-70% del teórico, se prosigue la esterificación después de adición del compuesto de estaño, preferentemente de dibutil óxido de estaño. Después de 10 - 24 horas ha terminado la reac-

424746

29



- 6 -

1 ción. DE esta manera se obtiene, por una parte, oxiésteres re
producibles de elevada calidad de color y se garantiza ade--
más con elevada probabilidad la inclusión del catalizador de
estaño en la molécula de oxiéster para la activación de la -
5 posterior formación de uretano y urea a bajas temperaturas.

Los poliésteres conteniendo grupos de hidroxilo, -
así preparados, son de consistencia desde líquida a resinosa
Los productos de esterificación son incoloros o de color ama
10 rillo claro. Los ésteres son solubles en altas concentracio-
nes en los disolventes usuales en el sector de las lacas, co
mo butilacetato, etilglicol acetato, xilol y en los hidrocar
buros de nafteno. Con soluciones de 50 - 60% de peso se al--
canzan viscosidades favorables en la técnica de la elabora--
15 ción.

Para la ulterior reacción el oxiéster se libera del
agua ampliamente por tratamiento al vacío en breve plazo has
20 ta un contenido de agua de 0,02% de peso. Después de la de--
terminación del número OH y del contenido de agua se efectúa
la reacción de los oxiésteres con IPDI en los disolventes in
dicados abajo, exactamente en la proporción de equivalencia
de OH respecto a las porciones de NCO de 1 : 2 a temperatura
ambiente y refrigeración.

Los aductos resultantes pueden pigmentarse, bien -
25 sea con pigmentos secos usuales en el comercio en un molino
de arena o bien también pueden llevar a la utilización como
lacas claras después de dilución de acuerdo con la aplica- -
ción.

Como disolventes para realizar la reacción son ade
30

424746



- 7 -

1 cuados todos los disolventes libres de agua, que además no -
deben contener ningún átomo de hidrógeno reactivo. Además, -
los disolventes adecuados tienen que cumplir la condición de
ser disolventes para los productos finales. Si las solucio--
5 nes obtenidas se aplican como lacas, la elección de los di--
solventes adecuados, que está adecuada por los puntos de ebu-
llición superiores e inferiores de los disolventes usuales -
para laca. Al lado de disolventes puros pueden emplearse tam-
bién mezclas de disolvente. Todos los disolventes se utili--
10 zan en la calidad PUR. Como disolventes especialmente utili-
zables, según la propiedades, simultáneamente con reducida -
molestia por olor, han resultado ser mezclas de n-butilaceta-
to con mezcla técnica de xilol y etilglicol acetato (UGA) en
la proporción de 6 : 5:2 ó 6 : 4 : 3.

15 Se ha demostrado que se requieren oxísteres sinto-
nizados respecto al componente especial de isocianato en re-
lación con el componente de ácidos y de poliol, con grado de
condensación definido y funcionalidad definida para la obten-
ción de sistemas de lacas capaces de rendimiento con elevada
20 estabilidad y almacenaje. Las películas de material plástico
obtenidas, no pigmentadas o pigmentadas, poseen una termoes-
tabilidad sorprendentemente elevada. Son resistentes a la -
luz, a las influencias atmosféricas y a los agentes químicos
y presentan excelentes datos mecánicos.

25 Aductos análogos, constituidos de modo semejante -
con otros isocianatos, no presentan esta amplitud de calida-
des. Con diversos otros diisocianatos frecuentemente se obtu-
vieron sistemas de lacas, sin embargo, con propiedades típi-
camente difíciles de reproducir y con estabilidad de almace-
30

424746

29



- 8 -

1 naje bastante limitada. También contenían estos aductos una
proporción de monómeros relativamente elevada, como conse--
5 cuencia del transcurso irregular de la reacción con la for-
mación de aductos de isocianato de más elevado valor molecu-
lar (formación de oligómero).

Según el propósito de aplicación, el contenido de
sólidos se establece en 5-55% de peso por dilución corres--
pondiente. Si se efectúa el endurecimiento de las lacas con
elevada humedad del aire, entonces puede renunciarse a una
10 activación por aminas terciarias, en otro caso se efectúan
adiciones de 0,1-0,2% de peso de derivados de amina, como -
DABCO^(R) (N,N'-endoetilenpiperacina) o compuestos análogos.

Frecuentemente puede renunciarse a medios de co--
rrimiento, cuando los aductos se preparan y filtran correc-
15 tamente. En el caso de consideraciones del curso, pueden -
utilizarse medios cursores como adiciones de aceite de sili-
cona en cantidades de 0,01-0,05% de peso.

Las lacas de un componente según el invento, se--
gún la forma de aplicación puede utilizarse industrialmente
20 de múltiples modos, así por ejemplo, como laca clara para el
revestimiento, de madera hormigón lavable, mampostería de -
ladrillos, hormigón, aluminio, vidrio, cerámica, como acaba-
do para revestimientos de resina de epóxido y semejantes. -
25 Las lacas pigmentadas de esta clase pueden emplearse para -
las antes mencionadas formas de aplicación y además de ello,
todavía, por ejemplo, para revestimientos de piscinas, re--
vestimientos de decoración sobre diferentes clases de subs-
tratos para el laqueado de metales de todas clases, revesti-
30 miento de hormigón de vidrio y para marcados de caminos.

424746

29



- 9 -

1

Las lacas pueden aplicarse, tanto a mano, como mecánicamente.

5

El endurecimiento puede realizarse a temperatura ambiente y según el substrato también a temperaturas más altas.

10

En relación con la eminente importancia precisamente de la estabilidad de almacenaje de lacas de un componente resultó un procedimiento de ensayo, desarrollado para ello como indicador valioso respecto a la estabilidad, que debe esperarse de las resinas en solución.

15

Partiendo del hecho de la experiencia de que desde la preparación de los aductos hasta su aplicación tiene lugar una serie de procesos de trabajo, en los que los sistemas de laca forzosamente entran en contacto con humedad, (humedad del aire, contenido de agua de disolventes y pigmentos etc.) es obvio que debe ensayarse la estabilidad al almacenaje de estos sistemas con una limitada cantidad de agua. La concentración de agua, que llega a utilizarse según estimación calculada puede obtenerse de todos los procesos de manipulación. Como hecho cercano a la práctica se considera como suam de todas las incidencias de humedad también de las proporciones técnicas de agua de disolventes y pigmentos, la influencia de 0,3% de agua, referido al sistema total como suficiente valor de seguridad.

20

25

El ensayo de estabilidad de almacenaje proporciona al mismo tiempo el estado físico de la laca después de la acción de 0,3% de peso de agua, en el caso normal partiendo de una solución de aductos de 50% de peso.

30

424746



1
5
10
15
20
25
30

Ensayo de estabilidad de almacenaje:

Cualquier pesada de los aductos de isocianato en los siguientes ejemplos, por ejemplo 50 g. de una solución de 50% de peso en un disolvente -PUR usual y agua, por ejemplo 150 mg., diluido en 5 ml. de acetona, se llevaron a reaccionar en un recipiente cerrado aproximadamente durante 2 días a temperatura ambiente en un cilindro de laboratorio. La sobrepresión producida de CO₂ se eliminó adecuadamente por breve expansión 2 ó 3 veces. Después de la determinación del contenido de NCO se efectuó dilución a 40% de peso y ensayo de la laca sobre la chapa respecto a proporciones formadas de gel. En el caso de una constitución perfecta de la laca, el aducto de partida se consideró como suficientemente estable en almacenaje desde el punto de vista técnico. Aductos, que no pasaron perfectamente por el ensayo mostraron todos en la ulterior elaboración, frecuentemente ya después del almacenaje, una formación de película o incluso gelización.

El invento se ilustrará por los siguientes ejemplos. (La determinación de las siguientes propiedades de técnica de laca se efectuó según las correspondientes normas DIN, es decir, dureza pendular según DIN 53 157, penetración de Erichsen según DIN 53 156 y sección de rejilla según DIN 53 151):

EJEMPLO 1:

a) Preparación de oxiéster:

498 g. de ácido isoftálico, 292 g. de ácido adípico, 590 g. de hexandiol-(1,6) y 268 g. de 1,1,1,-trimetilolpropano se llevaron a esterificación. Después del desprendi

424746



- 11 -

1 miento de 5 moles de agua, con adición de 0,2% de peso, de di-n-butilóxido de estaño (DBTO) se prosiguió la esterificación hasta un valor TAN (TAN = total acid number = número total de ácido) de 0,2.

5 Por aplicación de vacío a 200° C durante unos 30 minutos se obtuvo un producto con un contenido de agua de 0,02% de peso con un valor de hidroxilo de 224- 227 mg. KOH/g, teóricamente 229 mg. KOH/g.

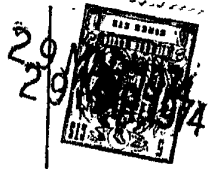
b) Formación de aducto:

10 1.000 g. del oxiéster obtenido la se disolvieron en 618,5 g. de etil glicol acetato, libre de agua (UGA) xilol técnico en la proporción de peso de 1:3 y en el plazo de 5 horas, a 20° C se incluyó una preparación previa de 891,5 g. de IPDI en 400 g. de EGA/xilol técnico en la proporción de peso de 1:3 con refrigeración, agitación y exclusión de humedad. La mezcla de reacción seguidamente se agitó durante 12 horas y se analizó. El contenido de NCO importó 5,75-5,77%, teóricamente 5,79%.

15
20 Para el ensayo del aducto 1b se efectuó la dilución con EGA, xilol técnico, respectivamente n-butyl acetato (calidad PUR) según el propósito de aplicación. En el caso de la pigmentación la solución de aducto de 75% de peso se molturó con pigmentos inorgánico u orgánicos, usuales en el mercado, secados, en un molino, a la correcta concentración de volumen de pigmento y se diluyo de acuerdo con el propósito de aplicación. El ensayo de estabilidad de almacenaje fue perfecto en todos los casos.

30

424746



1

c) Datos de laca

El aducto 1b después de la dilución de la solución con igual mezcla de disolventes, anteriormente, a 55% de peso de proporción de resina a temperatura ambiente se aplicó con ayuda de un bastidor de montaje sobre chapas de acero de un grosor de 1 mm. y con una humedad relativa de 40 a 60% y una temperatura de 20° C dejando endurecer. Se obtuvieron los siguientes valores de técnica de laca:

5

10

Dureza pendular según König	
1. Día	41
3. Día	116
7. Día	145
14. Día	154
Grosor de película seca	30-50 μ
Penetración de Erichsen	11-12 mm.
Sección de rejilla	0

15

En un endurecimiento con 60 a 80% de humedad relativa y 20°C se obtuvieron los siguientes valores:

20

Dureza pendular según König	
1. Día	74
3. Día	148
7. Día	166
14. Día	175
Grosor de película seca	30-50 μ
Penetración de Erichsen	11-12 mm.
Sección de rejilla	0

25

30

424746



- 13 -

1 Además se determinaron todavía las siguientes propiedades de las soluciones de laca:

Tiempo de desecación de polvo: 45-60 minutos según humedad y aireación

5 Resistencia a disolventes y agentes químicos: 7 días Endurecimiento bueno

14 días Endurecimiento muy bueno

Estabilidad de almacenaje: Ensayado durante más de 12 meses.

EJEMPLO 2:

10 a) Preparación de oxiéster.

De acuerdo con la preparación de oxiéster 1a se llevaron a esterificar 5 moles de ácido isoftálico, 1 mol de ácido adípico, 6 moles de hexandiol-(1,6) y 1 mol de 1,1,1-trimetilolpropano. El valor de hidroxilo importó 100-103 mg. KOH/g. y un número de ácido 1.

b) Formación de aducto.

15 1.000 g. de oxiéster 2a, así como 563,4 g. de EGA/xilol técnico en la proporción de pesos de 1:3 para la disolución del oxiéster y 417,8 g. de IPDI en 200 g. de EGA/xilol técnico 1:3 se llevaron a reaccionar como en la formación de aductos 1b. El número de NCO importó 3,56 - 3,58%. También fue perfecto el ensayo de estabilidad de almacenaje.

c) Datos de laca:

25 Aducto 2b (después de dilución a 55% de proporción de resina).

La determinación de los datos técnicos de laca se efectuó de la misma manera que se ha descrito bajo 1c.

30

424746

29



- 14 -

1

a) 40 a 60% de humedad relativa, 20° C.

5

Dureza pendular según König	
1. Día	19
3. Día	45
7. Día	68
14. Día	114
Grosor de película seca	30-40 μ
Penetración de Erichsen	11-12 mm.
Sección de rejilla	0

10

b) 60 a 80% de humedad relativa, 20° C.

15

Dureza pendular según König	
1. Día	26
3. Día	56
7. Día	78
14. Día	114
Grosor de película seca	30-40 μ
Penetración de Erichsen	11-12 mm.
Sección de rejilla	0

20

Otras determinaciones de técnica de laca:

25

Tiempo de deseación de polvo: 50-70 minutos según humedad y aireación.

Resistencia a disolventes y - agentes químicos: 7 días Endurecimiento bueno

14 días Endurecimiento muy bueno

Estabilidad de almacenaje: Ensayado a través de más de de 12 meses.

30

424746



1

Adicionalmente a formas de aplicación anteriormente descritas, una laca clara de esta clase también puede ser utilizada para el revestimiento de cuero, cloruro de polivinilo, cuero artificial, goma y cuerpos moldeados de poliéster.

5

EJEMPLO 3:

a) Preparación de oxiéster:

10

De acuerdo con el método descrito bajo la se llevaron a esterificar 3 moles de ácido ftálico, 2 moles de ácido adípico, 5 moles de hexandiol-(1,6) y 2 moles de 1,1,1,-trimetilolpropano. Valor de hidroxilo = 224-227 mg KOH/g., número de ácido ; 1.

b) Formación de aducto.

15

1.000 g. de oxiéster 3a en 621,1 g. EGA/xilol técnico (proporción de peso 1:3) para la disolución del oxiéster y 898,9 g. de IPDI en 400 g. de EGA/xilol técnico (proporción de peso 1:3) se llevaron a reacción como se ha descrito bajo 1b. Número de NCO = 5.76-5,78%, ensayo de estabilidad de almacenaje perfecto.

20

c) Datos de laca.

Aducto 3b-después de dilución a 55% de peso de proporción de resina se efectuaron las siguientes determinaciones como se ha descrito bajo 1c:

25

.../...

30

424746

29



- 16 -

1

a) 40 a 60% de humedad relativa, 20° C.

5

Dureza pendular según König

1. Día. 46

3. Día 120

7. Día 147

14. Día 155

Grosor de película seca 40-60 μ

Penetración de Erichsen 11-12 mm.

10

Sección de rejilla 0

b) 60 a 80% de humedad relativa, 20° C.

15

Dureza pendular según König

1. Día 79

3. Día 155

7. Día 174

14. Día 181

Grosor de película seca 40-60 μ

20

Penetración de Erichsen 11-12 mm.

Sección de rejilla 0

Otras determinaciones:

25

Tiempo de desecación de polvo: 45-60 minutos según humedad y aireación

Resistencia a disolventes y agentes químicos: 7 días Endurecimiento - bueno

14 días Endurecimiento - muy bueno

Estabilidad de almacenaje: Ensayado a través de más de 12 meses

30

Aplicaciones: Como el aducto lb.

424746



- 17 -

1

d. Aducto 3b - Pigmentación

A partir de 29,1% de peso de pigmento blanco de TiO_2 , que puede obtenerse en el mercado bajo la denominación Kronos RNCX, 40,8% de peso de aducto 3b, 9,4% de peso de EGA, 20,4% de peso de xilol técnico, 0,2% de peso de DABCO y 0,1% de peso de aceite de silicona se preparó una laca pigmentada y se ensayó de acuerdo con 1c.

5

Datos de laca- Aducto 3b pigmentado.

De acuerdo con 1c:

10

a) 40 a 60% de humedad relativa, 20° C.

Dureza pendular según König.

1. Día	40
3. Día	90
7. Día	140
14. Día	150
Grosor de película seca	40-60 μ
Penetración de Erichsen	11 mm.
Sección de rejilla	0

15

20

.../...

25

30

424746

29



1

b) 60 a 80% de humedad relativa, 20° C.

5

Dureza pendular según König.	
1. Día	58
3. Día	110
7. Día	150
14. Día	160
Grosor de película seca	40-60 μ
Penetración de Erichsen	11 mm.
Sección de rejilla	0

10

Otras determinaciones:

Tiempo de desecación de polvo: 45-60 minutos según aireación y humedad

15

El endurecimiento de todos los aductos también puede ser acelerado térmicamente y se efectúa a 3b en

20 minutos a 150° C

10-12 minutos a 180° C

5 Minutos a 250° C

20

1,5-2 Minutos a 300° C.

Dureza pendular 150-170

Penetración de Erichsen 12 mm.

Sección de rejilla 0

25

Tanto los agentes químicos, como también la resistencia a los disolventes, corresponde, después de enfriamiento y endurecimiento posterior por almacenaje, a temperatura ambiente a aquel de los sistemas que se endurecen en frío.

30

Formas de aplicación de acuerdo con el aducto 1b.

424746



1

EJEMPLO 4.

a. Preparación de oxiéster.

De acuerdo con el método descrito bajo 1a, se llevaron a esterificar 3 moles de ácido ftálico, 3 moles de ácido adípico, 6 moles de hexandiol-(,1,6) y 1 mol de 1,1,1 trimetilolpropano.

5

Valor de hidroxilo = 104 - 106 mg. Koh/g, número de ácido = 1.

b. Formación de aducto.

10

De 1.000 g. de oxiéster 4a en 573,8 g. de EGA/xilol técnico (proporción de peso 1:3) para la disolución del oxiéster y 437,2 g. de IPDI en 200 g. de EGA/xilol técnico (proporción de peso 1:3) se llevaron a reaccionar como se ha descrito en 1b. Número de NCO = 3.68 - 3,70%, ensayo de estabilidad de almacenaje perfecto.

15

c. Datos de laca

Aducto 4b - después de dilución a 55% de proporción de resina se efectuaron las siguiente determinaciones:

20

a) 40 a 60% de humedad relativa, 20° C

25

Dureza pendular según König	
1 Día	13
3. Día	19
7 Día	25
14. Día	30
Grosor de película seca	30-50 μ
Penetración de Erichsen	11-12 mm.
Sección de rejilla	0

30

424746

29 MAR



- 20 -

1

b) 60 a 80% de humedad relativa, 20° C.

5

Dureza pendular según König.

1. Día 15

3. Día 24

7. Día 30

14. Día 30

Grosor de película seca 30-50 μ

Penetración de Erichsen 11-12 mm.

10

Sección de rejilla 0

Tiempo de desecación de polvo: 70-90 minutos según aireación y humedad.

Estabilidad de almacenaje: Ensayado a través de más de 12 meses

15

Aplicaciones: Como lacas claras en pulverización, sin aire, de substratos, como cuero, cloruro de polivinilo, textiles y cuero artificial.

20

En-durecimiento a temperatura elevada según substrato a 75-150° C en 4-5 minutos conduce a revestimientos no adhesivos, que se endurecen definitivamente durante el almacenaje a temperatura ambiente.

EJEMPLO 5.

a. Preparación de oxiéster.

25

De acuerdo a lo descrito bajo 1a se llevaron a esterificar 3 moles de ácido ftálico, 3 moles de ácido adípico, 6 moles de hexandiol-(1,6) y 2 moles de 1,1,1-trimetilolpropano. Valor de hidroxilo = 190-194 mg. KOH/g. número de ácido = 1.

30

b) Formación de aducto

Se llevaron a reaccionar como se ha descrito en

424746



- 21 -

1 5b.

1.000 g. de oxiéster 5a en 648,7 g. de EGA/xilol -
técnico (proporción de peso 1:3) para la disolución del oxiés-
ter y 769,1 g. de IPDI en 300 g. de EGA/xilol técnico (propor-
5 ción de peso 1:3) Número de NCO = 5,30-5,35%, ensayo de esta-
bilidad de almacenaje. perfecto.

c. Datos de laca

Aducto 5b - Después de dilución a 55% de peso de -
proporción de resina se ejecutaron las siguientes determinacio-
10 nes:

a) 40 a 60% de humedad relativa, 20° C.

Dureza pendular según König.

15 1. Día	30
3. Día	80
7. Día	135
14. Día	160

20 Grosor de película seca	30-50 μ
Penetración de Erichsen	11-12 mm.
Sección de rejilla	0

.../..

25

30

424746

29



1

b) 60 a 80% de humedad relativa, 20° C

5

Dureza pendular según König.	
1. Día	52
3. Día	119
7. Día	153
14. Día	170
Grosor de película seca	30-50 μ
Penetración de Erichsen	11-12 mm.
Sección de rejilla	0

10

Tiempo de desecación de polvo: 50-60 minutos según humedad y aireación.

15

Resistencia a disolventes y - 7 Días Endurecimiento bueno
agentes químicos:

14 Días Endurecimiento muy bueno

Estabilidad de almacenaje: Ensayado a través de más de 12 meses.

20

La solución puede emplearse como se ha descrito bajo 1b.

En los ejemplos 2-5, para la preparación de poliésteres conteniendo estaño, se utilizó el mismo compuesto, conteniendo estaño, como en el ejemplo 1 y en la misma cantidad

La indicación de tanto por ciento de peso se refiere a la suma de los ácidos y polioles empleados para la esterificación

25

.../...

30



1
5
10
15
20
25

N O T A
= = = = =

La presente patente de invención, comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la preparación de lacas de poliuretano de un componente, consistente en disolventes usuales de la calidad PUR y el producto de la reacción de 3-isocianato metil-3,5,5-trimetilciclohexilisocianato con poliésteres ramificados, conteniendo grupos de hidroxilo en base de mezclas de ácidos dicarbóxicos alifáticos y aromáticos reaccionando el poliéster y el isocianato en cantidades tales, que por grupo OH correspondan dos grupos de isocianato, y 15-85% preferentemente 30-60% molares de los ácidos carboxílicos son alifáticos y el resto son ácidos aromáticos, sin aditivos extraños catalíticos a 10-35° C preferentemente 15-25° C, caracterizado porque como poliésteres se emplean aquellos que contienen incluye - estaño en la molécula de poliéster.

2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque las lacas de poliuretano de un componente estable en el almacenaje contienen adicionalmente pigmentos secos.

3.- "Procedimiento para la preparación de lacas de poliuretano de un componente".

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva y consta de veintitres hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 29 de Marzo de 1974.

CARLOS FOEB
P. P.

Fdo: Francisco del Pozo

pe
30