

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA  
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO 484.575	(10) A1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 28-9-79	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente declaración y con el contenido de la memoria adjunta.

## PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
P 28 42 641.7	29 de septiembre de 1978	República Federal Alemana.

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C02D 251/34, C08G 18/179	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	--	--

(64) TITULO DE LA INVENCION  PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN POLIISOCIANATO PARA LACAS.
---

(71) SOLICITANTE (S)  BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.
---

DOMICILIO DEL SOLICITANTE  Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.
---

(72) INVENTOR (ES)  Dr. Eberhard König.; Dr. Hans Joachim Kreuder.; Dr. Peter Breidenbach.; y Dr. Josef Pedain.
---

(73) TITULAR (ES)
-------------------

(74) REPRESENTANTE  D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.
---

La presente invención se refiere a un isocianato para lacas sólido, modificado, conteniendo grupos isocianurato, grupos isocianato bloqueados y grupos isocianato libres, a base de 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometilciclohexano (isoforondiisocianato, abreviado: IPDI), a un procedimiento para su obtención mediante trimerización parcial de los grupos isocianato del IPDI y bloqueo parcial a continuación de los grupos isocianato que quedan, así como al empleo del nuevo poliisocianato modificado como reticulador en lacas pulverulentas de poliuretano de dos componentes. Las lacas pulverulentas a base de poliuretano son conocidas. Se diferencian aquí los aglutinantes de dos componentes (por ejemplo, publicaciones alemanas DE-AS 1.957.483 ó DE-OS 2.105.777) y aglutinantes de un solo componente (publicaciones alemanas DE-OS 2.047.718, 2.246.620 y 2.429.517 así como DE-AS 2.351.477). A pesar de que en los procedimientos mencionados en esta literatura como mínimo parcialmente se emplean diisocianatos alifáticos, la estabilidad de color de estos sistemas conocidos frecuentemente es aún insatisfactoria. En especial tienden tanto los aglutinantes descritos en las publicaciones alemanas DE-OS 2.047.718 y DE-AS 2.351.477 a base de hexametildiisocianato, los aglutinantes descritos en la publicación alemana DE-OS 2.429.517 a base de toluilendiisocianato y también los aglutinantes descritos en las publicaciones alemanas DE-OS 2.246.629 y DE-OS 2.105.777 a base de IPDI o bien de productos de adición de IPDI-trimetilolpropano, a pesar del carácter alifático de los componentes isocianato, con excepción de los sistemas de la publicación alemana DE-OS 2.429.517, al sobrecalentarse a un fuerte amarilleamiento. Por el contrario, de las lacas de poliuretano a base de trimerizados de IPDI, tal y

como se describen, por ejemplo, en la publicación alemana DE-OS 2.644.684 ó en la solicitud de patente alemana P 28 06 731.4 es conocido que son especialmente inertes contra las influencias químicas y físicas y conducen a unas lacas que con respecto a su estabilidad de color bajo calor son superiores a las lacas mencionadas en la literatura arriba indicadas. Los trimerizados de IPDI mencionados en último lugar representa, sin embargo, unas resinas con una temperatura de plastificación relativamente alta de unos 105°C. La transformación de estas resinas de alto punto de fusión a una dureza para lacas pulverulentas adecuadas por bloqueo con, por ejemplo,  $\epsilon$ -caprolactama, conduce por lo tanto a considerables dificultades técnicas. Además, la temperatura de plastificación de la resina bloqueada se encuentra muy por encima del límite superior de unos 120-130°C deseado para una fluidez óptima de los aglutinantes pulverulentos.

Era por lo tanto el cometido de la presente invención poner a disposición nuevos poliisocianatos adecuados como reticuladores para las lacas pulverulentas de poliuretano que no tuviesen las desventajas antes mencionadas. Este cometido se pudo solucionar mediante los poliisocianatos modificados a base de IPDI descritos a continuación con más detalle.

Objeto de la presente invención es un poliisocianato para lacas a base de 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometilciclohexano modificado, caracterizado por un contenido, referido al peso, sin inclusión del peso del agente de bloqueo

- a) de grupos isocianato trimerizados, presentes en forma de grupos isocianurato, en un 5,7 hasta 17,0% en peso,
- b) de grupos isocianato bloqueados con agentes de bloqueo en

si conocidos, en un 10,4 hasta 29,0% en peso, y  
c) de grupos isocianato libres en un 2,1 hasta 16,0% en peso.

Objeto de la presente invención es también un procedimiento para la obtención de este nuevo poliisocianato modificado, caracterizado porque en una primera etapa de reacción 5,7 hasta 17,0% en peso de la totalidad del 37,8% en peso de los grupos isocianato del 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometil-ciclohexano se transforma por trimerización catalítica, en sí conocida, en grupos isocianurato y, en una segunda etapa de reacción, otro 10,4 hasta 29,0% en peso del 37,8% en peso de los grupos isocianato presentes en total en el diisocianato de partida, se bloquea por adición de una cantidad correspondiente de un agente de bloqueo en sí conocido, de manera que del 37,8% en peso original se presenten como mínimo un 2,1% en peso de grupos isocianato libres, referido al peso total, excluyendo el peso del agente de bloqueo.

Objeto de la presente invención es finalmente también el empleo de los nuevos poliisocianatos modificados como componente isocianato en las lacas pulverulentas de poliuretano de dos componentes reticulables por calor.

La primera etapa del procedimiento de la presente invención consiste en una trimerización de una parte de los grupos isocianato del IPDI. Esta trimerización se efectúa en forma en sí conocida empleando catalizadores de trimerización en sí conocidos, por ejemplo, empleando fosfinas, fenolatos alcalinos, mezclas de N,N'-endoetilenpiperazina y óxido propilénico, tal y como se describen, por ejemplo, en la publicación alemana DE-OS 1.934.763, patente británica 1.392.066, patente británica 1.386.399 ó en la publicación alemana DE-OS 2.644.684. Entre los catalizadores especialmente preferentes se

encuentran los hidroxidos amónicos cuaternarios, conteniendo como mínimo un grupo hidroxialquilo, según la solicitud de patente alemana P 28 06 731.4, por ejemplo, el hidróxido de 2-hidroxietyl-trimetil-amonium.

5                   Condición previa para la actitud de los catalizadores de trimerización es su desactividad, por ejemplo, mediante un veneno de catalizadores o mediante la influencia de calor. Los catalizadores de la solicitud de patente alemana P 28 06 731.4 muestran la ventaja de que desarrollan su eficacia inmediatamente, es decir, sin ningún tiempo de incubación. Simultáneamente comienzan estos catalizadores a descomponerse técnicamente bajo la temperatura en la que se desarrolla la trimerización, de manera que el grado de trimerización se puede regular, con temperatura de partida preseleccionada, en forma sencilla, mediante la cantidad de catalizador agregado. En el caso de emplear catalizadores térmicamente estables es necesaria la interrupción de la reacción de trimerización en el grado de trimerización deseado (porcentaje de los grupos isocianato trimerizados referido a la cantidad total de los grupos isocianato originalmente presentes) mediante la adición de un veneno de catalizadores adecuado.

10

15

20

                  La reacción de trimerización se interrumpe en la primera etapa del procedimiento de la presente invención con un contenido en NCO de la mezcla de reacción (referido al componente isocianato) de un 32,1 hasta 20,8, preferentemente un 28,35 hasta 24,6% en peso. En la práctica se procede aquí por ejemplo, calentando el IPDI en un reactor a una temperatura en la zona de 40 hasta 70°C y dosificando el catalizador (por ejemplo, una solución de hidróxido de 2-hidroxietyl-trimetil-amonium según los ejemplos de realización a continuación de manera que se mantenga la temperatura entre 80-90°C. Baja así

25

30

el contenido en NCO, a partir del valor de partida de un 37,8% en peso, en forma continua.

El grado de trimerización se puede graduar aquí bien mediante el empleo de una cantidad total del catalizador previamente calculada o bien determinada en un ensayo previo, o también mediante la adición de un veneno de catalizadores, tal como por ejemplo ácido perfluorbutansulfónico.

A continuación a esta trimerización parcial de los grupos isocianato del diisocianato de partida se efectúa en la segunda etapa del procedimiento de la presente invención el bloqueo de una parte adicional de los grupos isocianato mediante adición de un agente de bloqueo, a por ejemplo 100 hasta 130°C. La cantidad de este agente de bloqueo se mide aquí de manera de por cada mol de IPDI, empleado como producto de partida, estén disponibles 0,55 hasta 1,53, preferentemente 0,6 hasta 1,1 equivalentes del agente de bloqueo, seleccionándose preferentemente el grado de trimerización y el grado de bloqueo de manera que estén presentes, como mínimo, 0,11, preferentemente, como mínimo 0,2 y como máximo 0,85, preferentemente como máximo 0,7 equivalentes de grupos isocianato libres por mol de diisocianato de partida.

Agentes de bloqueo adecuados son, por ejemplo, los fenoles, tales como el fenol, los cresoles isómeros, la metiletilcetoxima, la ciclohexanonoxima, los alcoholes tales como metanol, terc.-butanol o ciclohexanol, el malonato de dietilo, el acetoacetato de etilo, los distintos triazoles isómeros y, especialmente,  $\epsilon$ -caprolactama.

Ambas etapas del procedimiento de la presente invención se realizan preferentemente en sustancia, es decir, libres de disolvente a parte de las reducidas cantidades de

disolvente de las soluciones de catalizador en caso dado empleadas simultáneamente.

Para la obtención de los poliisocianatos parcialmente bloqueados es conveniente proceder en la secuencia indicada, es decir, realizar en la primera etapa de reacción la reacción de ciclopólimerización y solo en la segunda etapa de reacción la etapa de bloqueo. Esta manera de proceder tiene la ventaja de que la primera etapa de reacción se realiza en un margen de viscosidad bajo y, por lo tanto, se puede dominar mejor la trimerización más sensible. En principio también sería sin embargo posible una inversión de las etapas de reacción mencionadas.

Los productos del procedimiento de la presente invención muestran por lo tanto aún grupos isocianato libres en exceso, grupos isocianato bloqueados y grupos isocianurato.

Por mol de diisocianato de partida se encuentran en los productos del procedimiento 0,3 hasta 0,9, preferentemente 0,5 hasta 0,7 equivalentes de grupos isocianato en forma trimerizada, 0,55 hasta 1,53, preferentemente 0,6 hasta 1,1 equivalentes de grupos isocianato en forma bloqueada y 0,11 hasta 0,85, preferentemente 0,2 hasta 0,7 equivalentes de grupos isocianato en forma libre, de manera que la suma de los equivalentes en grupo isocianato trimerizados y grupos isocianato bloqueados asciende preferentemente a como mínimo 1,3. Esto corresponde a un contenido de un 5,7 hasta 17,0, preferentemente 9,45 hasta 13,2% en peso de grupos isocianato en forma trimerizada, de un 10,4 hasta 29,0, preferentemente 11,3 hasta 20,8% en peso de grupos isocianato en forma bloqueada y un contenido en grupos isocianato libres de un 2,1 hasta 16,0, preferentemente 3,8 hasta 13,2% en peso, referido al peso del poliisociana-

to modificado sin la inclusión del peso del agente de bloqueo presente. En caso de que el agente de bloqueo se incluya en el cálculo de los porcentajes contienen los productos de la presente invención por lo general entre un 4,4 y 9,5% en peso de grupos NCO trimerizados, entre un 8,0 y 16,3% en peso de grupos NCO bloqueados y de un 1,6 hasta 9,0% en peso de grupos NCO libres.

Los productos del procedimiento de la presente invención representan a temperatura ambiente compuestos sólidos, estables, que muestran solo un reducido contenido en disociadores.

Mediante selección adecuada tanto del grado de trimerización como también del grado de bloqueo dentro de los límites mencionados y también mediante selección adecuada del agente de bloqueo se puede ajustar, por lo demás, un margen de fusión óptimo y, además, influir en la fluidez y en el brillo de la laca al emplear según la presente invención los productos del procedimiento de la presente invención.

A pesar de su contenido en grupos isocianato libres, frecuentemente aún alto, los productos del procedimiento de la presente invención son excelentemente adecuados como reticuladores en las lacas pulverulentas. Según el actual estado de la técnica en el terreno de la obtención de aglutinantes para lacas pulverulentas se emplean los grupos NCO responsables de una reticulación solo en zona totalmente bloqueada para evitar el peligro de un endurecimiento prematuro, bien sea durante el almacenamiento o durante la mezcla homogénea con, por ejemplo, resinas que contengan OH, pigmentos, etc. en la extrusora a temperaturas de unos 100-120°C. Era por lo tanto sorprendente y no de esperar que los endurecedores de la presente

invención se pudiesen elaborar a polvos de laca estables al almacenamientos y listos para su aplicación.

Los productos del procedimiento de la presente invención se combinan, en su empleo como endurecedores para lacas pulverulentas, con las resinas usuales para lacas pulverulentas a base de poliuretano, es decir, preferentemente con resinas que contengan grupos hidroxilo.

Como resinas conteniendo grupos hidroxilo son adecuadas aquellas cuya temperatura de plastificación, determinado por termoanálisis diferencial (DTA), se encuentran entre 40 y 140°C, preferentemente entre 45 y 100°C, sus índices de hidroxilo entre 30 y 200, preferentemente 40 y 130, y su peso molecular medio entre 400 y 10.000, preferentemente entre 1000 y 5000.

Tales resinas que contienen grupos hidroxilo son, por ejemplo:

1. Los poliésteres que contienen grupos hidroxilo que se obtienen en la forma usual de glicoles o bien en polioles aromáticos o alifáticos o cicloalifáticos, preferentemente debido a su mejor estabilidad al encretamiento y a los agentes atmosféricos de glicoles alifáticos o cicloalifáticos y ácidos policarboxílicos o bien sus derivados funcionales (ésteres, cloruros de ácido, etc) (véase Houben-Weyl, XIV/2, páginas 1-46). Glicoles adecuados son, por ejemplo, etilenglicol, 1,2-propandiol, 1,4-butandiol así como los isómeros, neopentilglicol, 1,6-hexandiol y los isómeros, 4,4'-dihidroxidiciclohexilpropano-2,2 y ciclohexandiol. Polioles adecuados son, por ejemplo, trimetilolpropano y hexantriol. Ácidos policarboxílicos adecuados son, por ejemplo, ácido tetrahidroftálico, ácido tereftálico, ácido ftálico, ácido

isoftálico y ácido trimelítico. Tienen especial preferencia los poliésteres conteniendo grupos hidroxilo que están constituidos de aproximadamente un 50-65% en peso de ácidos policarboxílicos aromáticos, un 30-45% en peso de glicoles alifáticos y aproximadamente un 5% en peso de trioles alifáticos.

2. Los copolímeros conteniendo grupos hidroxilo tal y como se obtienen por copolimerización de, por ejemplo, hidroxialquilacrilatos o bien metacrilatos con ésteres alquílicos de ácido acrílico o bien metacrílico, así como, en caso dado, ulteriores monómeros olefinicamente insaturados, y/o como se obtienen según la publicación alemana DE-OS 2.137.239 de los copolímeros de estireno-ácido maléico por esterificación parcial de los grupos ácido con óxido etilánico.

Para la obtención de los polvos de laca listos para su uso se mezcla la resina que contiene grupos hidroxilo y el poliisocianato para lacas según la presente invención y en caso dado también con pigmentos, por ejemplo, dióxido de titanio, medios fluidificadores, tales como por ejemplo polibutilacrilato o compuestos de silicona y otros aditivos usuales, y se mezcla en extrusionadoras o amasadoras a temperaturas entre 100 y 120°C en fusión a un material homogéneo. El material solidificado se moltura y mediante tamización se libera de las partículas con una granulometría superior a 0,1 mm. Las resinas que contienen grupos hidroxilo y los productos del procedimiento de la presente invención se emplean aquí en tales proporciones cuantitativas de manera que por cada grupo hidroxilo de la resina que contienen grupos hidroxilo estén disponibles en total 0,6 hasta 1,2 preferentemente 0,8 hasta 1,0 grupos isocianato libres o bloqueados.

Las lacas pulverulentas así preparadas se pueden aplicar según procedimientos de aplicación de polvo usuales, tales como por ejemplo pulverización electrostática o sinterización en lecho fluidificado sobre las partes conformadas a recubrir. El endurecimiento de los recubrimientos se efectúa por calentamiento a temperaturas de 150-220°C, preferentemente 170-190°C. Se obtienen revestimientos duros, brillantes y elásticos con excelentes propiedades protectoras contra la corrosión y una estabilidad de color bajo calor muy buena. En comparación con los aglutinantes totalmente bloqueados se pueden endurecer las lacas pulverulentas obtenidas según la presente invención a una temperatura de cocción más baja.

En los ejemplos a continuación representan todas las indicaciones de porcentajes, con excepción de los valores del brillo, porcentos en peso.

Obtención de la solución de catalizador de hidróxido de 2-hidroxi-etil-trimetilamonium.

En una mezcla de 59 g (1 mol) de trimetilamina, 50 g de agua y 50 g de metanol se introducen bajo agitación 44 g (1 mol) de óxido etilénico manteniéndose la temperatura durante la reacción en 50°C. La solución de color oscuro del producto de reacción se diluye a continuación con 827 g de dimetilformamida, correspondiente a una solución al 10%, y está entonces lista para su aplicación.

Obtención de los endurecedores de poliisocianato según la presente invención (ejemplos 1 hasta 3).

EJEMPLO 1.-

2664 g (12 moles) de 3-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometil-ciclohexano (IPDI) se calientan a

60°C. Bajo agitación se agregan unos 20 cc de la solución de catalizador arriba descrita en dos porciones, observándose inmediatamente una subida de la temperatura. En caso dado por enfriamiento se mantiene una temperatura interior de 80-90°C hasta que el contenido en NCO haya bajado a un 27,5% después de unos 30-40 minutos. Después se introduce y agita una mezcla de 1 cc de ácido perfluorbutansulfónico en 2 cc de dimetilformamida para neutralizar el catalizador básico. La mezcla de poliisocianato, que contiene aproximadamente un 55% de IPDI ciclopolicimerizado corresponde a una reacción de 0,55 equivalentes de grupos isocianato por mol de IPDI empleado, y que a 20°C muestra una viscosidad de aproximadamente 60.000 mPas, se puede almacenar y seguir elaborando como sigue.

Se eleva la temperatura a 90-100°C y bajo agitación se introducen 985 g (8,7 moles) de  $\epsilon$ -caprolactama fundida. La reacción de bloqueo exotérmica hace que la temperatura del preparado suba a 120-130°C. Para completar la reacción se sigue agitando aún durante 30 minutos a 130°C y la fusión se vierte. La resina solidificada, cuyos grupos NCO que aún están disponibles para la reacción de reticulación están en un 50% bloqueados y en un 50% libres, tiene una temperatura de transformación de cristal de 47°C. El contenido en grupos NCO bloqueados en el IPDI modificado, determinado analíticamente (calculado como NCO) se encuentra en un 10%. El contenido en grupos NCO libres en un 8,5%, por lo que el peso equivalente de NCO, incluyendo el peso del medio de bloqueo, se calcula en 227 g. Del 37,8% de grupos NCO del IPDI originalmente empleado se encuentran en el producto del procedimiento descrito, un 10,3% en forma trimerizada, un 13,7% en forma bloqueada y un 11,8% en forma libre. Los grupos NCO no recogidos

(un 2%) han reaccionado bajo alofanatización.

EJEMPLO 2.-

2664 g (12 moles) de IPDI se trimerizan como descrito en el ejemplo 1 b hasta un contenido en NCO de aproximadamente un 27,5%. El catalizador de trimerización se hace entonces ineficaz mediante calentamiento durante 15 minutos a 120°C. A continuación se bloquean el 70% de los grupos NCO aún existentes mediante adición de 1380 g (12,2 moles) de  $\epsilon$ -caprolactama en la forma descrita en el ejemplo 1. La resina solidificada tiene una temperatura de transformación de cristal de 52°C, un contenido en grupos NCO bloqueados, determinado analíticamente (calculado como NCO) de un 12,6% y un contenido en grupos NCO libres del 5,4%, de manera que se obtiene un peso equivalente de NCO, bajo incorporación del peso del agente de bloqueo, de 233 g. Este poliisocianato de laca contiene un 10,3% de grupos NCO en forma trimerizada, un 19,2% de grupos NCO en forma bloqueada y un 8,2% de grupos NCO en forma libre, referido al peso, sin incorporación del peso del agente de bloqueo.

EJEMPLO 3.-

2664 g (12 moles) de IPDI se hacen reaccionar como descrito en el ejemplo 1 hasta un contenido en NCO de aproximadamente un 24,6%. Este contenido en NCO corresponde a la ciclopólimerización de 0,7 equivalentes de grupos NCO por 1 mol de IPDI. La viscosidad de esta mezcla de poliisocianato a 20°C asciende a 130.000 mPas. A 100°C se vierten bajo agitación 900 g (8 moles) de  $\epsilon$ -caprolactama, correspondientes a un bloqueo del 50% aproximadamente de los grupos NCO aún presentes. La temperatura interior se eleva aquí a 140°C y la reacción se realiza durante 20 minutos a esta temperatura. La fusión se

vierte y la resina solidificada se desmenuza. El endurecedor muestra una temperatura de transformación de cristal de  $50^{\circ}\text{C}$ , un contenido, determinado analíticamente, en grupos NCO bloqueados de un 9,1%, un contenido en grupos NCO libres del 8,6% y por lo tanto un peso equivalente en NCO, bajo incorporación del peso del agente de bloqueo, de 237 g.

De 37,8% de grupos NCO originalmente empleados se encuentra en este poliisocianato para lacas un 13,2% en forma trimerizada, un 11,8% en forma bloqueada y un 11,2% en forma libre.

Los grupos NCO no recogidos (1,6% en peso) han reaccionado evidentemente bajo alofanatización.

Ejemplos de empleo (ejemplos 4 hasta 7).

EJEMPLO 4.-

49,5 partes en peso de un poliéster conteniendo grupos hidroxilo, a base de ácido tereftálico, neopentilglicol, hexandiol-1,6 y trimetilolpropano, con el índice OH 50 y el peso equivalente OH 1120, 10,0 partes en peso del endurecedor según el ejemplo 1, 39,9 partes en peso de un pigmento de titanio comercial (rutilo) y 0,6 partes en peso de un eluyente comercial a base de acrilato se funden y homogenizan en una extrusora a unos  $120^{\circ}\text{C}$ . La dosificación del poliéster de polihidróxido y del endurecedor se efectúa aquí en proporción de los pesos equivalentes. Después de solidificar la fusión se moltura el producto. El polvo de laca muestra una temperatura de transformación de cristal de  $53^{\circ}\text{C}$ . La fracción con la granulometría 0,02 - 0,1 mm se aplica mediante un dispositivo pulverizador electroestático sobre chapas de ensayo y se endurece en el horno de cochuración durante 15 minutos a  $180^{\circ}\text{C}$ . Se obtienen los siguientes valores técnicos en las lacas:

	Profundización según Erichsent (DIN 53.156)	> 10 mm
	Profundización según Erichsent después de envejecer durante 3 días a 70°C	10 mm
5	Brillo, ángulo de reflexión 60°C 9 (ASTM - D 523)	91%
	Ensayo de flexión de pua cónica (ASTM 522)	35%
10	Ensayo de flexión de pua escalonada (DIN 53.152)	2 mm
	Corte de rejilla (DIN 53.151)	GTO
	La resistencia a la sobrecochuración de esta laca se demuestra mediante la siguiente serie de ensayos:	
	Trstamiento	
15	térmico:	10' 220°C 15' 200°C 30' 200°C 10' 220°C 20' 220°C
	Grado de blan cura según A. Berger (valor en el reflec- tómetro según DIN 67.530) /unidades El- repho/	81,9      80,8      79,8      79,0      78,0
20	<u>EJEMPLO 5.-</u>	
	49,3 partes en peso del poliéster conteniendo grupos hidroxilo del ejemplo 4, 10,2 partes en peso del endu- recedor del ejemplo 2, 39,9 partes en peso del pigmento de ti- tanio del ejemplo 4 y 0,6 partes en peso del eluyente del ejem- plo 4 se elaboran como descrito en el ejemplo 4 a una laca pul- verulenta.	
25	La dosificación de los componentes aglutinan- tes se efectúa aquí en proporción con los pesos equivalentes. Las lacas de ensayo recubiertas muestran después de cochurar durante 10' a 200°C una excelente cobertura de las aristas así	
30		

como una superficie totalmente libre de perturbaciones en un espesor de capa de unos 0,07 mm. Otros datos técnicos de la laca son:

	Profundización según Erichsent	10 mm
5	Brillo-60°	92%
	Grado de blancura según A. Berger	82,5 unidades El-repho
	Resistencia a la flexión de pua cónica	35%
	Resistencia a la flexión de pua escalonada	2 mm
	Corte de rejilla	GTO

10 EJEMPLO 6.-

49,1 partes en peso del poliéster conteniendo grupos hidroxilo del ejemplo 4, 10,4 partes en peso del endurecedor del ejemplo 3, 39,9 partes en peso del pigmento de titanio del ejemplo 4 y 0,6 partes en peso del eluyente del ejemplo 4 se elaboran a una laca pulverulenta. La dosificación de los componentes de aglutinante se efectúa en proporción con los pesos equivalentes. Las chapas de ensayo recubiertas se cocuran tanto durante 10' a 200°C como también durante 30' a 160°C. Se obtienen las siguientes propiedades en la laca:

20	Profundización según Erichsent	10 mm
	Brillo-60°	91-92%
	Grado de blancura según A. Berger	84-86 unidades Elrepho
	Ensayo de flexión de pua cónica	35%
	Ensayo de flexión de pua escalonada	2mm
25	Corte de rejilla	GTO

EJEMPLO 7.-

52,7 partes en peso del poliéster conteniendo grupos hidroxilo del ejemplo 4, 6,8 partes en peso del endurecedor del ejemplo 3, 39,9 partes en peso del pigmento de titanio del ejemplo 4 y 0,6 partes en peso del eluyente del ejemplo

4 se elaboran como descrito en el ejemplo 4 a una laca pulverulenta. Correspondiente a una sub-reticulación se efectúa aquí la dosificación de los componentes de aglutinante en proporción equivalente OH/NCO = 1/0,6. Las chapas de ensayo recubiertas tienen, después de cocer durante 10 minutos a 200°C, las siguientes propiedades técnicas:

5	Profundización según Erichsent	10 mm
	Brillo-160°	91,5%
	Grado de blancura según A. Berger	85,5 unidades Elrepho
10	Corte de rejilla	GTO
	Comprobación de pulverización de sal 500 horas (DIN 53.167)	sin determinar
	Ensayo del agua de sudor 100 horas (DIN 50.017)	sin determinar
15	Estabilidad a la abrasión	60 mg de abrasión
	(Muela de Tabor-Abraisor CS 10 1000 revoluciones)	

Las lacas pulverulentas listas para su uso descritas en los ejemplos 4 hasta 7 se mantienen fluidas a una temperatura de 45 hasta 50°C durante un período de cuatro semanas. Después de un almacenamiento a temperatura ambiente durante un período de medio año no pierden las propiedades de uso y de formación de películas descritas.

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.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de un poliisocianato para lacas a base de 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometil-ciclohexano modificado, caracterizado porque en una primera etapa de reacción un 5,7 hasta 17,0 % en peso de la totalidad del 37,8% en peso de los grupos isocianato del 1-isocianato-3,5,5-trimetil-5-isocianatometil-ciclohexano se transforma por trimerización catalítica, en si conocida, en grupos isocianurato y, en una segunda etapa de reacción, otro 10,5 hasta 29,0% en peso del 37,8% en peso de los grupos isocianato presentes en total en el diisocianato de partida, se bloquea por adición de una cantidad correspondiente de un agente de bloqueo en si conocido, de manera que del 37,8% en peso original se presenten como mínimo un 2,1% en peso de grupos isocianato libres, referido al peso total, excluyendo el peso del agente de bloqueo.

2.- Procedimiento para la obtención de un poliisocianato para lacas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, -5 DIC. 1978

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. M. GOMEZ ACEBO Y PUMBU  
c. p. Firmado J. Suarez Diaz

