



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 366 987**

51 Int. Cl.:

C08G 18/28 (2006.01)

C08G 18/70 (2006.01)

C08G 18/79 (2006.01)

C09D 175/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08786355 .1**

96 Fecha de presentación : **23.07.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2173784**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.04.2010**

54

Título: **Composiciones de poliisocianato dispersables en agua.**

30

Prioridad: **26.07.2007 IT VA07A0066**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.10.2011

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.10.2011

73

Titular/es: **LAMBERTI S.p.A.**
Ufficio Brevetti Via Piave 18
21041 Albizzate, VA, IT

72

Inventor/es: **Costa, Gabriele;**
Mapelli, Mauro y
Li Bassi, Giuseppe

74

Agente: **Martín Santos, Victoria Sofía**

ES 2 366 987 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composiciones de poliisocianato dispersables en agua

5 **Campo Técnico**

La presente invención se refiere a composiciones no acuosas dispersables en agua que comprenden: I) poliisocianatos que se vuelven hidrófilos por reacción con un 1,3- ó 1,2-diol no iónico que contiene una cadena de polioxipropileno y/o polioxietileno terminada en alcoxi y II) uno o más alcohol fosfatos etoxilados que tienen al menos un grupo fosfórico en forma ácida.

Las composiciones de la invención son útiles, en particular, como agentes de reticulación para dispersiones acuosas de poliuretano para preparar revestimientos para cuero, papel, cartón, plásticos y metales y para la preparación de adhesivos, pastas de imprimación y agentes de impregnación de telas y fibras.

15 **Técnica Antecedente**

El uso de agentes de reticulación de poliisocianato hidrófilos en los campos del cuero, adhesivos, pinturas y barnices se conoce desde hace mucho tiempo. Generalmente, las composiciones de poliisocianato emulsionables o dispersables en agua se co-formulan poco antes del uso con otros productos, principalmente con dispersiones y/o emulsiones acuosas de poliuretano o acuosas de poliacrilato, y se aplican sobre el artículo que se va a tratar.

De hecho, los poliisocianatos emulsionables reaccionan por medio de sus grupos isocianato con hidrógenos activos de los polímeros y finalmente con los suyos propios, generando de esta manera un agente de reticulación que hace que la película sea muy resistente.

Muchas patentes describen la preparación y uso de poliisocianatos dispersables en agua que son útiles como agentes de reticulación.

A modo de ejemplo, el documento US 4.663.377 describe composiciones de poliisocianato dispersables en agua que comprenden un poliisocianato emulsionable en agua obtenido por la reacción de un poliisocianato alifático con un poliéter alcohol no iónico que contiene unidades de oxietileno; el documento US 4.663.377 no describe el uso de 1,3- ó 1,2-diol no iónico que contiene una cadena de polioxietileno terminada en alcoxi como poliéter alcohol. El documento US 5.583.176 se refiere a poliisocianatos emulsionables en agua obtenidos por la reacción de poliisocianatos con compuestos que contienen un grupo sulfónico (o anión del mismo) y un grupo funcional capaz de reaccionar con los grupos isocianato; entre estos compuestos se cita el uso de un diol 1,3-sulfonado que contiene una cadena de oxietileno, pero sin atribuirle ventajas particulares.

El documento US 5.852.111 describe composiciones de poliisocianato que comprenden poliisocianatos hidrófilos y un tensioactivo iónico; en la patente sólo se usan tensioactivos iónicos en forma de sales; nunca se analizan tensioactivos no ionizados en forma ácida.

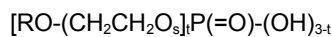
En la solicitud de patente EP 1 567 574 de los presentes solicitantes se describen dispersiones acuosas estables de poliisocianatos bloqueados que se han obtenido por la reacción de un poliisocianato, un agente bloqueante y 1,3- o 1,2-dioles no iónicos, junto con su uso en la preparación de agentes de acabado de artículos textiles. El alcance de la presente invención es proporcionar composiciones no acuosas estables que comprendan poliisocianatos hidrófilos no iónicos no bloqueados útiles como agentes de reticulación para polímeros dispersados en agua, particularmente para poliuretanos y capaces de formar películas que tengan una alta resistencia mecánica y química, buena adhesión, especialmente sobre el cuero y las pieles, junto con una alta transparencia.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar composiciones que comprendan poliisocianatos hidrófilos no iónicos y no bloqueados que se puedan dispersar fácilmente en agua y que sean tan estables que sean adecuadas para uso industrial.

55 **Divulgación de la Invención**

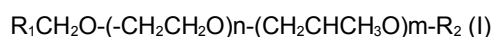
Ahora se ha descubierto que composiciones que contienen: i) de un 30 a un 99% en peso de uno o más poliisocianatos hidrófilos no iónicos obtenidos por la reacción de a) poliisocianatos alifáticos o cicloalifáticos que contienen de 3 a 10 grupos isocianato por molécula; b) al menos un 1,3- o 1,2-diol no iónico que contiene una sola cadena de polioxipropileno y/o polioxietileno terminada en alcoxi; ii) de un 1 a un 20% en peso, y preferiblemente de un 5 a un 15% en peso, de uno o más alcohol fosfatos etoxilados en forma ácida; iii) de un 0 a un 50% en peso, y preferiblemente de un 5 a un 30% en peso de un disolvente orgánico que es miscible con agua.

Los alcohol fosfatos etoxilados en forma ácida útiles para la realización de la presente invención tienen la siguiente fórmula general:

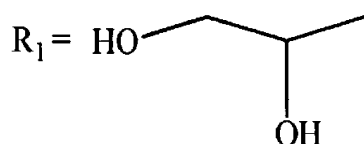


en la que R es un grupo alquilo lineal o ramificado, saturado o insaturado, que tiene de 4 a 20 átomos de carbono, s es un número de 2 a 20, t es 1 ó 2. La forma ácida del alcohol fosfato etoxilado de las composiciones es necesaria para aumentar la estabilidad (duración útil) y para reducir las dimensiones de las partículas de las dispersiones acuosas que pueden prepararse a partir de las composiciones de la presente invención y permitir obtener diámetros de partículas por debajo de 200 nm y películas que muestran una transparencia sorprendente. Son particularmente útiles para la realización de la invención los alcohol fosfatos etoxilados descritos anteriormente que tienen propiedades tensioactivas, en particular los alcohol fosfatos etoxilados en los que R es un grupo alquilo lineal o ramificado, saturado, que tiene de 12 a 15 átomos de carbono y s es un número de 4 a 10.

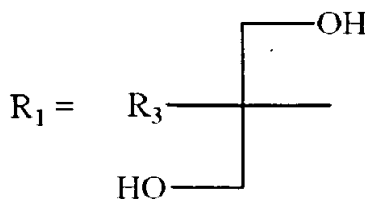
Entre los 1,3- o 1,2-dioles no iónicos que contienen una sola cadena de polioxipropileno y/o polioxietileno terminada en alcoxi que son útiles para la realización de la presente invención, se citan dioles que tienen la siguiente fórmula general:



en la que



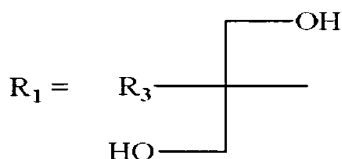
(II)



(III)

R₂ y R₃ pueden ser iguales o diferentes entre sí y se eligen entre metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo; n es un número de 0 a 40; m es un número de 0 a 40; la suma n + m es un número de 20 a 80, preferiblemente de 20 a 40.

Los 1,3-dioles de fórmula general (I)



(III)

en la que

R₂ es metilo, R₃ es etilo, n es de 15 a 30 y m es de 0 a 10 se prefieren para la realización de la presente invención; son ejemplos de dichos dioles Tegomer® D-3403 y Tegomer® D-3123, comercializados por Th. Goldschmidt AG.

5 El uso de estos dioles optimiza la hidrofilia, maximizando la dispersabilidad y la poli-funcionalidad del poliisocianato.

Los poliisocianatos hidrófilos no iónicos de la presente invención contienen de un 1 a un 25% en peso, preferiblemente de un 3 a un 15% en peso de cadenas de polioxietileno y/o polioxipropileno derivadas de los 1,3- y/o 1,2-dioles no iónicos mencionados anteriormente, y pueden contener además hasta un 10% en peso de cadenas de polioxietileno y/o polioxipropileno que derivan de la reacción de un poliisocianato con otros alcoholes etoxilados y/o propoxilados, tales como, a modo de ejemplo, los derivados etoxilados y/o propoxilados de metanol, n-butanol, ciclohexanol, 3-metil-3-hidroximetiloxietano, etilenglicol, propilenglicol, glicerol y trimetilolpropano, y mezclas de los mismos.

15 Son ejemplos de poliisocianatos que pueden usarse para la realización de la invención los compuestos obtenidos a partir de la trimerización, biuretización, uretanización o alofanación de poliisocianatos, tales como hexametilendiisocianato, isoforonadiisocianato, 4,4'-diclohexilmetanodiisocianato y mezclas de los mismos.

El poliisocianato preferido es el isocianurato de hexametilendiisocianato.

20 De acuerdo con una realización preferida, las composiciones de la invención consisten en i), ii) y iii).

El disolvente orgánico que es miscible con agua no reaccionará con los grupos isocianato; preferiblemente el disolvente es una cetona, una amida, una lactona, una lactama, un éter cíclico o alicíclico, un éster, un carbonato lineal o cíclico o una mezcla de los mismos; más preferiblemente, el disolvente se elige entre acetona, etil metil cetona, ciclohexanona, dimetilamidas de ácidos, 1,3-dioxolano, dibutileter, dimetil, dietil o dibutil cellosolve, dimetil, dietil o dibutil carbitol, dimetil, dietil o dibutiléter de propilenglicol, dimetil éter de dipropilenglicol, acetato de monometil éter de dipropilenglicol, acetato de monometil éter de propilenglicol, dimetoximetano, éster metílico de ácido adípico o succínico, acetato de etilo, acetato de butilo, acetato de metoxipropilo, tetrametilacetato de glioxal, carbonato de propileno, carbonato de dietilo, etilpirrolidona, metilpirrolidona y mezclas de los mismos.

Los alcohol fosfatos etoxilados en forma ácida útiles para la presente invención muestran buena compatibilidad con el poliisocianato hidrófilo, el disolvente y las cadenas de oxietileno, también cuando están en forma anhidra.

35 Por lo tanto, es posible añadir los alcohol fosfatos etoxilados en forma ácida, en forma anhidra o con menos del 1% de agua, tanto durante la síntesis del poliisocianato como al final de la preparación, como se describe más adelante.

Las composiciones de poliisocianatos hidrófilos de la presente invención, cuando se dispersan en agua a concentraciones comprendidas entre un 1 y un 10% en peso, son visualmente homogéneas y no muestran la formación de depósitos incluso 24 horas después de su dispersión, a temperatura ambiente; también puede observarse por valoración (método ASTM D2572) que, en las mismas condiciones, 6 horas después de su dispersión en agua, aún están presentes más de la mitad de los grupos isocianato.

La alta estabilidad de las dispersiones en agua obtenidas a partir de las composiciones de la presente invención hace que sean especialmente adecuadas para uso en aplicaciones industriales.

La preparación de las composiciones comprende las siguientes etapas: A) hacer reaccionar a una temperatura comprendida entre 30 °C y 120 °C uno o más poliisocianatos alifáticos o cicloalifáticos que contienen de 3 a 10 grupos isocianato por molécula y al menos un 1,3- o 1,2-diol no iónico que contiene una sola cadena de polioxipropileno y/o polioxietileno terminada en alcoxi, ajustando su relación de equivalentes de forma que el poliisocianato hidrófilo no iónico obtenido contenga de un 1 a un 25% en peso, preferiblemente de un 3 a un 15% en peso de cadenas de polioxietileno y/o polioxipropileno derivadas del 1,3- y/o 1,2-diol o no iónico; B) diluir el producto obtenido de esta manera con el disolvente orgánico para preparar el poliisocianato no iónico hidrófilo a una concentración del 30 al 99% en peso, preferiblemente del 60 al 90% en peso en la composición final; estando los alcohol fosfatos etoxilados en forma ácida mezclados indiferentemente con los reactivos de la etapa A) o añadidos a la mezcla que se obtiene al final de la etapa A), o presentes en el disolvente de dilución, o añadidos al final de la etapa B), en tal cantidad que su concentración en la composición final sea de un 1 a un 20% en peso, preferiblemente de un 5 a un 15% en peso.

60 Por el procedimiento de esta invención, se obtienen composiciones no acuosas de poliisocianatos no iónicos hidrófilos que son estables durante al menos 6 meses a temperatura ambiente.

Las composiciones obtenidas por el procedimiento de la invención pueden usarse ventajosamente para la preparación de revestimientos para cuero, papel, cartón, plástico y metales, para la preparación de adhesivos, pastas de imprimación y agentes de impregnación para tejidos y fibras.

En los ejemplos se han usado los siguientes materiales:

Poliéter 1 = Tegomer® D-3403, diol etoxilado de acuerdo con la invención con un peso molecular de 1220 g/mol y una fórmula general I en la que R₁ es (III), R₂ es metilo, R₃ es etilo, m = 0; comercializado por Th. Goldschmidt AG.

Poliéter 2 = mono-hidroxi poliéter obtenido por etoxilación de metanol, peso molecular 500 g/mol.

Poliisocianato 1 = Tolonate® HDT LV2, producto de isocianuración de hexametilendiisocianato, con un contenido de grupos isocianato de 23,0 ± 1%, contenido seco 100%; comercializado por Rhodia.

Poliisocianato 2 = Tolonate® HDB LV, producto de biuretización de hexametilendiisocianato, con un contenido de grupos isocianato de 23,0 ± 1%, contenido seco 100%; comercializado por Rhodia.

Poliisocianato 3 = Desmodur® XP241 0, producto de la isocianuración de hexametilendiisocianato, con un contenido de grupos isocianato de 24,0 ± 1%, contenido seco 100%; comercializado por Bayer.

Tensioactivo 1 = 6 moles de alcohol fosfato C₁₂-C₁₅ etoxilado en forma ácida (% P = 7,1; índice de acidez = 200-210).

Rolflex® D148 = dispersión de poliuretano alifática basada en poliéter, contenido seco 35%, comercializado por Caesalpinia Chemicals, Italia.

Basonat® HW/PC = agente de reticulación de poliisocianato comercializado por BASF, Alemania.

Ejemplo 1

Se cargan 82,458 g (135 mequiv.) del poliéter 1 y 100 g de tensioactivo 1 en un reactor equipado con un agitador mecánico, termómetro y condensador en una atmósfera de nitrógeno a temperatura ambiente. La mezcla se destila al vacío para reducir el contenido de agua residual a valores inferiores al 0,05%, medido por valoración de Karl Fisher.

Se cargan 817,542 g (4406 mequiv.) del poliisocianato 1 con agitación a una temperatura de 40 °C en una atmósfera de nitrógeno.

La mezcla después se calienta a 90 °C y se mantiene a 85-90 °C durante aproximadamente una hora, hasta que los grupos isocianato alcanzan un valor en porcentaje del 18% (determinado en todos los ejemplos de acuerdo con el método ASTM D2572).

Se obtiene una composición líquida transparente amarilla que tiene una viscosidad Brookfield® a 25 °C de 3.200 mPa·s (agente de reticulación 1).

Ejemplo 2

Se mezclan 80 del agente de reticulación 1 con 20 g de dimetil éter de dipropilenglicol, comercializado por Dow Chemicals como Proglyde® DMM.

Se obtiene una composición con una viscosidad Brookfield® a 25 °C de 550 mPa·s.

Ejemplo 3

Se mezclan 80 del agente de reticulación 1 con 20 g de carbonato de propileno, comercializado por BASF.

Ejemplo 4

Se mezclan 80 del agente de reticulación 1 con 20 g de ésteres dibásicos comercializados por DuPont como DBE-IB.

Ejemplo 5

Se mezclan 80 del agente de reticulación 1 con 20 g de tetrametilacetal de glioxal.

Ejemplo 6

Se mezclan 80 del agente de reticulación 1 con 20 g de dimetilamida de ácido graso, comercializada por Cognis como Agnique® KE 3308.

Ejemplo 7

Se mezclan 80 del agente de reticulación 1 con 20 g de etilpirrolidona, comercializada por BASF.

Ejemplo 8

Se mezclan 80 del agente de reticulación 1 con 20 g de diacetato de propilenglicol, comercializado por Dow Chemicals como Dowanol® PGDA.

5 Ejemplo 9 (comparativo)

Se mezclan 80 del agente de reticulación 1 con 20 g de dimetiléter de dipropilenglicol, comercializado por Dow Chemicals como Proglyde® DMM y con 3,4 g de trietilamina, para neutralizar completamente el alcohol fosfato etoxilado (tensoactivo 1).

10 Ejemplo 10 (comparativo)

Síntesis de una composición que contiene un agente de reticulación de poliisocianato hidrófilo, realizada en presencia de un tensoactivo iónico en forma de sal, de acuerdo con el documento US 5.852.111.

15 Se mezcla el poliéter 2 con dialquilsulfosuccinato sódico (tensoactivo iónicos que tiene un contenido seco del 70%, comercializado por Caesalpinia Chemicals como IMBIROL OT/NA/7) a una relación en peso, referida al contenido en seco, de 2:1. La mezcla se calienta a 120 °C para destilar el agua residual a una presión reducida de 20 torr.

20 Se añaden 1000 g del poliisocianato 2 a 300 g de la mezcla obtenida por la destilación y la mezcla se mantiene a 90 °C durante dos horas.

Se obtiene una composición de reticulación con un porcentaje de grupos isocianato residuales del 16,68%.

25 Ejemplo 11

Se cargan 42,186 g (69 mequiv.) del poliéter 1 y 50 g del tensoactivo 1 a temperatura ambiente en una atmósfera de nitrógeno en un reactor equipado con agitador mecánico, termómetro y condensador. La mezcla se destila al vacío para reducir el contenido de agua residual a valores inferiores al 0,05%, medido por valoración de Karl Fisher. A una temperatura de 40 °C en una atmósfera de nitrógeno, se añaden 407,814 g del poliisocianato 2 (2255 mequiv.) con agitación. La mezcla después se calienta a 90 °C y se mantiene a 85-90 °C durante aproximadamente una hora, hasta que el valor en porcentaje de grupos isocianato es del 18,3%. La resina se enfría y se añaden 125 g de Proglyde® DMM.

35 Se obtiene una composición líquida amarilla transparente que tiene una viscosidad a 25 °C de 530 mPas·s.

Ejemplo 12

40 En una atmósfera de nitrógeno y a temperatura ambiente, se cargan 34,366 g (563 mequiv.) del poliéter 1, 60 g del tensoactivo 1 y 180 g de Proglyde® DMM en un reactor equipado con agitador mecánico, termómetro y condensador. La mezcla se destila al vacío para reducir el contenido de agua residual a valores inferiores al 0,05%, medido por valoración de Karl Fisher. Se cargan 325,634 g (1840 mequiv.) del poliisocianato 3 con agitación a una temperatura de 40 °C en una atmósfera de nitrógeno. La mezcla después se calienta a 90 °C y se mantiene a una temperatura de 85-90 °C durante aproximadamente una hora, hasta que se obtiene un valor en porcentaje de grupos isocianato del 12,5%.

45 Se obtiene una composición líquida transparente a temperatura ambiente con color amarillo que tiene una viscosidad a 25 °C de 440 mPa·s.

50 Ejemplo 13 (comparativo)

Se cargan 56,00 g (112 mequiv.) del poliéter 2 y 100 g de carbonato de propileno, comercializado por BASF en una atmósfera de nitrógeno a temperatura ambiente en un reactor equipado con un agitador mecánico, termómetro y condensador. La mezcla se destila al vacío para reducir los valores del contenido de agua residual por debajo del 0,05%, medido por valoración de Karl Fisher. A una temperatura de 40 °C en una atmósfera de nitrógeno, se añaden 344,00 g (1860 miliequiv.) del poliisocianato 1 con agitación. La mezcla después se calienta a 90 °C y se mantiene a 85-90 °C durante aproximadamente una hora, hasta que se consigue un valor en porcentaje de grupos isocianato del 16%.

60 Se obtiene una resina líquida transparente con una viscosidad a 25 °C a 370 mPa·s. Ejemplo 14 (comparativo).

Se mezclan 100 gramos del producto obtenido del ejemplo 13 con 10 g del tensoactivo 1 y 2,5 g de carbonato de propileno.

65 ENSAYO DE ESTABILIDAD EN AGUA.

Las composiciones de reticulación obtenidas a partir de los ejemplos descritos anteriormente se dispersaron en agua con agitación a temperatura ambiente a una concentración del 3% referida al contenido en seco de poliisocianato.

Después de 24 horas, se midieron el diámetro medio de partículas de las dispersiones (D) y la desviación típica (DT) por medio de un Coulter N4 Plus. Los resultados se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1

Composición de Reticulación	D (nm)	DT (nm)
Ej. 2	46,6	22,8
Ej. 3	54,1	49,0
Ej. 4	84,6	114,4
Ej. 5	49,7	15,9
Ej. 6	53,0	45,0
Ej. 7	48,4	55,8
Ej. 8	65,0	63,6
Ej. 9*	80,0	55,0
Ej. 10*	135,4	113,7
Ej. 11	74,7	35,0
Ej. 12	49,0	37,0
Ej. 13*	771,5	481,0
Ej. 14*	80,1	112,2
* comparativo		

10 ENSAYO DE DISPERSIBILIDAD EN UNA DISPERSIÓN ACUOSA DE POLIURETANO.

Las composiciones de reticulación obtenidas a partir de los Ejemplos descritos anteriormente y un agente de reticulación disponible en el mercado se añaden a la dispersión acuosa de poliuretano Rolflex® D148, comercializada por Caesalpinia Chemicals a una concentración de agente de reticulación del 3% (contenido en seco) y las mezclas se agitan a temperatura ambiente.

Se han determinado el tiempo de mezcla (T), es decir, el tiempo en minutos que se necesita para obtener una dispersión homogénea, la duración útil (PL) de la mezcla, es decir, el tiempo en horas transcurrido para que la mezcla se vuelva un gel no vertible, y el aspecto (A) de las películas de 1 mm de espesor obtenidas secando la dispersión (clasificación visual: 1 = perfectamente transparente; 2 = ligeramente opaca; 3 = opaca). Los resultados se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2

Composición de Reticulación	T	PL	A
Ej. 2	<1	> 120	1
Ej. 3	<1	72	1
Ej. 4	<1	100	2
Ej. 5	<1	> 120	1
Ej. 6	<1	> 120	1
Ej. 7	<1	> 120	1
Ej. 8	<1	> 120	1
Ej. 9*	<1	24	2
Ej. 10*	5	3	2
Ej. 11	<1	24	2
Ej. 12	<1	> 120	1
Ej. 13*	<1	6	3
Ej. 14*	<1	12	2
Basonat® HW/PC*	20	72	1
* comparativo;			

Puede observarse que las dispersiones obtenidas a partir de las composiciones de acuerdo con la invención tienen cortos tiempos de mezcla, alta estabilidad y proporcionan películas con una transparencia óptima.

30 ENSAYO DE APLICACIÓN EN ACABADO DE CUERO

Una dispersión de poliuretano para agentes de fijación brillantes comercializada por UNICHEM SpA, Nova 2090/03 se reticula con un 3% del producto obtenido del Ejemplo 2, o del Ejemplo 13 o con un 3% de un agente de reticulación disponible en el mercado en un cuero flor de base.

35 La mezcla de Nova 2090/03 y el agente de reticulación se aplican por pulverización después de 2 horas desde su

preparación y la superficie del cuero se analiza después de 24 horas.

5 Los resultados de duración útil de las mezclas (PL) y los resultados del ensayo de frotamiento en húmedo medidos de acuerdo con la norma ISO N° 11640 (WR) se presentan en la Tabla 3; en cuanto a la duración útil, el valor cero se atribuye a la dispersión obtenida con Basonat HW/PC; los valores negativos indican un empeoramiento y los valores positivos indican una mejora (calificación: -2 , -1, 0, +1, +2).

Tabla 3

Composición de Reticulación	WR	PL
Ej. 13*	110	0
Ej. 2	190	+2
Basonat HW/PC*	130	0
* comparativo		

10 ENSAYO DE ESTABILIDAD QUÍMICA EN AGUA

Se dispersan 10 g de composición de reticulación a temperatura ambiente en 90 g de agua con agitación mecánica.

15 Se determina el % inicial de grupos -NCO (% hasta).

La dispersión se deja en reposo a temperatura ambiente durante 6 horas y el % de grupos -NCO se determina de nuevo (% t_{6h}).

20 % hasta, % t_{6h} y su diferencia (D%) se presentan en la Tabla 4.

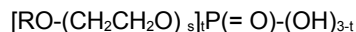
Tabla 4

Composición de Reticulación	% hasta	% t_{6h}	D %
Ej. 2	1,11%	0,94%	-15,30%
Ej. 13*	1,52%	0%	-100%
Ej. 10*	1,36%	0,84%	-15,90%
BASONAT HW/PC*	1,26%	1,06%	-38,20%

25

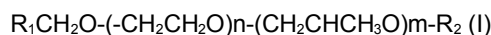
REIVINDICACIONES

1. Composiciones que contienen: i) de un 30 a un 99% en peso de uno o más poliisocianatos hidrófilos no iónicos obtenidos por la reacción de a) poliisocianatos alifáticos o cicloalifáticos que contienen de 3 a 10 grupos isocianato por molécula; b) al menos 1,3- o 1,2-diol no iónico que contiene una sola cadena de polioxipropileno y/o polioxietileno terminada en alcoxi; ii) de un 1 a un 20% en peso y preferiblemente de un 5 a un 15% en peso de uno o más alcohol fosfatos etoxilados en forma ácida que tienen la fórmula

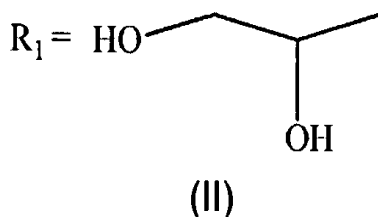


en la que R es un grupo alquilo lineal o ramificado, saturado o insaturado, que tiene de 4 a 20 átomos de carbono, s es un número de 2 a 20, t es 1 ó 2; iii) de un 0 a un 50% en peso de un disolvente orgánico que es miscible con agua.

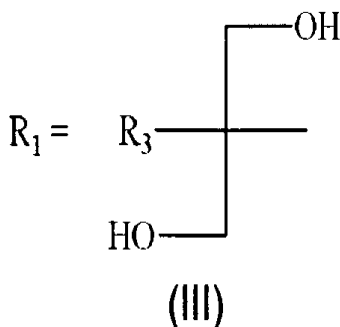
- 15 2. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 1, que comprenden de un 5 a un 15% en peso de alcohol fosfatos etoxilados en forma ácida.
3. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 1, en las que R es un grupo alquilo lineal o ramificado, saturado, que tiene de 12 a 15 átomos de carbono y s es un número entero de 4 a 10.
- 20 4. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 1, en las que el 1,3- o 1,2-diol no iónico que contiene una sola cadena de polioxipropileno y/o polioxietileno terminada en alcoxi tiene la fórmula general:



- 25 en la que

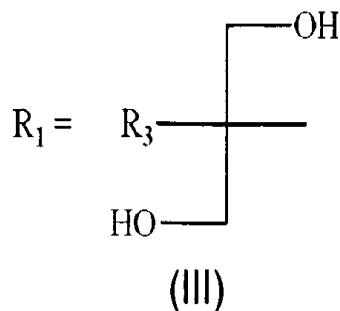


- 30 o



- 35 R_2 y R_3 son iguales o diferentes entre sí y se eligen entre metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo; n es un número de 0 a 40; m es un número de 0 a 40; y la suma de n + m es un número de 20 a 80.

5. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 4, en las que el diol es un 1,3-diol que tiene la fórmula (I) en la que



R_2 es metilo, R_3 es etilo, n es de 15 a 30 y m es de 0 a 10.

- 5 6. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 1, en las que el poliisocianato hidrófilo no iónico contiene de un 1 a un 25% en peso de cadenas de polioxietileno y/o polioxipropileno derivadas del 1,3- y/o 1,2-diol no iónico, y de un 0 a un 10% en peso de cadenas de polioxietileno y/o polioxipropileno derivadas de la reacción del poliisocianato con alcoholes etoxilados y/o propoxilados seleccionados entre los derivados etoxilados y/o propoxilados de metanol, n-butanol, ciclohexanol, 3-metil-3-hidroximetiloxietano, etilenglicol, propilenglicol, glicerol y trimetilolpropano y mezclas de los mismos.
- 10 7. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 6, en las que el poliisocianato hidrófilo no iónico contiene de un 3 a un 15% en peso de cadenas de polioxietileno y/o polioxipropileno derivadas de 1,3- y/o 1,2-dioles no iónicos.
- 15 8. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 1 en las que el poliisocianato hidrófilo no iónico es un compuesto obtenido por trimerización, biuretización, uretanización o alofanación de poliisocianatos, tales como hexametildiisocianato, isoforonadiisocianato, 4,4'-diciclohexilmetanodiisocianato o mezclas de los mismos.
- 20 9. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 8, en las que el poliisocianato hidrófilo no iónico es el isocianurato procedente de hexametildiisocianato.
- 25 10. Composiciones de acuerdo con la reivindicación 1, en las que el disolvente orgánico se elige entre acetona, etil metil cetona, ciclohexanona, dimetilamidas de ácidos, 1,3-dioxolano, dibutiléter, dimetil, dietil o dibutil cellosolve, dimetil, dietil o dibutil carbitol, dimetil, dietil o dibutiléter de propilenglicol, dimetil éter de dipropilenglicol, acetato de monometil éter de dipropilenglicol, acetato de monometil éter de propilenglicol, dimetoximetano, éster metílico de ácido adípico o succínico, acetato de etilo, acetato de butilo, acetato de metoxipropilo, tetrametilacetal de glioxal, carbonato de propileno, carbonato de dietilo, etilpirrolidona, metilpirrolidona y mezclas de los mismos.