

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 414 660**

51 Int. Cl.:

C08G 18/02 (2006.01)
C08G 18/08 (2006.01)
C08G 18/28 (2006.01)
C08G 18/79 (2006.01)
C08G 18/80 (2006.01)
C08G 18/68 (2006.01)
C09D 175/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.10.2009 E 09172245 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.02.2013 EP 2174967**

54 Título: **Poliisocianatos adecuados para la formulación de pinturas y barnices con un bajo contenido de disolvente y procedimiento para la preparación de los mismos**

30 Prioridad:

06.10.2008 IT MI20081768

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.07.2013

73 Titular/es:

**SOCIETA' AZIONARIA PER L'INDUSTRIA
CHIMICA ITALIANA S.A.P.I.C.I. S.P.A. (100.0%)
Via Bernardino Telesio 2
20145 Milano, IT**

72 Inventor/es:

**GAGLIOPPA, GIORGIO;
FURIOSI, CRISTIAN;
ZANETTI, LUCA;
NERI MARI, MATTEO y
BUCARIA, FRANCESCA**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 414 660 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).

DESCRIPCION

Poliisocianatos adecuados para la formulación de pinturas y barnices con un bajo contenido de disolvente y procedimiento para la preparación de los mismos

- 5 La presente invención se refiere a poliisocianatos adecuados para la formulación de pinturas con un bajo contenido de disolvente. La invención se refiere igualmente a un procedimiento para su preparación, y formulaciones que los contienen.

Técnica anterior

Se conocen numerosos procedimientos de preparación de poliisocianatos que contienen grupos isocianurato (J.H. Saunders y K.C. Frisch, Polyurethanes: Chemistry and Technology, pág. 94 en adelante, (1962)).

- 10 Los trímeros a base tanto de diisocianatos aromáticos como alifáticos son universalmente usados como materia prima para la preparación de pinturas, elastómeros de poliuretano y espumas de poliuretano.

Los poliisocianatos de este tipo se usan como endurecedores en sistemas de dos componentes con compuestos que reaccionan con isocianatos, tales como poliéteres, poliésteres, poliamidas, policarbonatos, poliácridatos, polibutadieno, y formas híbridas de dichos polímeros con funcionalidad hidroxilo.

- 15 En particular, los trímeros de isocianurato obtenidos a partir de diisocianato de tolueno (TDI) son ampliamente usados en la madera y suministros para la industria de la pintura debido a su alta reactividad, y en particular como agente de reticulación en sistemas de secado rápido de dos componentes.

Los productos de trímeros con un bajo contenido de monómero libre son preferibles desde el punto de vista de la seguridad y salud ocupacional.

- 20 Estos productos pueden prepararse impulsando la reacción hacia altas conversiones, hasta que el monómero ha sido transformado en gran medida en oligómeros de isocianurato.

Este procedimiento es ampliamente usado en aquellos casos en los que los dos grupos de monómero de isocianurato tienen diferentes reactividades, tal como es el caso del diisocianato de 2,4-tolueno.

- 25 Los productos con una base disolvente de este tipo pueden prepararse mediante este procedimiento con un resto de monómero de TDI <0,1 % (tal como POLURENE IR 51 AB-01®, producido comercialmente por SAPICI S.p.A, 50 % p/p de poliisocianato diluido en acetato de butilo, 8,0 % de contenido de grupos NCO libres).

- 30 La EU Directive 42/04 recientemente introducida, la cual impone limitaciones sobre emisiones de compuestos orgánicos volátiles (VOC) ocasionadas por el uso de disolventes orgánicos en algunas pinturas y barnices, está diseñada para prevenir la comercialización de ciertos productos con un alto contenido de VOC que pueden contribuir a la contaminación atmosférica, ocasionando un incremento en el ozono y oxidantes fotoquímicos en la capa límite de la troposfera, o puede afectar a algunos procesos de acidificación de la atmósfera.

La tabla que figura a continuación resume los límites sobre contenido de VOC establecidos por dicha Directive para productos listos para usar en la categoría A (pinturas y barnices).

35 **A. VALORES LIMITES DE CONTENIDO DE VOC MAXIMOS PARA PINTURAS Y BARNICES**

	Subcategoría de producto	Tipo	Fase I (g/l(*)) (desde 1.1.2007)	Fase II (g/l(*)) (desde 1.1.2010)
A	Techos y paredes públicas para interiores (Brillo <25@60°)	WB	75	30
		SB	400	30
B	Techos y paredes brillantes para interiores (Brillo <25@60°)	WB	150	100
		SB	400	100
C	Paredes exteriores de substrato mineral	WB	75	40
		SB	450	430
D	Pinturas para revestimiento y molduras para interiores/exteriores para madera y metal	WB	150	130
		SB	400	300

(Continuación)

	Subcategoría de producto	Tipo	Fase I (g/l(*)) (desde 1.1.2007)	Fase II (g/l(*)) (desde 1.1.2010)
E	Tintes para madera y barnices para exterior/interior, incluyendo tintes para madera opacos	WB	150	130
		SB	500	400
F	Tintes para madera para minería para exterior y exterior	WB	150	130
		SB	700	700
B	Imprimadores	WB	50	30
		SB	450	350
H	Imprimadores para aglomerantes	WB	50	30
		SB	750	750
I	Recubrimiento de aplicación de un solo componente	WB	140	140
		SB	600	500
J	Recubrimiento de aplicación reactiva de dos componentes para uso final específico tal como suelos	WB	140	140
		SB	550	500
K	Recubrimiento multi-coloreados	WB	150	100
		SB	400	100
L	Recubrimiento de efecto decorativo	WB	300	200
		SB	500	200
(*) Gel listo para usar				

Los productos de poliisocianato que contienen grupos isocianurato a base de TDI presentes actualmente en el mercado tienen un contenido de disolvente del 45-80 % p/p.

5 Estos compuestos se usan en formulaciones convencionales en combinación con compuestos que reaccionan con isocianatos en sistemas de dos componentes para obtener las pinturas finales, las cuales, para usos fuera del envase (especialmente en la industria de la construcción), exceden el límite establecido por la Directiva 2004/42/CE.

10 Con respecto a las emisiones en envases procedentes de instalaciones industriales (las cuales no están cubiertas por dicha Directiva), tales como trabajos de pintura a gran escala, los límites impuestos por la legislación cada vez más restrictiva (véase, por ejemplo, Directiva del Consejo 96/61/CE relativa a la prevención y el control de la contaminación integrada, IPPC) están forzando al mercado a llevar a cabo investigaciones en productos libres de VOC (por ejemplo, con una base acuosa) o en todos aquellos productos con un bajo contenido de disolvente.

15 Es sabido que la viscosidad del producto final puede reducirse, y que consecuentemente aumenta el residuo seco, mediante la reacción del monómero de isocianato con compuestos alcohol de cadena larga, pero esto conduce a una reducción en los grupos reactivos de isocianato y a una reducción consecuente de reactividad en la fase de reticulación (Documento de EE.UU. 5.208.334).

20 Es igualmente sabido que los productos con un bajo peso molecular, y consecuentemente con un contenido de disolvente inferior (manteniéndose igual la viscosidad final), pueden obtenerse terminando el procedimiento de curado prematuramente, antes de que la totalidad del monómero se haya convertido en oligómeros superiores; sin embargo, esto conduce restos de monómeros de isocianato muy altos, con los consiguientes problemas de seguridad y salud ocupacionales (Documento de EE.UU. 4.801.663).

25 El Documento FR 13 37 621 se refiere a un procedimiento para la producción de trímeros de TDI. En los Ejemplos 1, el TDI trimerizado se prepara mezclando monómeros de TDI con un disolvente, en la presencia de un catalizador. A continuación, el catalizador se desactiva mediante la adición de ácido fosfórico. El poliisocianato obtenido tiene un contenido de NCO mayor del 10 % y un contenido de monómero de TDI menor del 1 %. Sin embargo, no se hace divulgación alguna sobre el residuo seco y la viscosidad del producto.

El Documento EP 1 378 530 A1 se refiere a la preparación de trímeros de TDI de bajo contenido de monómero. En el Ejemplo 1, se mezclan acetato de butilo y TDI en la presencia de un catalizador. El producto final tiene una viscosidad de 1300 mPas, un contenido de monómero del 0,05 % pero un contenido de NCO del 8,0 %, que no es superior al 10 %. Más aún, el residuo seco en D2 es igual al 50 %.

5 **Sumario de la invención**

Se ha encontrado ahora un procedimiento para la obtención de un poliisocianato que contiene grupos isocianurato a partir de diisocianato de tolueno (TDI), caracterizado un contenido de disolvente VOC inferior a los productos existentes en el mercado, aunque su viscosidad permite la formulación de pinturas de dos componentes en las que el residuo seco final de la mezcla del "componente A" (resina base) + "componente B" (endurecedor) excede del 50 % p/p (es decir, el contenido de disolvente VOC está por debajo del 50 % p/p).

En consecuencia, el fin de la presente invención es proporcionar un procedimiento de preparación para soluciones de trímeros de TDI que combinan un bajo contenido VOC con viscosidad comparable a la de los productos convencionales, un contenido de monómero libre por debajo del 1 % p/p, y un contenido de grupo reactivo isocianato >14 % p/p, calculado sobre el polímero sin diluir.

El objetivo de la invención es lograr, mediante un procedimiento caracterizado por una reacción de trimerización de TDI en ausencia de disolvente que se termina a bajas conversiones, obtener un producto de poliisocianato con un peso molecular medio de entre 500 y 1500 amu (unidad de masa atómica).

A continuación, el monómero en exceso se destila, y el residuo se diluye en un disolvente adecuado.

Esta técnica es ampliamente usada para la producción de poliisocianatos que contienen grupos isocianurato, especialmente cuando el diisocianato tiene grupos isocianato con la misma reactividad, para obtener productos con un bajo contenido de monómero libre, pero con fines diferentes a los divulgados en la presente invención (Documentos DE-A 3 420 923, DA-A 19 618 230).

Otro procedimiento conocido es la preparación de diisocianatos con grupos isocianato de diferente reactividad, tal como diisocianato de 2,4-tolueno, mediante la reacción a altas conversiones, hasta que el monómero se ha convertido en gran medida en oligómeros de isocianurato, evitando, de esta forma, procedimientos multi-etapa con separación del monómero libre final mediante costosas técnicas de separación o destilación, pero obteniéndose un polímero con un peso molecular medio muy superior al obtenido mediante el procedimiento de acuerdo con la invención, y en consecuencia una formulación final (pintura) que requiere el uso de mayores cantidades de disolventes VOC para los fines de aplicación.

En consecuencia, la invención proporciona un poliisocianato obtenido mediante la trimerización de diisocianato de tolueno, caracterizado por:

- un contenido de disolvente VOC menor del 40 % p/p, preferiblemente entre el 40 % y el 20 % p/p;
- una viscosidad entre 500 y 2000 mPas, medida a 23 °C;
- un contenido de monómero de diisocianato de tolueno menor del 1 % en peso;
- un peso molecular medio menor de 1500 amu;
- un contenido de grupo reactivo isocianato superior al 14 % en peso del polímero sin diluir.

La invención proporciona igualmente un procedimiento para la preparación de dicho poliisocianato, que comprende:

- trimerización de TDI en la ausencia de disolvente, y en la presencia de un catalizador y un alcohol (C6-C10);
- terminación de la reacción, cuando la conversión de los grupos de monómero de isocianato a grupos isocianurato está entre el 10 y el 60 %, con un inhibidor seleccionado entre ácidos próticos, cloruros de ácidos o agentes de metilación;
- separación del monómero de isocianato sin reaccionar mediante destilación;
- dilución opcional del residuo en un disolvente.

El procedimiento de acuerdo con la invención produce nuevos productos con características especiales, hasta ahora nunca previamente descritos.

La invención se refiere igualmente a la formulación de mezclas de los productos obtenibles mediante dicho procedimiento con otros poliisocianatos aromáticos o alifáticos con el fin de mejorar sus características de comportamiento en términos de reactividad, de resistencia química y mecánica y de resistencia a la luz.

A diferencia de los análogos sintetizados mediante reacción catalítica simple en disolvente hasta que casi la totalidad del monómero se ha convertido en oligómeros superiores, los productos así obtenidos tienen un contenido de disolvente VOC significativamente inferior, manteniendo la viscosidad igual, con un contenido de monómero libre <1 % y un alto contenido de grupos reactivos de isocianato.

5 Descripción de la invención

La reacción de trimerización de diisocianato se lleva a cabo a temperaturas de entre 20 °C y 120 °C, y preferiblemente entre 50 °C y 80 °C, en presencia de un catalizador y un alcohol de cadena larga.

El tiempo de reacción es generalmente entre 1 y 100 horas, y preferiblemente entre 5 y 15 horas. La reacción debe de interrumpirse cuando la conversión de los grupos de monómero de isocianato a grupos isocianurato está entre el 10 y el 70 %, y preferiblemente entre el 40 y el 60 %, 10

Los diisocianatos usables de acuerdo con la invención consisten preferiblemente en diisocianato de 2,4- y/o 2,6-tolueno, en la cantidad de al menos el 80 % en peso, y preferiblemente el 90 % en peso. Una mezcla de isómeros de diisocianato de 2,4- y 2,6-tolueno, en particular una mezcla del 75-85 % en peso de isómero 2,4 y del 25-15 % en peso de isómero 2,6 es particularmente preferida.

Los catalizadores adecuados para iniciar y acelerar la reacción de trimerización incluyen sistemas especiales que conducen a la incorporación selectiva de TDI incluso a temperaturas relativamente elevadas. Los sistemas de catalizadores de este tipo tienen grupos fenol OH y grupos N,N-dialquilaminometilo unidos a un anillo aromático en el que los grupos alquilo unidos al nitrógeno, los cuales son iguales o diferentes, son un alquilo de C1-C3 o un grupo de C1-C18, posiblemente interrumpido por uno o más átomos de oxígeno o azufre. Estos grupos pueden estar presentes sobre uno o más anillos aromáticos. Los sistemas de catalizadores preferidos son compuestos que contienen tanto grupos OH como grupos dialquilaminometilo sobre una única molécula, particularmente sistemas con grupos dialquilaminometilo de C1-C3 en la posición orto con respecto a los grupos hidroxilo aromáticos. Los ejemplos de dichos catalizadores incluyen las bases de Mannich obtenidas a partir de fenol, p-isononilfenol o bisfenol A mediante reacción con dimetilamina y formaldehído de acuerdo, por ejemplo, con Synth. Commun., vol. Págs.. 1401-9, (1986). 15 20

El catalizador se usa puro o en solución, en una o más porciones pequeñas o se agrega continuamente en una cantidad total comprendida entre el 0,01 % y el 0,1 %. 25

El alcohol de cadena larga, primario o secundario, de cadena recta o ramificada, tiene 6 a 20 átomos de carbono, posiblemente separados por átomos de oxígeno o azufre. Los ejemplos de estos alcoholes incluyen n-hexanol, n-heptanol, n-octanol, n-nonanol, n-decanol, n-dodecanol, 2-etilhexanol, n-tetradecanol, n-hexadecanol y n-octadecanol. Igualmente, pueden usarse derivados epoxilados o propoxilados. El porcentaje de alcohol en la mezcla de reacción puede variar entre el 0,1 y el 20 % en peso. 30

La reacción se termina preferiblemente cuando la conversión de los grupos de monómero de isocianato a grupos isocianurato está entre el 10 y el 80 %, preferiblemente entre el 20 y el 70 %, y más preferiblemente entre el 40 y el 60 %, mediante la adición de un inhibidor tal como ácido prótico, cloruros de ácidos o agentes de metilación, tal como p-tolueno sulfonato de metilo. 35

La mezcla se destila bajo vacío, usando una técnica de capa fina, para eliminar el diisocianato sin reaccionar. La destilación puede realizarse con equipo de corto recorrido o de capa fina convencional, y puede llevarse a cabo en una o más etapas, las cuales pueden ser de tipos diferentes.

Las condiciones requeridas para separar el TDI de la mezcla de reacción corresponden a una presión de 0,1-2 kPa y una temperatura de 160-220 °C. Para obtener productos con un bajo peso molecular, debe limitarse cualquier reacción secundaria que pueda producirse a altas temperaturas durante el procedimiento de separación de TDI, operando a la temperatura más baja posible y con tiempos de contacto cortos, a fin de asegurar la eficaz destilación de TDI, proporcionando, de esta forma, un producto final con TDI libre <1 %, preferiblemente <0,5 %, y más preferiblemente <0,1 %. 40

El producto así obtenido es un sólido a temperatura ambiente con un aspecto transparente y una consistencia vítrea, con un contenido de grupo reactivo isocianato de entre el 10 y el 30 %, preferiblemente entre el 15 y el 25 %, y más preferiblemente entre el 17 y el 21 %, y un contenido de diisocianato de tolueno (suma de isómeros 2,4 y 2,6) <1 %. 45

El residuo sólido puede disolverse en un disolvente adecuado para obtener una solución transparente con las siguientes características:

50	% de no volátil	60-80
	% de NCO	10.17 %

% de TDI <1 %

Vx 500-2000 mPas a 23 °C

5 Pueden usarse diluyentes comúnmente usados en la química de poliuretano, tales como tolueno, xileno, ciclohexano, clorobenceno, acetato de butilo, acetato de etilo, acetato de etilglicol, acetato de pentilo, acetato de hexilo, acetato de metoxipropilo, tetrahidrofurano, dioxolano, acetona, N-metilpirrolidona, metil etil cetona, compuestos aromáticos tal como Solvent Naphtha®, Solvesso®, Shellsol®, Isopar®, Nappar®, Diasol®, decalina y alcanos con más de 6 átomos de carbono, plastificantes comunes tales como ftalatos, sulfonatos y fosfatos, y mezclas de los mismos.

El producto de acuerdo con la invención puede igualmente modificarse mediante la adición de otros poliisocianatos aromáticos o alifáticos o ambos, para modificar sus características de comportamiento.

10 En particular, se ha encontrado que el producto de acuerdo con la invención, a pesar de tener un porcentaje de contenido de NCO superior a los productos convencionales, presenta un grado de ramificación inferior, lo cual le hace ser menos reactivo en la fase de reticulación con componentes hidroxilo.

15 Por ello, es ideal para modificar el producto mediante la adición de productos con un grado superior de ramificación tal como soluciones de poliisocianato conocidas conteniendo grupos isocianurato procedentes de TDI, HDI, IPDI o MDI o una mezcla de los mismos (tales como POLURENE IR 51 AB®, POLURENE OKD®, POLURENE SB 50AB®, POLURENE MD70B-01® comercialmente fabricados por SAPICI S.p.A, o TOLONATE HDT® fabricado por Pers-
torp).

20 Los poliisocianatos preparados mediante este procedimiento pueden usarse en el recubrimiento después de reticulación bajo la influencia de la humedad atmosférica. Igualmente, pueden usarse para la producción de promotores de la adhesión, adhesivos, tintas para impresión, sellantes y poliuretanos para moldeo.

En particular, se usan como agentes de reticulación en sistemas de dos componentes con compuestos reactivos conocidos por sí mismos, los cuales incluyen, por ejemplo, poliéteres, poliésteres, poliamidas, polibutadienos, y formas híbridas de dichos polímeros hidroxifuncionales.

25 Si se usa el producto obtenible mediante el procedimiento de acuerdo con la invención, es posible formular una pintura de dos componentes final con características de comportamiento de velocidad de reticulación, resistencia química y mecánica similar a las obtenidas con soluciones conocidas de isocianuros aromáticos o aromático-alifático mezclados, pero con un contenido de disolvente VOC inferior (40 %-20 %), y viscosidad entre 500 y 2000 mPas a 23 °C.

30 El producto obtenido con el procedimiento de acuerdo con la invención puede usarse igualmente en la forma bloqueada para formular sistemas de un solo componente.

Otros auxiliares y aditivos de pintura convencionales, tales como promotores de humectabilidad, agentes de igualación, disolventes, opacificadores, reguladores de la viscosidad, pigmentos, absorbentes de UV y estabilizadores de la rotura termo-oxidativa, pueden usarse igualmente para este fin.

35 Las pinturas obtenidas pueden usarse sobre una diversidad de sustratos, tales como madera, plástico, papel, tejidos, vidrio, cerámica, metal o cemento.

Pueden aplicarse mediante procedimientos convencionales tales como aplicación mediante spray, espátula, rodillo o brocha, y pueden ser pinturas o barnices transparentes o pigmentados.

Las pinturas producidas mediante los materiales de acuerdo con la invención reticulan a 20 °C, generalmente en un tiempo comprendido desde unos pocos minutos a unas pocas horas.

40 La invención se ilustra con mayor detalle en los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1

45 Se agregaron 576 partes de isómeros de diisocianato de tolueno, conteniendo aproximadamente un 80 % de diisocianato de 2,4-tolueno, a un matraz de 1 litro equipado con agitador con un condensador de reflujo y mantenido inerte con nitrógeno. La mezcla se calentó a 40 °C, y se agregaron 81 partes de n-decanol bajo agitación en 30 minutos. Se agregaron 4,5 partes de una solución al 10 % en peso en acetato de etilo de una base de Mannich preparada a partir de fenol y dietilamina. La mezcla se agitó durante 10 horas a 55 °C, hasta que el contenido de grupo NCO libre fue del 24 % p/p.

La reacción se terminó mediante la adición de 4,5 partes de una solución al 50 % en peso de ácido ortofosfórico en acetato de etilo.

ES 2 414 660 T3

El producto así obtenido se destiló en un evaporador de capa fina a una presión de aproximadamente 1 kPa y una temperatura de 180 °C para eliminar el monómero sin reaccionar. Se obtuvieron 420 partes de un producto transparente sólido con una consistencia vítrea, con las siguientes características:

	% de NCO	18,1 %
5	% de TDI	0,35 %

200 partes del producto así obtenido se disolvieron en 67 partes de acetato de etilo para obtener una solución transparente con las siguientes características:

	% de NCO	13,5 %
	Vx	820 mPas
10	% de no volátil	75 %
	% de TDI	0,26 %

Ejemplos 2-13

El producto obtenido en el Ejemplo 1 se usó para formular pinturas de dos componentes para recubrimientos de base y recubrimiento final para madera transparentes y mates.

<u>BARNIZ DE PU DE DOS COMPONENTES</u>		<u>BARNIZ DE PU DE DOS COMPONENTES</u>	
Componente A:		Componente A:	
REXIN HSP 0180AB (1)	60,0	REXIN HSP 0285AB (2)	60
Estearato de cinc	2,0	Estearato de cinc	2,0
Talco	3,0	Talco	3,0
Pasta Bentone	2,0	Pasta Bentone	2,0
Acetato de butilo	14,0	Acetato de butilo	16,0
Acetato de etilo	7,5	Acetato de etilo	8,5
Xileno	11,0	Xileno	8,0
Byk 346	0,5	Byk 346	0,5
100		100	
Componente B:		Componente B:	
Ejemplo 1	61,2	Ejemplo 1	47,6
POLURENE IR 51 AE (8)	25,2	POLURENE IR 51 AE (8)	19,6
Acetato de etilo	3,6	Acetato de etilo	2,8
Acetato de butilo	10,0	Acetato de butilo	30,0
100		100	
CARACTERISTICAS		CARACTERISTICAS	
Contenido de sólidos del componente A	53,3 %	Contenido de sólidos del componente A	53,3 %
Contenido de sólidos del componente A+B	54,9 %	Contenido de sólidos del componente A+B	52 %
Proporción A+B	100:50	Proporción A+B	100:50
Viscosidad del componente A	13 s	Viscosidad del componente A	16 s
Viscosidad del componente A+B	19 s	Viscosidad del componente A+B	17 s

ES 2 414 660 T3

Libre de polvo	8 m	Libre de polvo	9 m
No pegajoso al tacto	45 m	No pegajoso al tacto	50 m
Lijabilidad	Buena	Lijabilidad	Buena

(Continuación)

<u>BARNIZ DE PU DE DOS COMPONENTES</u>		<u>BARNIZ DE PU DE DOS COMPONENTES</u>	
Componente A:		Componente A:	
Aspecto	Bueno	Aspecto	Bueno
Vida en recipiente (h)	2	Vida en recipiente (h)	7
Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	3,0	Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	3,0
Taber CS17 500 rpm 1 kg (perdida en mg)	70,3	Taber CS17 500 rpm 1 kg (perdida en mg)	68,4

<u>RECUBRIMIENTO DE BASE DE PU DE DOS COMPONENTES PIGMENTADO</u>		<u>BARNIZ DE PU DE DOS COMPONENTES</u>	
Componente A:		Componente A:	
REXIN HSP 0285AB (2)	43	REXIN HSP 0385AB (3)	56,5
		Estearato de cinc	
Pasta pigmentada (60 % de TiO ₂)	17	Talco	3,0
Estearato de cinc	3,0	Pasta Bentone	2,0
Talco	10,0	Acetato de butilo	2,0 18,0
Carbonato cálcico	23,0	Acetato de etilo	9,5
Bentone 34	0,1	Xileno	8,5
Acetato de butilo	1,9	Byk 346	0,5
MPA	1,5	100	
Byk 077	0,5	Componente B:	
100		Ejemplo 1	61,2
Componente B:		POLURENE IR 51 AE (8)	25,2
Ejemplo 1	44,9	Acetato de etilo	3,6
POLURENE IR 51 AE (8)	18,5	Acetato de butilo	10,0
Acetato de etilo	2,6	100	
Acetato de butilo	34,0	CARACTERISTICAS	
100		Contenido de sólidos del componente A	53,3 %
CARACTERISTICAS		Contenido de sólidos del componente A+B	54,9 %
Contenido de sólidos del componente A	84,2 %	Proporción A+B	100:50
Contenido de sólidos del componente A+B	70,4 %		

Proporción A+B	100:50	Viscosidad del componente A	13 s
Viscosidad del componente A+B	55 s	Viscosidad del componente A+B	17 s
Viscosidad del componente A+B+ 25 AB	16 s	Libre de polvo	10 m
Libre de polvo	10 m	No pegajoso al tacto	90 m

(Continuación)

<u>RECUBRIMIENTO DE BASE DE PU DE DOS COMPONENTES PIGMENTADO</u>		<u>BARNIZ DE PU DE DOS COMPONENTES</u>	
Componente A:		Componente A:	
No pegajoso al tacto	45 m	Lijabilidad	Buena
Lijabilidad	Buena	Aspecto	Bueno
Aspecto	Bueno	Vida en recipiente (h)	3
Vida en recipiente (h)	4	Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	4,5
Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	2,0	Taber CS17 500 rpm 1 kg (perdida en mg)	42,7
Taber CS17 500 rpm 1 kg (perdida en mg)	92,1		

<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU MATE TRANSPARENTE DE DOS COMPONENTES</u>		<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU MATE PIGMENTADO DE DOS COMPONENTES</u>	
Componente A:		Componente A:	
REXIN HSP 0685AB (4)	38,0	REXIN HSP 0685AB (4)	40,0
REXIN HS 129 (5)	14,0	Pasta pigmentada (60 % de TiO ₂)	50,0
Sylisia 256NF	7,0	Sylisia 256NF	4,5
Propylmatte 31	2,5	Propylmatte 31	1,0
Minemix 10	5,0	Acetato de butilo	2,0
Acetato de butilo	14,0	MEK	1,5
Acetato de etilo	12,0	Byk 141	0,5
MEK	6,5	Byk 323	0,5
Byk 141	0,5	100	
Byk 323	0,5		
100			
Componente B:		Componente B:	
Ejemplo 1	41,1	Ejemplo 1	45,6
POLURENE IR 51 AE (8)	22,6	POLURENE IR 51 AE (8)	25,1
POLURENE MT-100 (9)	9,5	POLURENE MT-100 (9)	10,6
Acetato de etilo	0,8	Acetato de etilo	0,7

Acetato de butilo	26,0	Acetato de butilo	18,0
100		100	
CARACTERISTICAS		CARACTERISTICAS	
Contenido de sólidos del componente A	53,7 %	Contenido de sólidos del componente A	77,0 %

(Continuación)

<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU MATE TRANSPARENTE DE DOS COMPONENTES</u>		<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU MATE PIGMENTADO DE DOS COMPONENTES</u>	
Componente A:		Componente A:	
Contenido de sólidos del componente A+B	53,1 %	Contenido de sólidos del componente A+B	71,8 %
Proporción A+B	100:50	Proporción A+B	100:50
Viscosidad del componente A	16 s	Viscosidad del componente A+B	63 s
Viscosidad del componente A+B	16 s	Viscosidad del componente A+B+25 BA	17 s
Libre de polvo	8 m	Sólidos en el momento de la aplicación	61,5 %
No pegajoso al tacto	40 m	Libre de polvo	15 m
Aspecto	Bueno	No pegajoso al tacto	40 m
Brillo 60°	30	Aspecto	Bueno
Vida en recipiente (h)	5	Brillo 60°	30
Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	6,5	Vida en recipiente (h)	3
Taber CS17 500 rpm 1 kg (perdida en mg)	40,8	Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	5,0
		Taber CS17 500 rpm 1 kg (perdida en mg)	49,3

<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU BRILLANTE TRANSPARENTE DE DOS COMPONENTES</u>		<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU BRILLANTE PIGMENTADO DE DOS COMPONENTES</u>	
Componente A:		Componente A:	
REXIN HSP 05100 (6)	65,0	REXIN HSP 05100 (6)	36
Acetato de butilo	13,0	Pasta pigmentada (60 % de TiO ₂)	50
Acetato de etilo	13,0	Acetato de butilo	6,9
Xileno	6,0	MPA	6,5
MPA	2,0	Byk 306	0,3
Byk 141	0,5	Byk 141	0,3
Byk 346	0,5	100	
100		Componente B:	
Componente B:		Ejemplo 1	66,2
Ejemplo 1	41,7	POLURENE MT-100 (9)	14,6

POLURENE IR 51 AE (8)	23,0	Acetato de etilo	5,2
POLURENE MT-100 (9)	9,7	Acetato de butilo	14,0
Acetato de etilo	0,6	100	
Acetato de butilo	25,0	CARACTERISTICAS	
100		Contenido de sólidos del componente A	75,5 %

(Continuación)

<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU BRILLANTE TRANSPARENTE DE DOS COMPONENTES</u>		<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU BRILLANTE PIG- MENTADO DE DOS COMPONENTES</u>	
Componente A:		Componente A:	
CARACTERISTICAS		Contenido de sólidos del componente A+B	71,8 %
Contenido de sólidos del componente A	65,1 %	Proporción A+B	100:50
Contenido de sólidos del componente A+B	60,7 %	Viscosidad del componente A+B	30 s
Proporción A+B	1:1	Viscosidad del componente A+B+20 BA	16 s
Viscosidad del componente A	15 s	Libre de polvo	35 m
Viscosidad del componente A+B+10 BA	15 s	No pegajoso al tacto	6 h
Libre de polvo	40 m	Aspecto	Bueno
No pegajoso al tacto	7 h	Vida en recipiente (h)	8
Aspecto	Bueno	Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	2,0
Vida en recipiente (h)	8	Taber CS17 500 rpm 1 kg (perdida en mg)	43,2
Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	3,5		
Taber CS17 500 rpm 1 kg (perdida en mg)	47,7		

<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU DE DOS COMPONENTES</u>				
Componente A:				
REXIN 143/70 AB (7)	73,0	63,0	52,01	52,0
Acetato de butilo	11,0	16,0	22,0	22,0
Xileno	11,0	16,0	22,0	22,0
Pasta Bentone	2,0	2,0	2,0	2,0
Estearato de cinc	3,0	3,0	2,0	2,0
100	100	100	100	100
Componente B:				
Acetato de butilo	13,0			
Acetato de etilo	2,0	17,0	14,0	17,0

Ejemplo 1	35,0			
POLURENE 60T (10)		36,00		
POLURENE SB 50 AB (11)			33,0	
POLURENE KC (12)				33,0
	50	50	50	50

(Continuación)

<u>RECUBRIMIENTO FINAL DE PU DE DOS COMPONENTES</u>				
Componente A:				
CARACTERISTICAS				
Contenido de sólidos del componente A	56,1 %	49,1 %	41,4 %	41,4 %
Contenido de sólidos del componente A+B	52,6 %	47,1 %	38,6 %	38,6 %
Proporción A+B	100:50	100:50	100:50	100:50
Viscosidad del componente A	1 m 0,5 s	35,5 s	20 s	20 s
Viscosidad del componente A+B	38 s	31 s	19 s	18 s
No pegajoso al tacto Libre de polvo	30 m	30 m	30 m	30 m
Libre de polvo	10 m	10 m	10 m	10 m
Ensayo al durómetro después de 7 días (N)	4,5	4,5	4,5	4,0
(1) resina alquídica de corto contenido de aceite al 80 % en acetato de butilo, índice de OH 120-150				
(2) resina alquídica de corto contenido de aceite al 85 % en acetato de butilo, índice de OH 120-150				
(3) resina alquídica de corto contenido de aceite al 85 % en acetato de butilo, índice de OH 120-150				
(4) resina alquídica de corto contenido de aceite al 85 % en acetato de butilo, índice de OH 120-150				
(5) resina alquídica de corto contenido de aceite al 70 % en acetato de butilo, índice de OH 100-110				
(6) resina alquídica de corto contenido de aceite al 100 %, índice de OH 160-180				
(7) resina alquídica de corto contenido de aceite al 70 % en acetato de butilo, índice de OH 100-110				
(8) poliisocianato de TDI, 8,0 % de NCO, 50 % en acetato de etilo				
(9) poliisocianato de TDI, 22,0 % de NCO, 100 % de NV				
(10) poliisocianato de TDI, 10,5 % de NCO, 60 % en acetato de butilo				
(11) poliisocianato de TDI, 8,2 % de NCO, 50 % en acetato de butilo				
(12) poliisocianato de TDI y MDI, 7,9 % de NCO, 50 % en acetato de butilo				

Los Ejemplos 2 a 9 describen formulaciones convencionales de pinturas y barnices mates y con brillo no pigmentadas y pigmentadas de dos componentes, en las que el componente B es una mezcla que contiene el producto obtenido en el Ejemplo 1. Las pinturas y barnices así formados producen un residuo seco de componente A + componente B que está dentro del intervalo de desde 52 % hasta el 72 %, y una viscosidad por debajo de los 60 segundos, copa Ford 4 con excelente velocidad de reticulación (8-10 minutos para el producto libre de polvo y 45 minutos a 7 horas para el producto no pegajoso al tacto) y excelente dureza (>2 N después de 7 días) y valores de ensayo Taber (<100 mg de pérdida).

Los Ejemplos 10 a 13 comparan el comportamiento de pinturas y barnices de dos componentes con el mismo componente A y diferente componente B. Tal como puede verse, usando el producto obtenido en el Ejemplo 1, se obtie-

ne un recubrimiento final que tiene un contenido de disolvente VOC significativamente inferior en la mezcla de componente a + componente B que los productos convencionales, y en cualquier caso por debajo del 50 %, al tiempo que se garantiza el mismo comportamiento en términos de tiempos de secado/reticulación, valores de dureza y viscosidad de aplicación.

REIVINDICACIONES

1. Poliisocianato obtenido mediante la trimerización de diisocianato de tolueno, **caracterizado por**:
 - un residuo seco superior al 60 %, y preferiblemente entre el 60 y el 80 % en peso;
 - una viscosidad entre 500 y 2000 mPas a 23 °C;
- 5 - un contenido de monómero de diisocianato de tolueno inferior al 1 % en peso;
- un peso molecular medio inferior a 1500 amu;
- un contenido de grupo reactivo isocianato superior al 10 % en peso.
2. Un procedimiento para la preparación del poliisocianato divulgado en la reivindicación 1 que comprende
 - trimerización del TDI en ausencia de disolvente, en presencia de un catalizador y de un alcohol C6-C10;
- 10 - terminación de la reacción cuando la conversión de los grupos de monómero de isocianato a grupos de isocianurato está comprendida entre el 10-70 % con un inhibidor seleccionado entre ácidos próticos, cloruros de ácidos o agentes de metilación;
- eliminación del isocianato sin reaccionar mediante destilación;
- dilución opcional del residuo en un disolvente.
- 15 3. Uso del poliisocianato divulgado en la reivindicación 1, solo o en una mezcla con otros poliisocianatos aromáticos o alifáticos, para la formulación de pinturas, promotores de adhesión, adhesivos, tintas para impresión, sellantes y poliuretanos para moldeo.
4. Uso según la reivindicación 3 para la formulación de una pintura de dos componentes, **caracterizada por** un resto seco del 60-80 % y una viscosidad que varía desde 500-2000 mPas a 23 °C.
- 20 5. Pinturas que contienen el poliisocianato divulgado en la reivindicación 1.