

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 429 489**

51 Int. Cl.:

C08G 73/00 (2006.01)

C08G 18/79 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.10.2009** **E 09173303 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2013** **EP 2311891**

54 Título: **Estabilizador de viscosidad para masas termosellables**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.11.2013

73 Titular/es:

RHEIN CHEMIE RHEINAU GMBH (100.0%)
Düsseldorfer Strasse 23-27
68219 Mannheim, DE

72 Inventor/es:

SCHEFFNER, CHRISTIAN;
KRAY, BERND;
LAUFER, WILHELM;
SCHUSTER, PETER;
UESTUENBAS, SERDAR;
LEIMENSTOLL, MARC;
REICHERT, PETER;
MAYER, EDUARD y
WINTERMANTEL, MATTHIAS

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 429 489 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

Estabilizador de viscosidad para masas termosellables

La invención se refiere al uso de al menos una carbodiimida polimérica a base de diisocianato de tetrametilxilileno como estabilizadores de viscosidad para masas termosellables.

5 Las masas termosellables de poliuretano reactivas son un grupo de productos de fuerte crecimiento dentro de las aplicaciones de poliuretanos en el campo de adhesivos. Para su estructura se usan preferentemente poliésterpolioles y/o poliéterpolioles lineales en combinación con un exceso de poliisocianatos, preferentemente diisocianatos.

10 Las ventajas de esta clase de productos se encuentran sobre todo en la ausencia de disolventes, la posibilidad de aplicar los productos en el calor con viscosidades relativamente bajas, de obtener a pesar de ello altas resistencias iniciales y de obtener tras un tiempo relativamente corto debido a la reacción posterior con la humedad compuestos adhesivos con muy alto nivel térmico, que se encuentra ampliamente por encima de las temperaturas de aplicación y excelentes estabilidades frente a disolventes.

15 Los sistemas de adhesivo de masa fundida reactivos se proporcionan en la mayoría de los casos en barriles en la línea de producción del procedimiento. En estos barriles se funde el adhesivo de masa fundida por ejemplo por medio de calentadores de barril especiales. Por consiguiente, dependiendo del procedimiento y del equipo, los sistemas de masas termosellables de PUR reactivos experimentan cargas de temperatura considerables en parte constantes por mucho tiempo. Esta carga de temperatura constante tiene como consecuencia desventajosamente un claro aumento de la viscosidad de masa fundida del adhesivo de masa fundida y la reducción del contenido en NCO debido a reacciones secundarias que pueden establecer los grupos NCO aún libres en el sistema de masas termosellables de PU a temperaturas elevadas.

Dado que las masas termosellables reactivas se aplican además como masa fundida, debe garantizarse también en esta fase que no tenga lugar ningún aumento de la viscosidad.

25 Desde el punto de vista del usuario final son deseables por tanto principalmente sistemas de adhesivo de masa fundida reactivos que dispongan de estabilidades de viscosidad excelentes en el calor.

30 Por los documentos DE-A 1 005 726 y DE 10 2007 027 851 A1 se conocen carbodiimidias como agentes estabilizadores con respecto al calor y agua, es decir para la protección frente a la hidrólisis para masas de poliésteres modificados con poliisocianatos de estructura homogénea o porosa. En este caso pudo determinarse que en particular la resistencia a la compresión de espumas de poliuretano mediante la adición de tetrametilen- ω - ω' -bis-terc-butilcarbodiimida a diferencia de espumas libres de carbodiimida no muestra ninguna o muestra sólo una baja reducción en los valores mecánicos en un almacenamiento de 12 días a 70 °C/95 % de humedad relativa. El documento DE-A 1 005 726 se dedica, sin embargo, exclusivamente a la estabilidad frente a la hidrólisis, que no proporciona ninguna conclusión sobre la estabilidad de la viscosidad a temperaturas más altas.

35 Una indicación a la influencia de carbodiimidias monoméricas sobre la estabilidad de la viscosidad de masa fundida de prepolímeros con terminación de isocianato con carga de temperatura se encuentra en Tappi Journal 1996, página 196 - 202. Los compuestos de carbodiimidias monoméricos sometidos a ensayo se basan en 4,4'-MDI monomérico y disponen en consecuencia de grupos NCO reactivos libres. Pudo determinarse que el incremento de la viscosidad de masa fundida en almacenamientos a 80 °C durante 4 semanas en comparación con un sistema de PUR convencional basado en 4,4'-MDI aumentó menos intensamente para el sistema con carbodiimida monomérica. Además se redujo el aumento de la viscosidad con una carga de temperatura continua de 2 horas de 121 °C en comparación con el sistema convencional de aproximadamente el 10 %/h a aproximadamente el 4 %/h mediante el uso de carbodiimida monomérica. Éstas pueden usarse a gran escala únicamente de manera condicionada, dado que éstas pueden desgasificarse y son menos estables frente a la migración.

45 La carbodiimida monomérica sometida a ensayo en Tappi Journal mencionado anteriormente presenta además grupos NCO reactivos libres. Con ello, estos compuestos no pueden usarse como estabilizadores de polioles, sin que se realice una reacción con el polioli. Por consiguiente aumenta el peso molecular promedio y en consecuencia la viscosidad del componente polioli. Esto es desventajoso en vista de un procedimiento de fabricación óptimo.

El documento EP 1 650 238 A2 da a conocer el uso de policarbodiimidias en composiciones de resina. En el párrafo [0067] se explica que las policarbodiimidias se usan como estabilizadores de viscosidad.

50 Por tanto era objetivo de la presente invención facilitar estabilizadores de viscosidad para masas termosellables que no presentaran los inconvenientes del estado de la técnica.

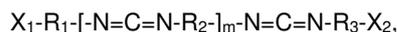
Se encontró ahora sorprendentemente que son adecuadas las carbodiimidias poliméricas a base de diisocianato de tetrametilxilileno de manera excelente como estabilizador de viscosidad para masas termosellables.

Por consiguiente es objetivo de la presente invención el uso de al menos una carbodiimida polimérica (A) a base de diisocianato de tetrametilenxilileno como estabilizador de viscosidad para masas termosellables.

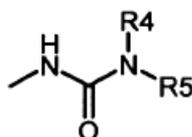
Por masas termosellables en el sentido de la invención se entiende todos los tipos de adhesivos de masa fundida y las masas termosellables de PUR comprenden todos los tipos de adhesivos de masa fundida reactivos.

- 5 Por carbodiimidas poliméricas (A) se entiende en el contexto de la presente invención esencialmente policarbodiimidas lineales que presentan en el centro al menos dos grupos carbodiimida por molécula.

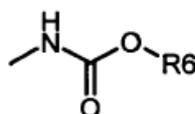
En caso de la carbodiimida (A) en el sentido de la invención se trata a este respecto preferentemente de un compuesto de fórmula



- 10 en la que R_1 , R_2 y R_3 significan independientemente entre sí restos hidrocarbonados aromáticos sustituidos C_6-C_{24} y m tiene un valor de al menos 1, preferentemente 2-10, de manera especialmente preferente 3-5, X_1 y X_2 son independientemente entre sí hidrógeno o



y/o



- 15 y
 R_4 , R_5 , R_6 = son restos hidrocarbonados alifáticos dado el caso sustituidos C_1-C_{24} , cicloalifáticos sustituidos en C_5-C_{24} o aromáticos sustituidos en C_6-C_{24} .

- 20 Además se prefiere que el estabilizador de viscosidad contenga preferentemente aquellas carbodiimidas (A) que no disponen de grupos isocianato libres y por consiguiente reactivos. Estas carbodiimidas que no disponen de grupos isocianato libres y por consiguiente reactivos se preparan mediante la adición de un exceso estequiométrico (con respecto a $-NCO$) de monoalcoholes, tales como por ejemplo polietilenglicoles (por ejemplo PEG550, PEG300). A este respecto se prefiere un índice de OH de 8 mg de KOH/g a 20 mg de KOH/g.

- 25 En caso de las carbodiimidas mencionadas anteriormente se trata de componentes habituales en el comercio que pueden obtenerse por ejemplo por la empresa Rhein Chemie Rheinau GmbH, por ejemplo con el nombre comercial Stabaxol® P 200 como carbodiimida polimérica a base de diisocianato de tetrametilenxilileno, dado el caso terminada con monoalcoholes, es decir sin grupos isocianato libres y por consiguiente reactivos.

- 30 Otro objetivo de la presente invención es el uso al menos de un estabilizador de viscosidad (A) de acuerdo con la invención en masas termosellables, que se caracterizan porque éstas contienen al menos un poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (B) y al menos un isocianato (C).

- 35 Por el poliéster-/poliéter-poliol (B) se entiende en el contexto de la presente invención un poliol con más de un grupo OH, preferentemente dos grupos OH terminales. Tales poliols se conocen por el experto. Se prefieren poliésterpoliols. Pueden prepararse de manera conocida, por ejemplo a partir de ácido hidroxicarboxílicos alifáticos o a partir de ácidos dicarboxílicos alifáticos y/o aromáticos y uno o varios dioles. Pueden usarse también correspondientes derivados, por ejemplo lactonas, ésteres de alcoholes o anhídridos de bajo peso molecular. Ciertos ejemplos de productos de partida adecuados son ácido succínico, ácido adípico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido dodecandioico, ácido glutárico, anhídrido de ácido glutárico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, anhídrido del ácido ftálico, etilenglicol, dietilenglicol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentilglicol y/o ϵ -caprolactona.

- 40 Los poliésterpoliols son a temperatura ambiente o bien líquidos (temperatura de transición vítrea $T_g < 20$ °C) o sólidos. Los poliésterpoliols sólidos a temperatura ambiente son a este respecto o bien amorfos (temperatura de transición vítrea $T_g > 20$ °C) o cristalinos.

Los poliésteres cristalinos adecuados son por ejemplo aquéllos a base de ácidos dicarboxílicos alifáticos lineales con al menos 2 átomos de carbono, preferentemente al menos 6 átomos de carbono, de manera especialmente

- preferente de 6 a 14 átomos de carbono en la molécula, tal como por ejemplo ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebácico y ácido dodecandioico, preferentemente ácido adípico y/o ácido dodecandioico así como dioles lineales con al menos 2 átomos de carbono, preferentemente al menos 4 átomos de carbono, de manera especialmente preferente 4 - 6 átomos de carbono en la molécula, preferentemente con un número preciso de átomos de carbono tal como por ejemplo 1,4-butanodiol y 1,6-hexanodiol. Igualmente han de mencionarse como especialmente adecuados los derivados de policaprolactona, a base de moléculas de partida bifuncionales, tales como por ejemplo 1,6-hexanodiol.
- Los poliésterpolioles amorfos adecuados son por ejemplo aquéllos a base de ácido adípico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, etilenglicol, neopentilglicol y/o propanoato de 3-hidroxi-2,2-dimetilpropil-3-hidroxi-2,2-dimetilo.
- 10 Los poliésterpolioles líquidos a temperatura ambiente adecuados son por ejemplo aquéllos a base de ácido adípico, etilenglicol, 1,6-hexanodiol y/o neopentilglicol.
- Como poliéterpoliol son adecuados los poliéteres habituales en la química de poliuretano, tal como por ejemplo los compuestos de adición o de adición mixta del tetrahidrofurano, óxido de estireno, óxido de etileno, óxido de propileno, de los óxidos de butileno o de la epoclorhidrina, preferentemente del óxido de etileno y/o del óxido de propileno preparados usando moléculas de partida de bivalentes a sextavalentes, tales como por ejemplo agua, etilenglicol, 1,2- ó 1,3-propilenglicol, neopentilglicol, glicerina, trimetilolpropano, pentaeritrol, sorbitol o aminas que presentan de 1 a 4 enlaces NH. Preferentemente han de mencionarse los aductos bifuncionales de óxido de propileno y/u óxido de etileno así como politetrahidrofurano. El experto conoce tales poliéterpolioles y su preparación.
- 15 En caso de los poliéster-polioles y/o poliéter-polioles (B) mencionados anteriormente se trata de componentes habituales en el comercio que pueden obtenerse por ejemplo de BayerMaterial Science AG o de Evonik Degussa AG.
- Como componente isocianato C) son adecuados por ejemplo compuestos con contenidos en isocianato del 5 % al 60 % en peso (con respecto al isocianato) con grupos isocianato unidos de manera alifática, cicloalifática, aralifática y/o aromática, tales como por ejemplo 1,4-diisocianatobutano, 1,6-diisocianatohexano (HDI), 2-metil-1,5-diisocianatopentano, 1,5-diisocianato-2,2-dimetilpentano, 2,2,4- ó 2,4,4-trimetil-1,6-diisocianatohexano, 1,10-diisocianatododecano, 1,3- y 1,4-diisocianatociclohexano, 1,3- y 1,4-bis-(isocianatometil)-ciclohexano, 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometilciclohexano (diisocianato de isoforona, IPDI), 4,4'-diisocianatodieciclohexilmetano, 1-isocianato-1-metil-4(3)isocianatometilciclohexano, bis-(isocianatometil)-norbornano, 1,3- y 1,4-bis-(2-isocianato-prop-2-il)-benceno (TMXDI), 2,4- y/o 2,6-diisocianatotolueno (TDI), 2,2'-, 2,4'- y/o 4,4'-diisocianatodifenilmetano (MDI), 1,5-diisocianatonaftalina, 1,3- y 1,4-bis-(isocianatometil)-benceno o mezclas de éstos. Lógicamente pueden usarse también poliisocianatos.
- 20 Los diisocianatos preferentes como componente diisocianato C) son 1,6-diisocianatohexano (HDI), 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometilciclohexano (diisocianato de isoforona, IPDI), 4,4'-diisocianatodieciclohexilmetano, 2,4- y/o 2,6-diisocianatotolueno (TDI), 2,2'-, 2,4'- y/o 4,4'-diisocianatodifenilmetano (MDI).
- 25 Los diisocianatos especialmente preferentes como componente diisocianato C) son 2,4'- y/o 4,4'-diisocianatodifenilmetano (MDI).
- En caso de los isocianatos (C) mencionados anteriormente se trata de componentes habituales en el comercio que se obtienen por ejemplo por BayerMaterial Science AG con el nombre comercial Desmodur® 44 M.
- 40 Preferentemente, las masas termosellables estables con respecto a la viscosidad de masa fundida presentan una proporción molar de isocianato (NCO) C) con respecto a poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (OH) B) de > 1 y concentraciones de carbodiimida (A), con respecto al poliol (B), del 0,05 % en peso al 10 % en peso.
- Las masas termosellables estables con respecto a la viscosidad de masa fundida mezcladas con al menos una carbodiimida polimérica (A) pueden estar dotadas aún de aditivos adicionales.
- 45 En otra forma de realización de la invención, las masas termosellables estables con respecto a la viscosidad de masa fundida contienen como aditivos adicionales catalizadores que se activan por humedad, cargas inorgánicas u orgánicas, colorantes, antioxidantes, resinas, polímeros reactivos o no reactivos y/o aceites diluyentes.
- Las masas termosellables estables con respecto a la viscosidad de masa fundida puede prepararse preferentemente debido a que se añade el estabilizador de viscosidad (A) a al menos un poliéster y/o poliéter (B) y/o al menos un isocianato (C) o al producto de reacción de al menos un poliéster y/o poliéter (B) y al menos un isocianato (C).
- 50 Las masas termosellables estables con respecto a la viscosidad de masa fundida pueden obtenerse sin embargo también mediante reacción de
- al menos un diisocianato aromático C₆-C₂₄, alifático C₁-C₂₄, aralifático C₇-C₂₄ y/o cicloalifático C₅-C₂₄ (C), preferentemente con un contenido en grupos NCO libres del 5 % al 60 % en peso, de manera especialmente

preferente del 20 % al 55 % en peso, de manera muy especialmente preferente del 30 % al 50 % en peso (con respecto a (C)) y

- un poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (B) que contiene la carbodiimida (A) de acuerdo con la invención, obtenida mediante

- 5 a) mezclado del poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (B) con la carbodiimida (A) de acuerdo con la invención a temperaturas de 0 °C a 200 °C, preferentemente de 25 °C a 150 °C, de manera especialmente preferente de 80 °C a 120 °C, con concentraciones de carbodiimida con respecto al poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (B) del 0,05 % en peso al 10 % en peso, preferentemente del 0,5 % en peso al 5 % en peso, de manera especialmente preferente del 0,8 % en peso al 3,5 % en peso con un tiempo de mezclado de 0,1 min a 240 min, preferentemente de 1 min a 180 min, de manera especialmente preferente de 5 min a 120 min,

10 seleccionándose la proporción de C con respecto a B de modo que la proporción molar de NCO con respecto a OH ascienda a > 1, preferentemente de 1,2 a 4,0, de manera especialmente preferente de 1,3 a 3,0.

- 15 La producción de los sistemas de poliuretano reactivos y/o las preparaciones se realiza por ejemplo de manera que en primer lugar se mezclan con agitación el poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (B) con la carbodiimida (A) de acuerdo con la invención a temperaturas de 0 °C a 200 °C, preferentemente 25 °C a 150 °C, de manera especialmente preferente de 80 °C a 120 °C, con concentraciones de carbodiimida con respecto al poliol del 0,05 % en peso al 10 % en peso, preferentemente del 0,5 % en peso al 5 % en peso, de manera especialmente preferente del 0,8 % en peso al 3,5 % en peso con un tiempo de mezclado de 0,1 min a 240 min, preferentemente de 1 min a 180 min, de manera especialmente preferente de 5 min a 120 min y entonces se mezclan con un exceso de poliisocianatos (C), seleccionándose la proporción de (C) con respecto a (B) de modo que la proporción molar de NCO con respecto a OH ascienda a > 1, preferentemente de 1,2 a 4,0, de manera especialmente preferente de 1,3 a 3,0, se envasa la mezcla homogénea o se agita hasta obtener un valor constante de NCO y entonces se envasa. Como temperatura de reacción se seleccionan de 60 °C a 150 °C, preferentemente de 80 °C a 130 °C.

- 20 Lógicamente puede realizarse la producción de los sistemas de poliuretano reactivos y/o las preparaciones también de manera continua en una cascada de recipientes agitadores o unidades mezcladoras adecuadas, tales como por ejemplo mezcladoras de giro rápido según el principio de rotor-estator o una mezcladora estática.

- 25 Lógicamente es posible modificar los poliésterpolioles y/o poliéterpolioles o una parte de los mismos con un exceso de diisocianatos (C), preferentemente 1,6-diisocianatohexano (HDI), 2,4- y/o 2,6-diisocianatotolueno (TDI) y/o 2,4'- y/o 4,4'-diisocianatodifenilmetano (MDI), y tras finalizar la reacción convertir los polioles que contienen grupos uretano con un exceso de diisocianatos en una masa termosellable que contiene grupos isocianato.

30 Igualmente es posible realizar la reacción del poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (B) con los diisocianatos (C) en presencia de hasta el 5 % en peso de por ejemplo trímeros de diisocianatos alifáticos, tales como por ejemplo HDI, o añadir tales trímeros tras finalizar la polimerización previa.

- 35 Otro objetivo de la presente invención es además el uso de los estabilizadores de viscosidad de acuerdo con la invención en adhesivos.

- 40 Además, otro objetivo de la presente invención es el uso de las masas termosellables estables con respecto a la viscosidad de masa fundida de acuerdo con la invención como sellante, espuma, como adhesivo, en particular para el revestimiento, como adhesivo de masa fundida, como adhesivo de montaje para la fijación preliminar de componentes, como adhesivo de encuadernación, como adhesivo para la fabricación de sacos de válvula de fondo cruzado, para la fabricación de láminas de material compuesto y laminados, como adhesivo de revestimiento o como cola para pegar cantos y/o para el revestimiento.

La mejora de la estabilidad de la viscosidad de masa fundida a temperatura elevada mediante la adición de carbodiimidias (A) se demuestra por medio de los siguientes ejemplos, sin que la invención esté limitada a este respecto al ejemplo.

45 **Ejemplos de realización:**

Siempre que no se indique lo contrario, todas las indicaciones en porcentaje se refieren a porcentaje en peso.

En los ejemplos y ejemplos comparativos se usaron las siguientes materias primas:

Carbodiimidias (A):

Stabaxol® P 200 Rhein Chemie Rheinau GmbH, Mannheim, DE.

50 Poliésterpoliol (B):

Su usó un poliésterpoliol a base de ácido adípico y 1,6-hexanodiol con un índice de hidroxilo de aproximadamente 30 mg de KOH/g y un índice de acidez de aproximadamente 0,5 mg de KOH/g, obtenido por la empresa Bayer

MaterialScience AG con el nombre comercial Baycoll® AD5027.

Isocianato I (C):

Desmodur® 44M (diisocianato de 4,4'-difenilmetano) que puede obtenerse por Bayer MaterialScience AG.

Preparación de las masas termosellables de poliuretano reactivas (ejemplos y ejemplos comparativos):

- 5 En un vaso de precipitados con brida plana de 2 l se disponen los porcentajes indicados en la tabla 1 de poliésterpoliol, se funden a 130 °C y entonces se deshidratan durante 1 h a 130 °C y 1,5 kPa (+/- 1,0 kPa) de vacío parcial. El poliésterpoliol deshidratado se mezcla entonces con la cantidad correspondiente de carbodiimida con las condiciones evidentes a partir de la tabla 1. A continuación se añade la cantidad de sustancia correspondiente de isocianato I. Tras un tiempo de agitación de 20 min se envasan los productos en cartuchos de aluminio y se cierran éstos de manera hermética al aire. Los cartuchos se calientan entonces durante 4 h a 100 °C en el armario de secado de aire circulante.

Tabla 1: Composición de los ejemplos y del ejemplo comparativo

Denominación		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo comparativo 1
Poliésterpoliol	[% en peso]	83,4	84,8	85,5
Carbodiimida	[% en peso]	0,7	0,7	0,0
Tiempo de acción	[min]	120	5	-
Temperatura de acción	[°C]	80	80	-
Concentración de carbodiimida C en el poliésterpoliol	[% en peso]	0,83	0,83	0,0
Isocianato I	[% en peso]	14,8	14,5	14,5
Contenido en NCO (teórico)	[% en peso]	3,0	3,0	3,0
Número indicador		2,51	2,62	2,61

Caracterización de las masas termosellables de poliuretano reactivas:

- 15 Antes del ensayo se funden los productos que están envasados en cartuchos de aluminio en una estufa de aire circulante a aproximadamente 125 °C durante aproximadamente 30 min. La caracterización de las propiedades viscoelásticas de las masas termosellables de poliuretano reactivas se realiza con el reómetro MCR 301 de la empresa Anton-Paar. Se usó el sistema de areómetro/vaso medidor Z4 y CC27. La velocidad se registró dependiendo de la velocidad de cizallamiento y se evaluó por medio del algoritmo de Carreau-Yasuda. La prueba rápida de viscosidad se realizó en el mismo aparato. Para ello se midió la muestra a 120 °C durante 2 h (prueba de 2 h). La viscosidad cero se determinó mediante extrapolación y a partir de esto se calculó el aumento de viscosidad en %/h.

El contenido en NCO se determinó según la norma DIN EN 1242.

Determinación de la estabilidad frente a la hidrólisis de las masas termosellables de poliuretano reactivas:

- 25 Las masas termosellables de los ejemplos 1 - 2 y del ejemplo comparativo 1 se curaron durante 14 días a temperatura normal como película con un espesor de capa definido según la norma DIN EN ISO 527-1,3. De esta película curada se troquelan probetas S2 y éstas se almacenan durante 24 horas a 60 °C con agua. Tras la extracción se reacondicionan las probetas durante 24 horas a temperatura normal. A continuación se almacenan las muestras a 87 °C y un 95 % de humedad relativa durante 0, 3, 5, 8, 14, 19, 27 y 31 días. La resistencia mecánica de las muestras se determina por medio del ensayo de tracción según la norma DIN EN ISO 527-1,3.

A este respecto se obtuvieron los resultados expuestos en la tabla 2.

Tabla 2: Propiedades reológicas y mecánicas de los ejemplos y del ejemplo comparativo

Denominación		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo comparativo 1
Viscosidad a				
100 °C	[mPa*s]	7498	7428	8032
130 °C	[mPa*s]	3117	3144	3342
Incremento de la viscosidad (prueba de 2 h)	[%/h]	4,7	6,1	10,0
Resistencia a la tracción				
a 87 °C/ 95 % H. rel.				
0 días	[MPa]	38	37	34
3 días	[MPa]	37	36	35
5 días	[MPa]	37	35	25
8 días	[MPa]	37	32	14
14 días	[MPa]	16	32	0
19 días	[MPa]	10	32	0
27 días	[MPa]	0	13	0
31 días	[MPa]	0	11	0

Discusión de los resultados:

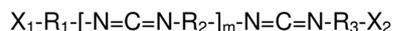
5 La tabla 2 muestra que la estabilidad frente a la hidrólisis de los ejemplos 1 a 2 de acuerdo con la invención puede mejorarse significativamente mediante el uso de carbodiimida en comparación con el sistema del estado de la técnica (ejemplo comparativo 1).

10 Además ha de distinguirse que la estabilidad de la viscosidad de masa fundida de los ejemplos 1 a 2 de acuerdo con la invención igualmente puede mejorarse significativamente mediante el uso de carbodiimida en comparación con los sistemas del estado de la técnica (ejemplo comparativo 1). Así puede reducirse en un 5,3 %/h el incremento de la viscosidad de masa fundida mediante el uso de por ejemplo un 0,83 % en peso de carbodiimida (ejemplo 1) en comparación con el sistema del estado de la técnica (ejemplo comparativo 1)

REIVINDICACIONES

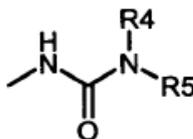
1. Uso de al menos una carbodiimida polimérica (A) a base de diisocianato de tetrametilenxilileno como estabilizador de viscosidad para masas termosellables.

5 2. Uso según la reivindicación 1, **caracterizado porque** en el caso de la carbodiimida (A) se trata de un compuesto de fórmula

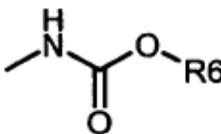


en la que R₁, R₂ y R₃ significan independientemente entre sí restos hidrocarbonados aromáticos sustituidos C₆-C₂₄ y m tiene un valor de al menos 1,

10 X₁ y X₂ independientemente entre sí significan



y/o



15 y R₄, R₅, R₆ = son restos hidrocarbonados alifáticos dado el caso sustituidos C₁-C₂₄, cicloalifáticos sustituidos C₅-C₂₄ o restos de hidrocarburos aromáticos sustituidos C₆-C₂₄.

3. Uso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** estas carbodiimidias (A) no disponen de grupos isocianato reactivos libres.

20 4. Uso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** estas masas termosellables contienen al menos un poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (B), al menos un isocianato (C).

5. Uso según la reivindicación 4, **caracterizado porque** éstas presentan una proporción molar de isocianato (NCO) (C) con respecto al poliésterpoliol y/o poliéterpoliol (OH) (B) de > 1 y concentraciones de carbodiimida, con respecto al poliol, del 0,05 % en peso al 10 % en peso.

25 6. Uso según la reivindicación 4 o 5, **caracterizado porque** éstas contienen como aditivos adicionales catalizadores que se activan por humedad, cargas inorgánicas u orgánicas, colorantes, antioxidantes, resinas, polímeros reactivos o no reactivos y/o aceites diluyentes.

7. Uso de las masas termosellables según una de las reivindicaciones 1 a 6 en adhesivos.

30 8. Uso de las masas termosellables estables con respecto a la viscosidad de masa fundida según una de las reivindicaciones 1 a 6 para el revestimiento, como sellante, espuma, como adhesivo, como adhesivo de masa fundida, como adhesivo de montaje para la fijación provisional de componentes, como adhesivo de encuadernación, como adhesivo para la fabricación de sacos de válvula de fondo cruzado, para la fabricación de láminas de material compuesto y laminados, como adhesivo de revestimiento o como cola para pegar cantos y/o para el revestimiento.