

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 574 777**

51 Int. Cl.:

C08G 18/65 (2006.01)

C08K 5/053 (2006.01)

C09D 133/06 (2006.01)

C09D 175/04 (2006.01)

C08G 18/62 (2006.01)

C08G 18/79 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.01.2004 E 04707081 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.04.2016 EP 1590391**

54 Título: **Composiciones de revestimiento 2K basadas en disolvente**

30 Prioridad:

03.02.2003 US 356180

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

22.06.2016

73 Titular/es:

**PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (100.0%)
3800 WEST 143RD STREET
CLEVELAND, OH 44111, US**

72 Inventor/es:

**FENN, DAVID R. y
WALTERS, DAVID N.**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 574 777 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 revestimiento 2K basadas en disolvente

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a composiciones de revestimiento, especialmente composiciones de revestimiento basadas en disolvente que incluyen un diluyente reactivo que comprende 1,3-ciclohexano dimetanol y 1,4-ciclohexano dimetanol.

10

Antecedentes de la invención

Las composiciones de revestimiento que tienen concentración elevada de sólidos ("composiciones de elevado contenido de sólidos") se están volviendo cada vez más populares debido a la normativa ambiental que limita el contenido de disolvente volátil en dichas composiciones. Las composiciones de elevado contenido de sólidos contienen niveles elevados de materiales no volátiles tales como un polímero formador de película, pigmentos y cargas y niveles bajos de disolvente orgánico.

15

En el presente, resulta difícil formular composiciones de elevado contenido de sólidos que tengan viscosidades aceptables. Si la viscosidad de la composición de revestimiento es elevada, resulta difícil aplicar por pulverización la composición de revestimiento y la aparición del revestimiento aplicado es menos que ideal.

20

Se han propuesto diversas soluciones insatisfactorias para proporcionar composiciones de elevado contenido de sólidos que tienen viscosidades aceptables. Una solución propuesta es el uso de polímeros formadores de película de bajo peso molecular para formar la composición de revestimiento ya que, generalmente, los polímeros de bajo peso molecular tienen viscosidades bajas. El problema con el uso de polímeros de bajo peso molecular es que dan lugar a películas de revestimiento blandas que tienen tiempos libres de polvo inaceptables (el período de tiempo desde el momento en el que se aplica la composición de revestimiento hasta el momento en el que el polvo ya no se adhiere más al revestimiento).

25

30

Otra solución propuesta ha sido añadir un aditivo de modificación de viscosidad a la composición de revestimiento. Los aditivos de modificación de viscosidad se conocen bien. Los aditivos de modificación de viscosidad comunes comprenden un compuesto de bajo peso molecular o polímero tal como un poliéster. Desafortunadamente, las composiciones de revestimiento que contienen aditivos de modificación de viscosidad pueden ser inaceptablemente blandas.

35

Un ejemplo de aditivo de modificación de viscosidad se divulga en la patente de Estados Unidos Número 5.541.268. El aditivo de modificación de viscosidad divulgado es duro para disolver sólidos. Cuando se disuelve un sólido y se coloca en solución, con frecuencia cristaliza de manera muy rápida. Consecuentemente, resulta difícil de usar el aditivo de modificación de viscosidad divulgado en la patente de Estados Unidos Número 5.541.268 en las composiciones de revestimiento líquidas.

40

La presente invención proporciona una composición de revestimiento basada en disolvente que tiene viscosidades aceptables y propiedades de rendimiento superiores tales como dureza, tiempo libre de polvo, etc.

45

Sumario de la invención

La presente invención es una composición de revestimiento que comprende:

50

- a. al menos un polímero con funcionalidad de hidroxilo
- b. un reticulante capaz de reticulación con dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo

- (a) para formar una película;

55

- c. un diluyente reactivo que comprende:

- i. 1,3-ciclohexano dimetanol, y
- ii. 1,4-ciclohexano dimetanol; y

60

En otra realización, la presente invención es un método de revestimiento de un artículo que comprende las etapas de:

- a. aplicar sobre el artículo una composición de revestimiento que comprende:

65

- i. al menos un polímero con funcionalidad de hidroxilo,
- ii. un reticulante capaz de reticulación con dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo para formar una

película,
iii. un diluyente reactivo que comprende:

- 5 (A) 1,3-ciclohexano dimetanol, y
(B) 1,4-ciclohexano dimetanol, y

b. curar la composición

Descripción de la invención

10 Aparte de los ejemplos de operación, o donde se indique lo contrario, todos los números que expresan cantidades de ingredientes, condiciones de reacción y similares usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones deben entenderse como que están modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". Por consiguiente, a menos que se indique lo contrario, los parámetros numéricos explicados en la siguiente memoria descriptiva y
15 ligados a las reivindicaciones son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas a obtener mediante la presente invención. Al final, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico debería al menos interpretarse a la luz del número de dígitos significativos presentado y mediante la aplicación de técnicas ordinarias de redondeo.

20 Sin obviar que los intervalos numéricos y los parámetros que explican el amplio alcance de la invención son aproximaciones, los valores numéricos explicados en los ejemplos específicos se presentan de la manera más precisa posible. Cualesquiera valores numéricos, no obstante, contienen inherentemente determinados errores que necesariamente resultan de la desviación estándar encontrada en sus respectivas mediciones de ensayo.

25 También, debería comprenderse que se pretende que cualquier intervalo citado en la presente memoria incluya todos los sub-intervalos subsumidos en el mismo. Por ejemplo, se pretende que un intervalo de "1 a 10" incluya todos los sub-intervalos entre (e incluyendo) el valor mínimo citado de 1 y el valor máximo citado de 10, es decir, que tenga un valor mínimo igual o mayor de 1 y un valor máximo igual o menor de 10.

30 Según se usa en la presente memoria, el término (met)acrilato se refiere tanto a acrilato como a metacrilato e incluye ésteres de ácido acrílico y metacrílico. El término ácido (met)acrílico se refiere a ácido tanto acrílico como metacrílico.

35 La composición de revestimiento de la presente invención comprende al menos un polímero con funcionalidad de hidroxilo, un reticulante capaz de reticulación con dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo (a) para formar una película, y un diluyente reactivo que comprende 1,3-ciclohexano dimetanol y 1,4-ciclohexano dimetanol.

40 El polímero con funcionalidad de hidroxilo puede ser cualquier polímero convencional formador de película con funcionalidad de hidroxilo conocido en la técnica de los revestimientos. Los polímeros convencionales formadores de película incluyen polímeros que contienen hidroxilo procedentes de monómeros etilénicamente insaturados tales como monómeros vinílicos y acrílicos, polímeros con funcionalidad de hidroxilo procedentes de polímeros epoxi, polímeros alquídicos que contienen hidroxilo, polímeros de poliuretano y polioli, polímeros de poliéter y polioli o polímeros de poliéster y polioli.

45 Cuando el polímero con funcionalidad de hidroxilo procede de monómeros etilénicamente insaturados, puede comprender unidades funcionales y unidades estructurales. Las unidades funcionales pueden proceder de monómeros vinílicos o acrílicos con funcionalidad de hidroxilo. Un ejemplo de monómero vinílico con funcionalidad de hidroxilo es alcohol vinílico. Los ejemplos de monómeros acrílicos con funcionalidad de hidroxilo son (met)acrilato de hidroxilo etilo, (met)acrilato de hidroxilo butilo y (met)acrilato de hidroxilo propilo.

50 Otros ejemplos de monómeros con funcionalidad de hidroxilo apropiados son los productos de reacción de (met)acrilato de glicidilo con ácidos monocarboxílicos tales como ácido versático y el producto de reacción de ácido (met)acrílico con compuestos monoepoxi tales como Cardura E10 que se encuentra comercialmente disponible en Shell.

55 Las unidades estructurales pueden proceder de monómeros que no tienen ningún grupo funcional que reaccione con el reticulante. Los ejemplos de dichos monómeros incluyen monómeros vinílicos no funcionales y ésteres alquídicos de ácido (met)acrílico. Los ejemplos de monómeros vinílicos no funcionales apropiados son estireno, α -metil estireno y butil estireno terciario. Los ejemplos de ésteres de alquilo apropiados de ácido (met)acrílico son ésteres alquídicos C₁₋₁₂ tales como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de n-butilo, (met)acrilato de t-butilo, (met)acrilato de n-propilo y (met)acrilato de isobornilo.

60 Los grupos que contienen monómeros diferentes de grupos hidroxilo como grupos de ácido carboxílico, grupos amina y grupos epoxi se pueden incluir en la presente invención. Por ejemplo, se puede incluir un monómero que contenga un grupo de ácido carboxílico como ácido (met)acrílico o un monómero que contenga grupos amina como (met)acrilato de butil aminoetilo terciario.

Los grupos funcionales sobre el polímero con funcionalidad de hidroxilo se pueden hacer reaccionar con otros compuestos para modificar el polímero. Por ejemplo, los grupos ácido del polímero con funcionalidad de hidroxilo se pueden hacer reaccionar con compuestos con funcionalidad de glicidilo tales como Cardura E10 o se pueden hacer reaccionar los grupos epoxi sobre el polímero con un compuesto con funcionalidad de ácido como ácido versático.

Como se ha comentado anteriormente, el polímero con funcionalidad de hidroxilo puede ser cualquier polímero convencional formador de película con funcionalidad de hidroxilo. Los ejemplos de polímeros apropiados con funcionalidad de hidroxilo se pueden encontrar en numerosas patentes y publicaciones. Por ejemplo, los polímeros apropiados (met)acrílicos con funcionalidad de hidroxilo se divulgan en la patente de Estados Unidos Número 6.316.119 en la columna 2, renglones 51-61. Los polímeros apropiados con funcionalidad de hidroxilo procedentes de polímeros epoxi se divulgan en la patente de Estados Unidos Número 4.913.972 en la columna 17, renglones 38-61. Los polímeros apropiados de poliéster y polioli se divulgan en la patente de Estados Unidos Número 4.913.972 en la columna 16, renglones 9-62. Los polímeros apropiados alquídicos que contienen hidroxilo se divulgan en la patente de Estados Unidos Número 6.316.119 en la columna 4, renglones 10-29. Los polímeros apropiados de poliuretano y polioli se divulgan en la patente de Estados Unidos Número 4.913.972 en la columna 17, renglón 62 y en la columna 18 renglón 7.

El polímero con funcionalidad de hidroxilo puede estar presente en la composición en una cantidad que varía de un 20 a un 85 por ciento en peso, de un 30 a un 80 por ciento en peso o de un 40 a un 60 por ciento en peso, basado en el peso total de sólidos de la composición. El peso molecular medio expresado en número del polímero con funcionalidad de hidroxilo es normalmente de 500 a 100.000 o de 600 a 10.000 o de 1.000 a 5.000, medido mediante cromatografía de permeabilidad de gel usando un patrón de poliestireno. El peso molecular medio expresado en peso del polímero con funcionalidad de hidroxilo es normalmente de 1.250 a 250.000 o de 1.300 a 25.000 o de 2.500 a 12.500. El polímero con funcionalidad de hidroxilo tiene normalmente un valor de hidroxilo de 500 a 250 o de 75 a 200 o de 100 a 150. La temperatura de transición vítrea del polímero con funcionalidad de hidroxilo puede ser de 1 °C a 100 °C o de 20 °C a 80 °C o de 20 °C a 60 °C.

La composición de revestimiento de la presente invención también comprende un reticulante capaz de reticulación con el polímero con funcionalidad de hidroxilo para formar una película. Los ejemplos de reticulantes apropiados incluyen aminoplastos y poliisocianatos.

Los aminoplastos apropiados son condensados de aminas y o amidas con aldehído. Por ejemplo, el condensado de melamina con formaldehído es un aminoplasto apropiado. Los aminoplastos apropiados se conocen bien en la técnica. Un aminoplasto apropiado se divulga en la patente de Estados Unidos Número 6.316.119, en la columna 5, renglones 45-55.

Los poliisocianatos apropiados incluyen isocianatos multifuncionales. Los ejemplos de poliisocianatos multifuncionales incluyen diisocianatos alifáticos como diisocianato de hexametileno y diisocianato de isoforona y diisocianatos aromáticos tales como diisocianato de tolueno y diisocianato de 4,4'-difenilmetano. Los poliisocianatos pueden ser con o sin forma de bloques.

Los ejemplos de otros poliisocianatos apropiados incluyen trimeros de isocianurato, alofanatos y uretdionas de diisocianatos.

Los poliisocianatos apropiados se conocen bien en la técnica y se encuentran ampliamente disponibles a nivel comercial. Por ejemplo, los poliisocianatos apropiados se divulgan en la patente de Estados Unidos Número 6.316.119, en la columna 6, renglones 19-36. Los ejemplos de poliisocianatos comercialmente disponibles incluyen Desmodur N3390 que se comercializa por Bayer Corporation y Tolonate HDT90 que se comercializa por Rhone Poulenc.

Los reticulantes están presentes en la presente invención en una cantidad que varía de un 10 a un 60 por ciento en peso o de un 20 a un 50 por ciento en peso o de un 20 a un 40 por ciento en peso, basado en el peso total de sólidos de la composición.

La presente invención además comprende un diluyente reactivo. El diluyente reactivo comprende 1,3-ciclohexano dimetanol y 1,4-ciclohexano dimetanol. En una realización, el diluyente activo es un 50 por ciento en peso de 1,3-ciclohexano dimetanol y un 50 por ciento en peso de 1,4-ciclohexano dimetanol, basado en el peso total de dicho diluyente reactivo. En otra realización, el diluyente reactivo es un 5 por ciento en peso de 1,3-ciclohexano dimetanol y un 95 por ciento en peso de 1,4-ciclohexano dimetanol, basado en el peso total de dicho diluyente reactivo. En otra realización, el diluyente reactivo es un 25 por ciento en peso de 1,3-ciclohexano dimetanol y un 75 por ciento en peso de 1,4-ciclohexano dimetanol, basado en el peso total de dicho diluyente reactivo.

La cantidad de diluyente reactivo en la presente invención varía de un 2 a un 40 por ciento en peso o de un 5 a un 30 por ciento en peso o de un 10 a un 25 por ciento en peso, basado en el peso total de sólidos de la composición.

La presente invención comprende opcionalmente un disolvente orgánico. El disolvente orgánico puede ser cualquier disolvente, que disuelva o disperse el polímero con funcionalidad de hidroxilo, el reticulante y el diluyente reactivo. Puede ser un hidrocarburo alifático o aromático tal como Solvesso 100 que se encuentra comercialmente disponible a partir de ExxonMobil, tolueno o xileno, un alcohol tal como butanol o isopropanol, un éster tal como acetato de butilo o acetato de etilo, una cetona tal como acetona, metil isobutil cetona, metil isoamil cetona o metil etil cetona, un éter, un éter-alcohol o un éter-éster o una mezcla de cualquiera de estos.

La cantidad de disolvente orgánico en la composición de revestimiento da lugar a una composición de revestimiento que tiene un contenido orgánico volátil (VOC) menor de 540 g/l o menor de 420 g/l o menor de 250 g/l.

La composición de revestimiento de la presente invención también puede comprender un poliéster derivado de 1,3-ciclohexano dimetanol y/o 1,4-ciclohexano dimetanol. Este poliéster es separado y distinto del componente polimérico con funcionalidad de hidroxilo de la presente invención.

Se puede usar una mezcla preformada de 1,3-ciclohexano dimetanol, 1,4-ciclohexano dimetanol y un poliéster en la presente invención. Dicha mezcla se puede preparar mediante síntesis de un poliéster con un exceso de 1,3-ciclohexano dimetanol y/o 1,4-ciclohexano dimetanol, de manera que una parte quede sin reaccionar tras la finalización de la reacción. La relación en peso de 1,3-ciclohexano dimetanol libre más 1,4-ciclohexano dimetanol con respecto al poliéster en la composición puede variar de 10:1 a 1:30 o de 1:1 a 1:10.

En realizaciones diferentes de la invención, el poliéster puede comprender al menos un 40 por ciento en peso de unidades procedentes de 1,3-ciclohexano dimetanol y/o 1,4-ciclohexano dimetanol o al menos un 30 por ciento en peso de unidades procedentes de 1,3-ciclohexano dimetanol y/o 1,4-ciclohexano dimetanol o al menos un 20 por ciento de unidades procedentes de 1,3-ciclohexano dimetanol y/o 1,4-ciclohexano dimetanol.

El poliéster también puede proceder de 1,3-ciclohexano dimetanol y/o 1,4-ciclohexano dimetanol, uno o más poli(ácidos básicos) y, opcionalmente, uno o más compuestos polihidroxil adicionales.

Los poli(ácidos básicos) apropiados pueden tener dos o más grupos de ácido carboxílico o un número equivalente de grupos anhídrido sobre la base de que un grupo anhídrido es equivalente a dos grupos ácidos. Dichos poli(ácidos básicos) se conocen bien en la técnica. Los ejemplos de poli(ácidos básicos) apropiados incluyen ácidos alcano C₁₋₆ dioicos tales como ácido adípico o ácido hexanoico; ácidos cicloalifáticos tales como ácidos hexahidroftálico; ácidos alcano dioicos insaturados tales como ácidos fumárico o maleico; ácidos dímeros; y ácidos aromáticos tales como ácido ftálico. También se pueden usar los anhídridos de los poli(ácidos básicos) anteriormente mencionados tales como anhídrido maleico o anhídrido ftálico. Los poli(ácidos básicos) pueden ser saturados.

Los compuestos de polihidroxil apropiados pueden tener dos o más grupos hidroxilo. Dichos compuestos se conocen bien en la técnica. Los ejemplos de compuestos de polihidroxil incluyen trimetilol propano, glicerol, neopentil glicol y pentaeritritol.

La cantidad de poliéster en la presente invención puede variar de un 1 a un 70 por ciento en peso o de un 5 a un 40 por ciento en peso o de un 10 a un 30 por ciento en peso, basado en el peso total de sólidos de la composición. El poliéster normalmente tiene un valor de hidroxilo de 50 a 300 mg de KOH/g de resina no volátil o de 110 a 170 mg de KOH/g de resina no volátil. Normalmente, el poliéster tiene un peso molecular medio expresado en número de 600 a 4.000 o de 600 a 2.000.

La composición de revestimiento de la presente invención puede contener aditivos convencionales para formulaciones de revestimiento tales como pigmentos, cargas, absorbentes de UV, coadyuvantes de flujo, y catalizadores para la reacción de curado. Se puede incluir un ácido como ácido para-toluen sulfónico como catalizador para el curado de aminoplastos, y se puede incluir un compuesto de estaño tal como dilaurato de dibutil estaño o un catalizador de amina tal como trietilamina para el curado de isocianato.

Las composiciones de revestimiento de acuerdo con la presente invención se pueden preparar como se muestra a continuación; se mezclan al menos un polímero con funcionalidad de hidroxilo, el reticulante, y el diluyente reactivo juntos con agitación en el disolvente orgánico hasta que se disuelvan los componentes. Se pueden añadir los componentes en cualquier orden. Después, se pueden añadir aditivos opcionales, y se continúa la agitación hasta que se disuelvan los aditivos o se dispersen de forma estable en la composición.

La composición de revestimiento de la invención se puede aplicar a la superficie de un sustrato gracias a medios convencionales tales como cepillado, rodillo o pulverización. Los sustratos normales incluyen metal, plástico, madera y vidrio. Una vez que se aplica la composición de revestimiento, se puede curar o secar como se conoce bien en la técnica.

Ejemplos

- Ahora se ilustra la invención mediante los siguientes ejemplos no limitantes. La Tabla 1 muestra los datos de formulación para diversas composiciones a modo de ejemplo. Se prepararon las composiciones como se muestra a continuación: el polímero con funcionalidad de hidroxilo, los aditivos, y el diluyente reactivo se mezclaron juntos con agitación en el disolvente orgánico hasta que se disolvieron todos los componentes. Después se permitió el equilibrio de los componentes a 25 ± 1 °C. Inmediatamente antes de usar, se añadió el reticulante que también se equilibró a 25 ± 1 °C y se mezcló de manera minuciosa.
- 5
- 10 Con fines de evaluación, se extrajeron las composiciones sobre un panel de vidrio de 12"x4" usando un dispositivo de dispersión de bloques de 8 micras y se sometió a diversos ensayos. La Tabla 2 muestra los resultados de diversos parámetros de rendimiento - Viscosidad DIN 4, Tiempo Libre de Polvo, Tiempo Libre de Impresión y Dureza de Péndulo de König.
- 15 Se determinó la viscosidad DIN 4 de las composiciones de revestimiento a modo de ejemplo de la siguiente manera. En primer lugar, se permitió el equilibrio de la composición de revestimiento a modo de ejemplo a 25 ± 1 °C. En segundo lugar, se colocó el recipiente DIN 4 en un receptáculo que se fijó a un soporte de retorta. En tercer lugar, se llenó el recipiente DIN 4 con la composición de revestimiento a modo de ejemplo hasta que comenzó a rebosar; se bloqueó el orificio de la parte inferior del recipiente con el dedo. En cuarto lugar, se permitió que las burbujas de aire ascendieran hasta la superficie al tiempo que se mantuvo el recipiente a nivel. En quinto lugar, se desbloqueó el orificio de la parte inferior del recipiente y se puso en marcha el cronometro. Se permitió el drenaje de la muestra a partir del recipiente. Se registró la primera interrupción del flujo continuo a partir del orificio como la viscosidad DIN 4.
- 20
- 25 Se determinó el Tiempo Libre de Polvo como se muestra a continuación. En primer lugar, se aplicó la composición de revestimiento a modo de ejemplo al panel. En segundo lugar, se mantuvo el panel en posición horizontal y se dejó caer una bola de algodón sobre el panel desde una altura de tres pulgadas (7,62 cm) por encima del panel. En tercer lugar, se mantuvo el panel con el lado revestido hacia arriba durante cinco segundos mientras la bola de algodón estaba sobre el revestimiento. En cuarto lugar, se giró el panel.
- 30 Si la bola de algodón cayó del panel y no quedaron fibras en el revestimiento, se dice que el revestimiento fue "libre de polvo". Si la bola de algodón quedó sobre el panel o quedaron fibras en el revestimiento, se repitieron las etapas segunda y tercera hasta que se dice que el revestimiento quedó "libre de polvo". Se registró el tiempo que tardó el panel en convertirse en "libre de polvo".
- 35 Se determinó el Tiempo Libre de Impresión como se muestra a continuación. En primer lugar, se dispersó la composición de revestimiento a modo de ejemplo sobre un panel con un espesor de película uniforme. En segundo lugar, se curó la composición de revestimiento aplicada a temperatura ambiente. En tercer lugar, se colocó el panel revestido sobre una superficie horizontal firme a nivel. En cuarto lugar, se colocó un papel de filtro de Whatmann sobre el panel, se colocó un tapón de goma sobre el papel de filtro con el diámetro más pequeño hacia abajo, y se colocó un peso sobre la parte superior del tapón de goma. En quinto lugar, se puso en marcha el cronómetro.
- 40
- 45 Tras un minuto, se retiraron el peso, el tapón de goma y el papel de filtro, y se examinó la impresión del panel. Si no hubo marca alguna sobre el panel, se dice que el panel estuvo "libre de impresión". Si se apreció impresión alguna, se llevó a cabo la etapa 4 a intervalos regulares hasta que el panel se consideró "libre de impresión". Se registró el tiempo que tardó el panel en volverse "libre de impresión".
- 50 Se determinó la Dureza de Péndulo de König de la siguiente forma. En primer lugar, se revistió el panel con una composición de revestimiento a modo de ejemplo y se curó. En segundo lugar, se colocó el panel revestido sobre la tabla del soporte de péndulo de König hacia la parte superior del péndulo con el revestimiento mirando hacia arriba. En tercer lugar, se sometió el péndulo a deflexión sin desplazamiento lateral del eje fijo hasta 6 grados y se permitió el reposo contra la parte superior del soporte del péndulo. En cuarto lugar, se liberó el péndulo y se puso en marcha el cronómetro. Se registró el tiempo que tardó el muelle en caer hasta 3 grados. Se midió la Dureza de Péndulo de König tras 1 día, 3 días y 7 días.
- 55 La Tabla 3 muestra los resultados del ensayo de Estabilidad de Almacenamiento para las composiciones a modo de ejemplo. Para este ensayo, se prepararon las composiciones a modo de ejemplo sin HDT. Se colocaron las composiciones en un recipiente de vidrio y se almacenaron a 2 °C. Tras determinados períodos de tiempo, se registraron las observaciones visuales.

60

Tabla 1. Datos de Formulación

Componente	Sólidos	Mol OH/kg NV	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 9	Ej. 10
Polímero ¹ (g)	70	2	93,01	70,33	66,20	73,57	56,01	56,01	52,66	56,01	56,01	56,01
Kflex 188 ² (g)	100	4,1		12,31								
Kflex UD320 ³ (g)	82	6,49			14,13							
Tone 201 ⁴ (g)	100	3,77										
Tone 210 ⁵ (g)	100	2,41				12,88						
CHDM ⁶ (g)	100	13,89					9,80			4,90	8,82	7,84
Diol ⁷ (g)	100	13,89						9,80		4,90	0,98	1,96
Hexanodiol (g)	100	16,95							9,22			
DBTDL ⁸ 2 % (g)	2		2,25	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25
HDT ⁹ (g)	100	5,24	24,85	28,42	32,03	25,58	40,95	40,95	43,88	40,95	40,95	40,95
Acetato de butilo (g)			29,89	36,70	35,39	35,72	40,99	40,99	42,00	40,99	40,99	40,99

¹ Una solución de polímero acrílico que tiene un contenido de sólidos de un 70 %, un peso molecular medio expresado en número de 1300 y un peso molecular medio expresado en peso de 4400 (se midieron los pesos moleculares mediante cromatografía de permeabilidad de gel). Se formó la solución de polímero acrílico como se muestra a continuación: se calentó una carga que comprendía 202,56 g de alfa-metilestireno y 479,97 de metil isoamil cetona hasta refujo en un recipiente de reacción equipado con un agitador magnético, manta de calentamiento, condensador y atmósfera de nitrógeno. Se mantuvieron el refujo y la agitación durante todo el resto del proceso. Se introdujeron 83 % de la alimentación A que comprendía 566,19 g de metacrilato de isobornilo, 512,58 g de acrilato de 4-hidroxibutilo, 202,56 g de alfa-metilestireno, 285,24 g de acrilato de t-butilo, 6,54 g de ácido acrílico, 15,55 g de Cardura E10, 44,07 g de ácido 3-mercaptopropiónico, 251,88 de metil isoamil cetona y 89,40 g de Vazo 67 que se encuentra disponible comercialmente en DuPont, en el recipiente de reacción a una tasa uniforme durante 150 minutos. Tras 30 minutos adicionales, se mezcló la Adición de Alimentación que comprendía 95,07 g de acrilato de t-butilo y 12,99 g de metil isoamil cetona con el resto de la alimentación A y se añadió la mezcla a una tasa uniforme durante 30 minutos. Tras 30 minutos adicionales, se añadió la Alimentación B que comprendía 71,31 g de metil isoamil cetona y 10,62 g peróxido de di-t-amilo a una tasa uniforme durante 2 horas. Después se añadió la Alimentación C que comprendía 43,7 g de metil isoamil cetona durante 2 minutos y se mantuvo el refujo durante una hora.

² Poliol de poliéster que se encuentra disponible comercialmente en King Industries.

³ Diol de poliuretano que se encuentra disponible comercialmente en King Industries.

⁴ Diol de policaprolactona que se encuentra disponible comercialmente en Dow Chemical.

⁵ Diol de policaprolactona que se encuentra disponible comercialmente en Dow Chemical.

⁶ 1,4-ciclohexanodimetanol que se encuentra disponible comercialmente en Eastman Chemical Company.

⁷ Una mezcla que comprende un 50 por ciento en peso de 1,3-ciclohexano dimetanol y un 50 por ciento en peso de 1,4-ciclohexano dimetanol.

⁸ 2 % en peso de dilaurato de dibutil estaño en acetato de butilo.

⁹ Trímero de isocianurato de diisocianato de hexanofilano de Rhodia.

Tabla 2. Datos de Rendimiento

Componente	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 9	Ej. 10
Viscosidad DIN 4 (s)	23,9	21,1	24,2	24,6	18,3	19,1	17,4	18,4	18,0	18,7
Tiempo Libre de Polvo (min)	40-45	50-55	55-60	60-65	45-50	45-50	50-55	40-45	35-40	40-45
Tiempo Libre de Impresión (min)	180-210	210-240	240-270	210-240	150-180	150-180	210-240	150-180	150-180	150-180
Dureza de Konig a 1 día (s)	35	24	28	21	42	40	27	46	39	42
Dureza de Konig a 3 días (s)	58	36	45	38	50	55	35	66	49	54
Dureza de Konig a 7 días (s)	65	39	46	47	56	57	35	69	59	58

Tabla 3. Datos de Rendimiento

Tiempo de Almacenamiento (días)	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 8	Ej. 9	Ej. 10
0	Solución transparente				
2	Solución transparente				
6	Precipitado blanco	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente	Solución transparente

Conclusiones

- 5 Se pueden extraer varias conclusiones a partir de los datos experimentales. En primer lugar, el hexano diol reduce eficazmente la viscosidad de las composiciones de revestimiento, pero tiene un efecto negativo grande sobre el tiempo de secado y la dureza. En segundo lugar, Unoxol-3,4- diol y CHDM proporcionan una buena combinación de reducción de viscosidad y tiempo de secado. No obstante, con el tiempo CHDM sale de la solución cuando se almacena a bajas temperaturas. En tercer lugar, el diluyente reactivo de la presente invención no cristaliza en la solución.
- 10

REIVINDICACIONES

1. Una composición de revestimiento que comprende:
 - 5 a. al menos un polímero con funcionalidad de hidroxilo
 - b. un reticulante capaz de reticulación con dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo
 - (a) para formar una película;
 - 10 c. un diluyente reactivo que comprende:
 - i. 1,3-ciclohexano dimetanol, y
 - ii. 1,4-ciclohexano dimetanol.
- 15 2. Una composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en la que dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo se selecciona del grupo que consiste en polímeros que contienen hidroxilo procedentes de monómeros etilénicamente insaturados tales como monómeros vinílicos y acrílicos, polímeros con funcionalidad de hidroxilo procedentes de polímeros epoxi, polímeros alquídicos que contienen hidroxilo, polímeros de polioli de poliuretano, polímeros de polioli de poliéter o polímeros de polioli de poliéster.
- 20 3. Una composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en la que dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo procede de monómeros etilénicamente insaturados tales como monómeros vinílicos y acrílicos.
- 25 4. Una composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo comprende de un 20 a un 85 por ciento en peso de la composición, basado en el peso total de sólidos de la composición.
5. Una composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicho reticulante es un poliisocianato.
- 30 6. Una composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicho reticulante comprende de un 10 a un 60 por ciento en peso de la composición basado en el peso total de sólidos de la composición.
7. Una composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicho diluyente reactivo comprende un 50 por ciento en peso de 1,3-ciclohexano dimetanol y un 50 por ciento en peso de 1,4-ciclohexano dimetanol, basado en el peso total de dicho diluyente reactivo.
- 35 8. Una composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicho diluyente reactivo comprende un 25 por ciento en peso de 1,3-ciclohexano dimetanol y un 75 por ciento en peso de 1,4-ciclohexano dimetanol, basado en el peso total de dicho diluyente reactivo.
- 40 9. Una composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 1 que además comprende un poliéster procedente de 1,3-ciclohexano dimetanol y/o 1,4-ciclohexano.
- 45 10. Una composición de revestimiento que comprende:
 - a. entre un 20 y un 85 por ciento en peso de al menos un polímero con funcionalidad de hidroxilo basado en el peso total de sólidos de la composición;
 - b. entre un 10 y un 60 por ciento en peso de un reticulante capaz de reticulación con dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo (a) para formar una película basado en el peso total de sólidos de la composición; y
 - 50 c. entre un 2 y un 40 por ciento en peso del diluyente reactivo que comprende:
 - i. 1,3-ciclohexano dimetanol, y
 - ii. 1,4-ciclohexano dimetanol, basado en el peso total de sólidos de la composición.
- 55 11. Un método de revestimiento de un artículo que comprende las etapas de:
 - a. aplicar sobre el artículo una composición de revestimiento que comprende:
 - i. al menos un polímero con funcionalidad de hidroxilo,
 - 60 ii. un reticulante capaz de reticulación con dicho polímero con funcionalidad de hidroxilo para formar una película,
 - iii. un diluyente reactivo que comprende:
 - (A) 1,3-ciclohexano dimetanol, y
 - 65 (B) 1,4-ciclohexano dimetanol, y

b. curar la composición.

12. Un método de acuerdo con la reivindicación 11, en el que el polímero con funcionalidad de hidroxilo procede de monómeros etilénicamente insaturados tales como monómeros vinílicos y acrílicos.

5

13. Un método de acuerdo con la reivindicación 11, en el que el reticulante es un poliisocianato.

14. Un método de acuerdo con la reivindicación 11, en el que el diluyente reactivo comprende un 25 por ciento en peso de 1,3-ciclohexano dimetanol y un 75 por ciento en peso de 1,4-ciclohexano dimetanol, basado en el peso total de dicho diluyente reactivo.

10