

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 579 483**

21 Número de solicitud: 201530159

51 Int. Cl.:

**C08L 69/00** (2006.01)

**C08K 5/04** (2006.01)

**C08K 5/06** (2006.01)

**C09D 169/00** (2006.01)

**C09D 175/04** (2006.01)

**C08L 75/04** (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

**10.02.2015**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**11.08.2016**

Fecha de la concesión:

**01.02.2017**

45 Fecha de publicación de la concesión:

**08.02.2017**

73 Titular/es:

**ASAHI KASEI CHEMICALS CORPORATION  
(100.0%)  
1-105 Kanda Jinbocho, Chiyoda-ku  
Tokyo 101-8101 JP**

72 Inventor/es:

**UENO, Eizaburo**

74 Agente/Representante:

**DURÁN MOYA, Carlos**

54 Título: **Compuestos de carbonato que contienen policarbonato dioles**

57 Resumen:

Compuestos de carbonato que contienen policarbonato dioles.

La presente invención tiene como objetivo proporcionar una composición de policarbonato diol adecuada como material para materiales de recubrimiento y adhesivos, y como material de partida de elastómeros termoplásticos. La presente invención tiene como objetivo dar a conocer una composición de policarbonato diol que, como material constituyente de una película de recubrimiento, sea capaz de proporcionar una película de recubrimiento lisa sin perjudicar su resistencia química. La presente invención tiene, además, como objetivo dar a conocer una composición de policarbonato diol que, como material de partida de un poliuretano, sea capaz de proporcionar un poliuretano excelente en su resistencia a aceites sin perjudicar su resistencia mecánica. La composición de policarbonato diol, según la presente invención, comprende un policarbonato diol que contiene unidades de repetición representadas por una fórmula específica y grupos hidroxilo terminales, y de 0,05 a 5% en peso de un compuesto de carbonato representado por una fórmula específica.

ES 2 579 483 B1

## DESCRIPCIÓN

Compuestos de carbonato que contienen policarbonato dioles

5 Sector técnico

La presente invención se refiere a un policarbonato diol.

Técnica anterior

10

Se conocen los policarbonato dioles, por ejemplo, como un material excelente en resistencia a la hidrólisis, resistencia a la luz, resistencia al deterioro oxidativo, resistencia al calor y similares, como un segmento blando para elastómeros de poliuretano y termoplásticos. Sin embargo, en algunos casos en los que se utilizan los policarbonato dioles como material  
15 constituyente de materiales de recubrimiento, la lisura de la superficie de la película de recubrimiento se deteriora debido a que la interacción entre los enlaces del policarbonato diol es fuerte.

20

Por otro lado, se dan a conocer diversos tipos de aditivos que tienen una estructura de carbonato cíclico. Por ejemplo, se da a conocer un aditivo que tiene una estructura de carbonato cíclico para reducir la viscosidad de una resina epoxi sin que se deterioren notablemente las propiedades mecánicas y/o la resistencia a los disolventes (véase, por ejemplo, el documento de patente 1). Además, se da a conocer un nuevo carbonato cíclico útil como disolvente para una solución electrolítica o similar, un precursor de material  
25 polímero y un aditivo (véase, por ejemplo, el documento de patente 2). Además, se describe un policarbonato diol que contiene 5-metil-1,3-dioxan-2-ona (véase, por ejemplo, el documento de patente 3).

30

Listado de los documentos de la técnica anterior

30

Documento de patente

Documento de patente 1: Publicación Nacional de Solicitud de Patente Internacional No. 2013-528.685

35

Documento de patente 2: Patente Japonesa abierta a inspección pública No. 2.011 a 84.512  
Documento de patente 3: Publicación Internacional N° WO2006-088152

Características de la invención

Problemas a resolver por la invención

5

Los carbonatos cíclicos descritos en los documentos de patente 1 y 2, sin embargo, en el caso de que se utilicen como un material que constituye un material de recubrimiento, no pueden mejorar la lisura de la película de recubrimiento cuando se añaden en una pequeña cantidad, y en algunos casos exudan cuando se añaden en una gran cantidad, existiendo espacio para la mejora. Además, el policarbonato diol que se describe en el documento de

10

patente 3, en el caso de que se utilice como un material que constituye un material de recubrimiento, aunque no presenta una disminución de su resistencia mecánica y resistencia al aceite, existe espacio para la mejora en la lisura de la película de recubrimiento.

15

Tal como se ha descrito anteriormente, no hay tecnología convencional que desarrolle un policarbonato diol capaz de proporcionar una película de recubrimiento lisa sin disminuir su resistencia mecánica y resistencia química.

20

Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención, por ejemplo, en el caso en el que se utiliza una composición de policarbonato diol como un material que constituye un material de recubrimiento, dar a conocer la composición de policarbonato diol capaz de proporcionar una película de recubrimiento lisa sin perjudicar su resistencia mecánica y resistencia química. Es además un objetivo de la presente invención, por ejemplo, en el caso en que se utilice una composición de policarbonato diol como material de partida de un poliuretano, dar a conocer la composición de policarbonato diol capaz de proporcionar el poliuretano excelente en su resistencia a los aceites sin perjudicar su resistencia mecánica.

25

Medios para resolver los problemas

30

Como resultado de estudios exhaustivos para resolver el problema mencionado anteriormente, el presente inventor ha encontrado que la utilización de una composición de policarbonato diol que comprende un compuesto de carbonato que tiene una estructura específica puede lograr el objetivo, y este descubrimiento ha conducido a la consecución de la presente invención.

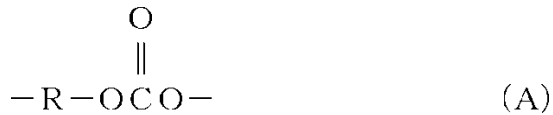
35

Es decir, la constitución de la presente invención es como tal como sigue.

[1]

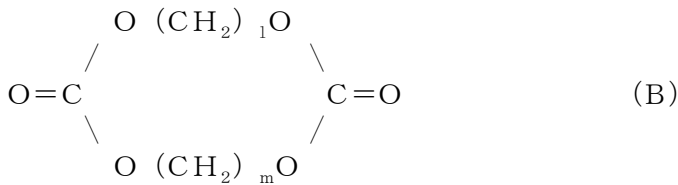
Una composición de policarbonato diol, que comprende:

5 un policarbonato diol que comprende una unidad de repetición representada por la fórmula siguiente (A) y un grupo hidroxilo terminal:



10 en la que R representa un grupo hidrocarbonado alifático divalente o alicíclico que tiene de 2 a 15 átomos de carbono; y

del 0,05 al 5% en peso de un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (B):

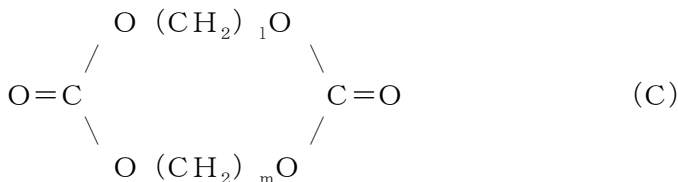


15

en la que l y m representan un número entero de 2 a 15, y  $l \neq m$ .

[2]

20 La composición de policarbonato diol según el punto [1], en la que el compuesto de carbonato representado por la fórmula (B) es un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (C):



25

en el que l y m representan un número entero de 4 a 6, y  $l \neq m$ .

[3]

La composición de policarbonato diol según los puntos [1] o [2], en la que el policarbonato diol tiene una proporción de grupos OH terminales del 95,0 al 99,9%.

5 [4]

La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [3], en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido, como mínimo, de un elemento metálico, seleccionado del grupo que comprende titanio, iterbio, estaño y circonio, desde el 0,0001 hasta el 0,02% en peso medido por ICP.

10

[5]

La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [4], en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido total de titanio, iterbio, estaño y circonio del 0,0001 hasta el 0,02% en peso medido por ICP.

15

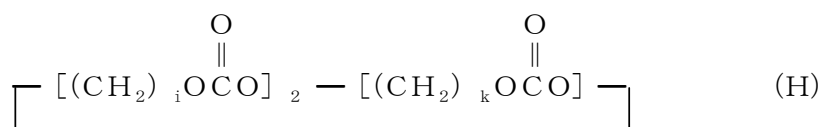
[6]

La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [5], en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido de elemento de fósforo del 0,0001 hasta el 0,02% en peso medido por ICP.

20

[7]

La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [6], que comprende además del 0,03 al 5% en peso de un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (H):



25

en la que i y k representa un número entero de 2 a 15, y  $i \neq k$ .

[8]

La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [7], que comprende además un contenido, como mínimo, de un compuesto de éter cíclico, seleccionado de entre el grupo que comprende tetrahidrofurano, tetrahidropirano y oxepano, de 0,01 a 50 ppm.

30

[9]

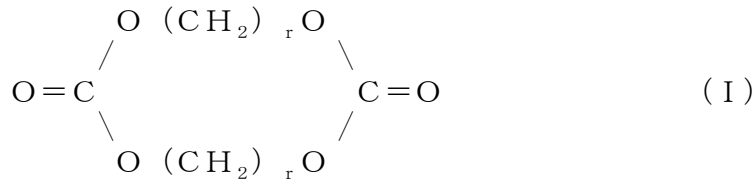
La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [8], en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido total de tetrahidrofurano, tetrahidropirano y oxepano, de 0,01 a 50 ppm.

5

[10]

La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [9], que comprende además del 0,01 al 3% en peso de un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (I):

10



en la que r representa un número entero de 2 a 15.

15 [11]

La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [10], en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido de humedad de 1 a 500 ppm.

[12]

20 La composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [11], en la que la composición de policarbonato diol tiene un número de color de 5 a 100.

[13]

25 Una composición de recubrimiento, que comprende la composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [12], y un poliisocianato orgánico.

[14]

30 Una composición de recubrimiento, que comprende un prepolímero de uretano obtenido por reacción de la composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [12] con un poliisocianato orgánico, en la que el prepolímero de uretano comprende un grupo isocianato terminal.

[15]

Una composición de recubrimiento, que comprende una resina de poliuretano obtenido por reacción de la composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [12], un poliisocianato orgánico y un extendedor de cadena.

5

[16]

Una composición de recubrimiento acuosa, que comprende agua y; un poliuretano obtenido por reacción de la composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [12], un poliisocianato orgánico y un prolongador de cadena.

10

[17]

Un poliuretano termoplástico, que se obtiene utilizando la composición de policarbonato diol según cualquiera de los puntos [1] a [12], y un poliisocianato orgánico.

15 Ventajas de la invención

La composición de policarbonato diol según la presente invención, en el caso de que se utilice como un material que constituye de un material de recubrimiento, puede proporcionar una película de recubrimiento lisa sin perjudicar su resistencia química. La composición de policarbonato diol según la presente invención, en el caso de que se utilice como un material de partida de un poliuretano, permite además proporcionar un poliuretano excelente en su resistencia a los aceites sin perjudicar su resistencia mecánica. La composición de policarbonato diol según la presente invención, dado que tiene estas propiedades, puede convenientemente ser utilizada como un material que constituye un material de recubrimiento, y además como un material de partida de un poliuretano.

20

25

Modo de realización de la invención

A continuación, se describirá en detalle una realización para llevar a cabo la presente invención (en lo sucesivo, abreviada como "la presente realización"). En la presente memoria descriptiva, la presente invención no se limita a la siguiente realización, y se pueden realizar varios cambios y modificaciones dentro de su esencia.

30

< Composición de policarbonato diol >

35

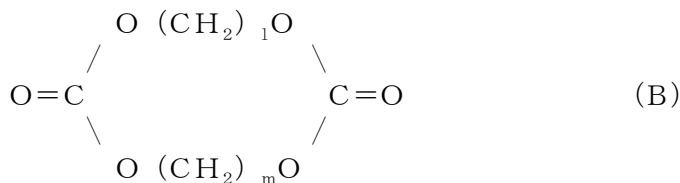
Una composición de policarbonato diol según la presente realización contiene:

un policarbonato diol que contiene una unidad de repetición representada por la fórmula (A) siguiente y un grupo hidroxilo terminal:



en la que R representa un grupo hidrocarbonado alifático divalente o alicíclico que tiene de 2 a 15 átomos de carbono; y

10 del 0,05 al 5% en peso de un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (B):



en la que l y m representan un número entero de 2 a 15, y  $l \neq m$ .

15

El policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización contiene la unidad de repetición representada por la fórmula anterior (A) y el grupo hidroxilo terminal.

En la fórmula (A), R representa un grupo hidrocarburo alifático divalente o un alicíclico que  
 20 tiene de 2 a 15 átomos de carbono, y uno o dos o más clases de los mismos se pueden seleccionar en todas las unidades de repetición. El caso en el que R en la fórmula (A) es un hidrocarburo alifático divalente que no tiene cadena lateral es preferente debido a que la resistencia química y resistencia mecánica de un poliuretano aumentan. Además el caso en  
 que R en la fórmula (A) es uno o dos o más tipos de hidrocarburos alifáticos divalentes  
 25 seleccionados de la siguiente fórmula (D) es preferente debido a que se puede proporcionar un poliuretano que presenta un buen equilibrio en la resistencia química y la resistencia mecánica y que tiene buena capacidad de moldeado.



30 en la que n representa un número entero de 4 a 6.



Es más preferente el caso en el que R es dos tipos de un hidrocarburo alifático divalente en el caso de  $n = 5$  y un hidrocarburo alifático divalente que en el caso de  $n = 6$  en la fórmula (D), debido a que una composición de policarbonato diol se vuelve líquida incluso a una baja temperatura de  $-5^{\circ}\text{C}$ .

5

En el policarbonato diol, la proporción de la unidad de repetición representada por la fórmula (A) es, desde el punto de vista de la resistencia al calor y la resistencia a la hidrólisis, preferentemente del 95% molar o superior y del 100% molar o menor, más preferentemente, del 97% molar o superior y del 100% molar o inferior y, aún más preferentemente, del 99% molar o superior y del 100% molar o inferior.

10

La composición de policarbonato diol según la presente realización es preferentemente líquida a temperatura normal. La composición de policarbonato diol según la presente realización, en el caso de que se utilice como componente constituyente de un material de recubrimiento, rara vez se restringe en aplicaciones porque rara vez causa turbidez incluso si se utiliza para un material de recubrimiento transparente. En la presente memoria descriptiva, en la presente realización, "ser líquido" se refiere a un estado tal que una composición de policarbonato diol calentada a  $80^{\circ}\text{C}$  se carga en una botella de muestra transparente, y su condición se enfría hasta temperatura ambiente y se observa visualmente y la composición está en un estado transparente y que presenta una mínima fluidez cuando se inclina la botella de muestra.

15

20

Una composición de policarbonato diol según la presente realización contiene el compuesto de carbonato representado por la fórmula anterior (B), es decir, un compuesto cíclico que tiene dos enlaces de carbonato. La composición de policarbonato diol según la presente realización, cuando contiene el compuesto de carbonato de dicha estructura en una cantidad predeterminada, puede proporcionar una película de recubrimiento objetivo. En la composición según la presente realización, cuando el compuesto de carbonato representado por la fórmula anterior (B) está presente en una cantidad predeterminada con el policarbonato diol anterior, cada enlace de carbonato del compuesto de carbonato tiene una interacción con dos enlaces de carbonato en la molécula de policarbonato diol o enlaces de carbonato en las diferentes moléculas de policarbonato diol. Como resultado, la distancia del enlace de carbonato intramolecular o intermolecular se expande y la interacción intramolecular o intermolecular del policarbonato diol disminuye. Como resultado, en el caso en el que una película de recubrimiento se obtiene mediante la utilización de la composición de policarbonato diol según la presente realización, por ejemplo, mediante recubrimiento por

30

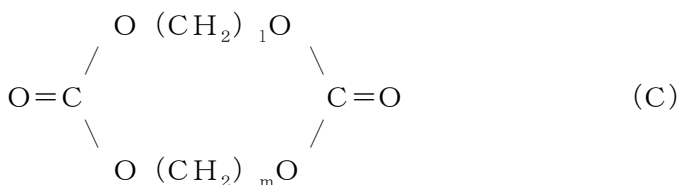
35

pulverización, las gotitas de un líquido de recubrimiento pulverizado tienden a casi no agregarse y a adherirse fácilmente en un material de base, mejorando de este modo la lisura de la película de recubrimiento. Además, el compuesto de carbonato, dado que actúa directamente con enlaces de carbonato del policarbonato diol, muestra el efecto en una pequeña cantidad del mismo, y provoca poco exudado. Además, el compuesto de carbonato que se utilizará en la presente realización, puesto que tiene cadenas de metileno que tienen diferentes longitudes, tiene una baja cristalinidad y es líquido a temperatura normal. Por lo tanto, el compuesto de carbonato, en el caso de que se utilice como un material que constituye un material de recubrimiento, nunca perjudica la transparencia de una película de recubrimiento. Además, el compuesto de carbonato, ya que tiene dos enlaces de carbonato en su molécula, produce dos moléculas de dióxido de carbono por molécula si se descompone. Este compuesto de carbonato tiene una posibilidad de ser capaz de proporcionar resistencia a la llama a una película de recubrimiento o a un poliuretano. Además, el compuesto de carbonato que se va a utilizar en la presente realización, puesto que tiene cadenas de metileno que tienen diferentes longitudes de cadena, tiene una deformación en su estructura cíclica y se puede anticipar generando dióxido de carbono antes de que la película de recubrimiento o el poliuretano se descompongan.

El compuesto de carbonato que se va a utilizar en la presente realización es estable si tiene 2 o más cadenas de metileno entre enlaces de carbonato, y puede proporcionar el efecto anterior si tiene 15 o menos cadenas de metileno entre los mismos. El compuesto de carbonato no está especialmente limitado, pero entre los ejemplos de los mismos se incluyen compuestos de carbonato en los que la diferencia entre l y m en la fórmula anterior (B) es 1, tales como 1,3,6,8-tetraoxacicoundecano-2,7-diona, 1,3,7,9-tetraoxaciclotridecano-2,8-diona, 1,3,8,10-tetraoxaciclopentadecano-2,9-diona, 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona, 1,3,10,12-tetraoxaciclononadecano-2,11-diona, 1,3,11,13-tetraoxaciclohenicosano-2,12-diona, 1,3,12,14-tetraoxaciclotricosano-2,13-diona, 1,3,13,15-tetraoxaciclopentacosano-2,14-diona, 1,3,14,16-tetraoxacicloheptacosano-2,15-diona, 1,3,15,17-tetraoxaciclononacosano-2,16-diona, 1,3,16,18-tetraoxaciclohentriacontano-2,16-diona, 1,3,17,19-tetraoxaciclotritriacontano-2,18-diona y 1,3,18,20-tetraoxaciclopentatriacontano-2,19-diona; compuestos de carbonato en los que la diferencia entre l y m en la fórmula anterior (B) es 2, tales como 1,3,6,8-tetraoxaciclododecano-2,7-diona, 1,3,7,9-tetraoxaciclotetradecano-2,8-diona, 1,3,8,10-tetraoxaciclohexadecano-2,9-diona, 1,3,9,11-tetraoxaciclooctadecano-2,10-diona, 1,3,10,12-tetraoxacicloicosano-2,11-diona, 1,3,11,13-tetraoxaciclodocosano-2,12-diona, 1,3,12,14-tetraoxaciclotetracosano-2,13-diona, 1,3,13,15-tetraoxaciclohexacosano-2,14-diona, 1,3,14,16-tetraoxaciclooctacosano-

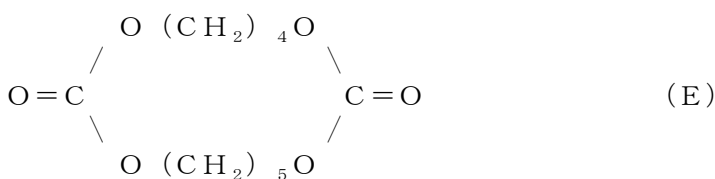
2,15-diona, 1,3,15,17-tetraoxaciclotriacontano-2,16-diona, 1,3,16,18-tetraoxaciclotriacontano-2,17-diona y 1,3,17,19-tetraoxaciclotetracontano-2,18-diona; y compuestos de carbonato en los que la diferencia entre l y m en la fórmula (B) anterior es 3, tales como 1,3,6,8-tetraoxaciclotridecano-2,7-diona, 1,3,7,9-tetraoxaciclopentadecano-2, 8-diona, 1,3,8,10-tetraoxacicloheptadecano-2,9-diona, 1,3,9,11-tetraoxaciclononadecano-2,10-diona, 1,3,10,12-tetraoxaciclohenicosano-2,11-diona, 1,3,11,13-tetraoxaciclotricosano-2,12-diona, 1,3,12,14-tetraoxaciclopentacosano-2,13-diona, 1,3,13,15-tetraoxacicloheptacosano-2,14-diona, 1,3,14,16-tetraoxaciclononacosano-2,15-diona, 1,3,15,17-tetraoxaciclohentriacontano-2,16-diona y 1,3,16,18-tetraoxaciclotritriacontano-2,17-diona. El caso en el que la diferencia entre l y m en la fórmula (B) anterior es 1 es preferente dado que la tensión de la estructura cíclica es baja y la estabilidad del compuesto de carbonato es elevada.

Además, el compuesto de carbonato que se va a utilizar en la presente realización, en el caso de ser un compuesto de carbonato representado por la fórmula (C) siguiente, es decir, cuando el número de metilenos entre enlaces de carbonato es de 4 a 6, tiene una distancia preferente entre los enlaces de carbonato y una proporción preferente de los enlaces de carbonato en el compuesto de carbonato.

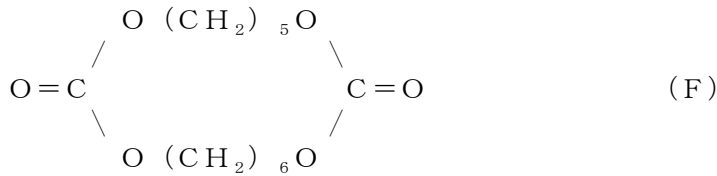


en el que l y m representan un número entero de 4 a 6, y  $l \neq m$ .

Además, el compuesto de carbonato representado por la fórmula (B), en el caso de ser un compuesto de carbonato representado por las fórmulas (E) o (F) siguientes, tiene una estabilidad de la misma elevada, y una distancia más preferente entre los enlaces de carbonato y una proporción más preferente de los enlaces de carbonato en el compuesto de carbonato.

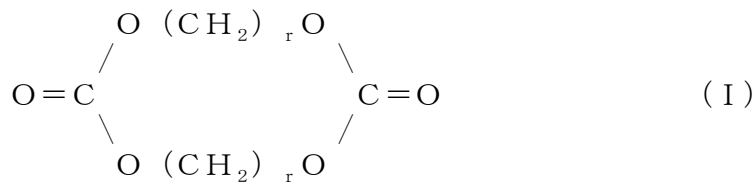


30



El contenido del compuesto de carbonato contenido en la composición de policarbonato diol según la presente realización es del 0,05 al 5% en peso. Si el contenido del compuesto de carbonato es del 0,05% en peso o superior, se puede proporcionar una película de recubrimiento lisa; y si el contenido de los mismos es del 5% en peso o inferior, se puede proporcionar una película de recubrimiento transparente que tiene resistencia química. El contenido del compuesto de carbonato es, más preferentemente, del 0,07 al 4% en peso y, aún más preferentemente, del 0,08 al 2% en peso. La composición de policarbonato diol según la presente realización, dado que el contenido del compuesto de carbonato es menor que la cantidad de adición de un plastificante común, nunca disminuye en las propiedades mecánicas, la resistencia química y similares. El compuesto de carbonato que se va a utilizar en la presente realización, aunque se produce en la fabricación de un policarbonato diol, se añade preferentemente al policarbonato diol con el fin de estar en la cantidad predeterminada anterior.

La composición de policarbonato diol según la presente realización puede contener un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (I), es decir, un compuesto cíclico que tiene cadenas de metileno de la misma longitud y dos enlaces de carbonato. Cuando el compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (I) está presente en una cantidad predeterminada con el policarbonato diol, un poliuretano obtenido utilizando la composición de policarbonato diol según la presente realización llega a tener una temperatura de flujo incipiente más elevada, que apenas provoca bloqueo, y exhibe una mayor lisura de la superficie de la resina. Cuando el compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (I) está presente en una cantidad predeterminada con el policarbonato diol, la composición de policarbonato diol según la presente realización, en el caso de que se utilice como un material que constituye de un material de recubrimiento, puede proporcionar una película de recubrimiento lisa y resistente. El caso en el que r en la siguiente fórmula (I) es de 4 a 6, es decir, el número de metilenos entre enlaces de carbonato es de 4 a 6, es preferente debido a que el efecto anterior se hace notable.



en la que r representa un número entero de 2 a 15.

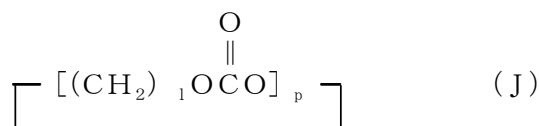
5 El contenido del compuesto de carbonato representado por la fórmula (I) contenido en la composición de policarbonato diol según la presente realización es preferentemente del 0,01 al 3% en peso. Si el contenido del compuesto de carbonato en la composición de policarbonato diol según la presente realización es del 0,01% en peso o superior, un poliuretano obtenido utilizando la composición de policarbonato diol según la presente realización llega a tener una temperatura de flujo incipiente más elevada, que apenas causa

10 bloqueo, y muestra una mayor lisura de la superficie de la resina; y si el contenido del mismo es del 3% en peso o inferior, se puede proporcionar una película de recubrimiento transparente que tiene una resistencia química. El contenido del compuesto de carbonato es, más preferentemente, del 0,01 al 0,5% en peso y, aún más preferentemente, del 0,01 al 0,05% en peso.

15

En la presente memoria descriptiva, en la presente realización, el contenido de cada compuesto de carbonato puede ser determinado por un método que se describe más adelante en los ejemplos.

20 La composición de policarbonato diol según la presente realización puede contener un multímero de carbonato representado por la siguiente fórmula (J), es decir, un compuesto cíclico que tiene de 3 a 10 enlaces de carbonato.

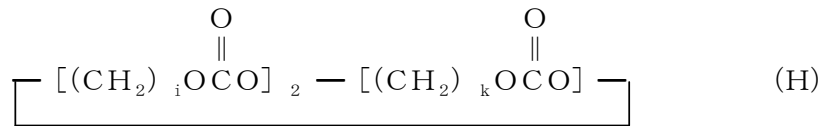


25 en la que l representa un número entero de 2 a 15; y p representa un número entero de 3 a 10.

En el caso en el que el multímero de carbonato sea un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (H), es decir, un compuesto cíclico que tiene tres

30 enlaces de carbonato y que tiene dos cadenas de metileno de diferentes longitudes, la composición de policarbonato diol según la presente realización que contiene este

compuesto cíclico es preferente dado que la capacidad de moldeo se puede mejorar sin disminuir la resistencia de un poliuretano obtenido, y una película de recubrimiento se vuelve más lisa. Además, en el caso en el que el multímero de carbonato es el compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (H), e i y k representan un número entero de 4 a 6, el efecto es más grande.



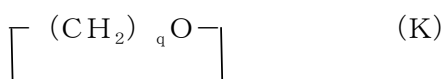
en la que i y k representan un número entero de 2 a 15, e  $i \neq k$ .

10 El contenido del multímero de carbonato contenido en la composición de policarbonato diol según la presente realización es, preferentemente, del 0,03 al 5% en peso.

Si el contenido del multímero de carbonato en la composición de policarbonato diol según la presente realización es del 0,03% en peso o superior, se mejora la capacidad de moldeo de un poliuretano obtenido; y si el contenido de los mismos es del 5% en peso o inferior, se puede proporcionar una película de recubrimiento dura y lisa que tiene una buena adhesividad. El contenido del multímero de carbonato es preferentemente del 0,03 al 3% en peso, más preferentemente, del 0,03 al 0,5% en peso, aún más preferentemente, del 0,03 al 0,2% en peso, y más aún, más preferentemente, del 0,03 al 0,1% en peso.

20 En la presente realización, la determinación cuantitativa del contenido de cada multímero de carbonato puede llevarse a cabo mediante un método de determinación cuantitativa de un compuesto de carbonato que se describe más adelante en los ejemplos.

25 La composición de policarbonato diol según la presente realización puede contener un compuesto de éter cíclico representado por la siguiente fórmula (K).



en la que q representa un número entero de 3 a 15.

30 El caso en el que el compuesto de éter cíclico sea tetrahidrofurano (en el que q en la fórmula (K) es 4), tetrahidropirano (en el que q en la fórmula (K) es 5) u oxepano (en el que q en la

fórmula (K) es 6), la composición de policarbonato diol que contiene este compuesto de éter cíclico es preferente porque es buena en la compatibilidad con un disolvente y vuelve a una película de recubrimiento más lisa por el efecto sinérgico con el efecto del compuesto de carbonato representado por la fórmula (B).

5

En la composición de policarbonato diol según la presente realización, el contenido del compuesto de éter cíclico es, preferentemente, de 0,01 a 50 ppm. El caso en el que el contenido del compuesto de éter cíclico es de 0,01 a 5 ppm es más preferente debido a que el compuesto de éter cíclico no se vaporiza desde el compuesto de carbonato; y el caso de 10 0,01 a 0,5 ppm es todavía más preferente.

15

En la composición de policarbonato diol según la presente realización, el contenido, como mínimo, de uno seleccionado del grupo que comprende tetrahidrofurano, tetrahidropirano y oxepano es preferentemente de 0,01 a 50 ppm, más preferentemente, de 0,01 a 5 ppm y, aún más preferentemente, de 0,01 a 0,5 ppm. Además, en la composición de policarbonato diol según la presente realización, el contenido total de tetrahidrofurano, tetrahidropirano y oxepano es preferentemente de 0,01 a 50 ppm, más preferentemente, de 0,01 a 5 ppm y, aún más preferentemente, de 0,01 a 0,5 ppm.

20

En la presente memoria descriptiva, el contenido del compuesto de éter cíclico puede ser determinado por un método que se describe más adelante en los ejemplos.

25

Una composición de policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización, con el fin de impartir la flexibilidad, puede contener una estructura representada por una unidad de repetición de la siguiente fórmula (G) en su molécula.



30

en la que R' representa un grupo alquileo, y el grupo alquileo puede ser de dos o más tipos en todas las unidades de repetición; y x significa un número entero de 2 o más.

Un método para la introducción de la unidad de repetición de la fórmula anterior (G) en la molécula de policarbonato diol no está especialmente limitado, pero puede incluir, por ejemplo, la adición de un éter de poliol, tal como polioxietilenglicol, polioxietilen

propilenglicol, polioxietilen tetrametilen glicol, polioxitetrametilen glicol o polioxipropilen glicol, a un diol de un material de partida, o la adición de óxidos de alquileo tales como óxido de etileno y/u óxido de propileno en el transcurso de la polimerización.

5 En el policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización, el contenido de la unidad repetitiva de la fórmula (G) en su molécula no está especialmente limitado siempre que esté en un intervalo del mismo que no afecte a la presente invención, pero si su cantidad aumenta, la resistencia al calor y resistencia química del poliuretano obtenido disminuye en algunos casos. Por lo tanto, en el caso en el que la unidad de repetición  
10 representada por la fórmula (G) se introduzca en un policarbonato diol, la unidad de repetición (que tiene una estructura que se origina a partir de éter) representada por la fórmula (G) es, con respecto a la unidad de repetición del carbonato representado por la fórmula (A), preferentemente del 0,05 al 5% molar y, más preferentemente, del 0,05 al 3% molar.

15

El peso molecular promedio en número del policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización es, preferentemente, de 300 a 5.000. Si el peso molecular promedio en número del policarbonato diol es de 300 o superior, se puede proporcionar flexibilidad de una película de recubrimiento. Si el peso molecular promedio en número del policarbonato  
20 diol es 5000 o inferior, el policarbonato diol, en el caso de que se utilice como un material que constituye un material de recubrimiento, es preferente porque no restringe la concentración de fracción sólida del material de recubrimiento y similares, y no disminuye la capacidad de procesamiento de moldeo de un poliuretano que se va a obtener. El peso molecular promedio en número del policarbonato diol es, más preferentemente, de 450 a  
25 3.000.

En la presente memoria descriptiva, en la presente realización, el peso molecular promedio en número del policarbonato diol se puede medir por un método descrito más adelante en los ejemplos.

30

El policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización tiene preferentemente una proporción de grupos OH terminales del 95,0 al 99,9%. Si la proporción de grupos OH terminales es del 99,9% o inferior, la lisura de una superficie de película de recubrimiento nunca disminuye debido a la producción de geles finos de peso molecular elevado y  
35 similares; y si es del 95,0% o superior, es preferente debido a que el curado de una película de recubrimiento avanza y no permanece ninguna sensación viscosa en la superficie de la



película de recubrimiento. La proporción de grupos OH terminales es, más preferentemente, del 97,0 al 99,9% y, aún más preferentemente, del 98,0 al 99,9%.

En la presente memoria descriptiva, en la presente realización, la proporción de grupos OH terminales se define tal como sigue. Se calientan de 70 g a 100 g de un policarbonato diol y se agitan a una temperatura de 160°C a 200°C a una presión de 0,4 KPa o inferior para obtener de este modo un destilado correspondiente a, aproximadamente, del 1 al 2% en peso del policarbonato diol, es decir, aproximadamente 1 g (0,7 a 2 g) de un destilado inicial. El destilado obtenido se disuelve en aproximadamente 100 g (95 a 105 g) de etanol, y se recupera como una solución. La solución recuperada se somete a un análisis por cromatografía de gases (en lo sucesivo, referido como “análisis de CG”); y se adquiere una proporción de grupos OH terminales que se calcula mediante la siguiente expresión (1) a partir de valores de áreas de los picos adquiridos en un cromatógrafo. En la presente memoria descriptiva, el análisis por CG se llevó a cabo utilizando un cromatógrafo de gases 6890 (fabricado por Hewlett-Packard Development Co., en Estados Unidos) con un DB-WAX (fabricado por J & W Scientific Inc., en Estados Unidos) de 30 m y 0,25 mm de espesor de la membrana como columna, y utilizando un detector de ionización de llama (FID) como detector. El perfil de aumento de temperatura de la columna es tal que la temperatura se eleva de 60°C a 10°C/min hasta 250°C, y después la temperatura se mantiene durante 15 min. La identificación de cada pico en el análisis CG se lleva a cabo utilizando el siguiente instrumento CG-MS. El instrumento utiliza un CG 6890 (fabricado por Hewlett-Packard Development Co.) con un DB-WAX (fabricado por J & W Scientific Inc.) como columna. En el instrumento de CG, la medición se lleva a cabo elevando la temperatura desde una temperatura inicial de 40°C a una velocidad de aumento de temperatura 10°C/min hasta 220°C. El instrumento EM utiliza un Auto-massSUN (JEOL Corp., Japón). En el instrumento EM, la medición se lleva a cabo a un voltaje de ionización de 70 eV, en un intervalo de barrido de m/z de 10 a 500, y a una ganancia de fotomultiplicador de 450 V.

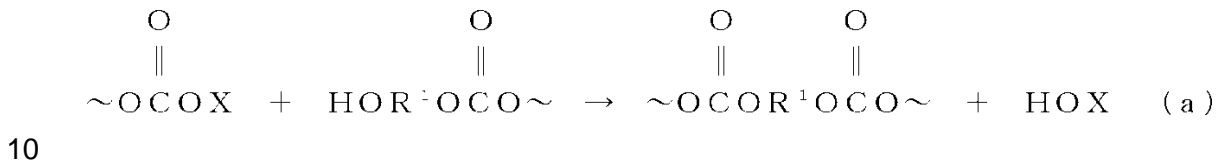
Proporción de grupos OH terminales (%) =  $B/A \times 100 \dots (1)$

A: Suma total de áreas de los picos de alcoholes (excluyendo etanol) incluyendo dioles

B: Suma total de áreas de los picos de los dioles

La proporción de grupos OH terminales corresponde a una proporción de grupos OH en todos los grupos terminales del policarbonato diol. Es decir, tal como se muestra en lo anterior, cuando el policarbonato diol se calienta a una temperatura de 160°C a 200°C a una presión de 0,4 KPa o inferior, los fragmentos terminales del policarbonato diol se destilan

como alcoholes (véase la fórmula (a) siguiente). Los alcoholes que se separan por destilación no están especialmente limitados, pero entre los ejemplos de los mismos se incluyen dioles utilizados como materiales de partida, las impurezas contenidas en los materiales de partida, tales como ciclohexanodiol y 1,5-hexanodiol, monoalcoholes que se originan a partir de compuestos de carbonato de materiales de partida, tales como metanol y monoalcoholes producidos en reacciones secundarias en la polimerización y que tienen hidrocarburos insaturados.



en las que X es -R<sup>2</sup>-OH o -R<sup>2</sup>, y R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> representan un hidrocarburo.

La proporción de los dioles a todos los alcoholes en el destilado es una proporción de grupos OH terminales.

En la composición de policarbonato diol según la presente realización, la cantidad de humedad es, preferentemente, de 1 a 500 ppm. Si la cantidad de humedad es 500 ppm o menor, la composición de policarbonato diol según la presente realización es preferente porque no provoca turbidez por una reacción del agua con los isocianatos, y proporciona una película de recubrimiento lisa. Si la cantidad de humedad es 1 ppm o mayor, la composición de policarbonato diol según la presente realización es preferente además debido a que el compuesto de carbonato puede ser fácilmente dispersado en el policarbonato diol. Si la cantidad de humedad es de 5 a 250 ppm, el efecto se vuelve aún más notable, y si es de 10 a 150 ppm, es más preferente.

En la presente memoria descriptiva, en la presente realización, la cantidad de humedad de una composición de policarbonato diol puede ser determinada por un método que se describe más adelante en los ejemplos.

El número de color de la composición de policarbonato diol según la presente realización es preferentemente de 5 a 100. La composición de policarbonato diol según la presente realización, si tiene un número de color de 100 o menor, es preferente porque una película de recubrimiento no muestra coloración. Además, la composición de policarbonato diol según la presente realización, si tiene un número de color de 5 o más grande, es preferente porque las condiciones de producción del policarbonato diol no están restringidas. Si el

número del color es de 5 a 50, el efecto se hace más notable, y si es de 5 a 30, es más preferente.

5 Un método de obtención de la composición de policarbonato diol que tiene el número del color en el intervalo anterior no está especialmente limitado, pero un ejemplo del mismo incluye un método de llevar a cabo la polimerización a una temperatura de 200°C o inferior, preferentemente 170°C o inferior.

10 En la presente memoria descriptiva, en la presente realización, el número del color de la composición de policarbonato diol se puede determinar mediante una determinación del número de color de la composición de policarbonato diol que se describe más adelante en los ejemplos.

15 Un método para la fabricación del policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización no está especialmente limitado. El policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización se puede fabricar, por ejemplo, por uno de varios métodos descritos en Schnell, Polymer Reviews, vol. 9, págs. 9-20 (1994).

20 El policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización se fabrica, por ejemplo, utilizando un diol y un carbonato como materiales de partida, aunque no está especialmente limitado.

25 El diol que se utilizará en la presente realización no está especialmente limitado, pero entre los ejemplos de los mismos se incluyen dioles que no tienen cadenas laterales, tales como etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-dodecanodiol, 1,11-undecanodiol, 1,12-dodecanodiol, 1,13-tridecanediol, 1,14-tetradecanodiol y 1,15-pentadecanediol; dioles que tienen cadenas laterales tales como 2-metil-1,8-octanodiol, 2-etil-1,6-hexanodiol, 2-metil-1,3-propanodiol, 3-metil-1,5-pentanodiol, 2,4- dimetil-1,5-pentanodiol, 2,4-dietil-1,5-pentanodiol, 30 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol y 2,2-dimetil-1,3-propanodiol; y dioles cíclicos tales como 1,4-ciclohexanodimetanol y 2-bis (4-hidroxiciclohexil)propano. Se puede utilizar un único diol o dos o más como material de partida del policarbonato diol. El caso en el que se utilizan uno o dos o más tipos de dioles que no tienen cadenas laterales como materiales de partida del policarbonato diol es preferente, debido a que la resistencia química y la resistencia 35 mecánica de una película de recubrimiento aumentan. El caso en el que se utilizan dos tipos de dioles seleccionados del grupo que comprende 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol y 1,6-

hexanodiol como materiales de partida del policarbonato diol es más preferente. El caso en el que se utilizan 1,5-pentanodiol y 1,6-hexanodiol como los materiales de partida diol es todavía más preferente.

5 En la fabricación del policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización, en el caso en que se utilicen dos o más tipos de dioles como materiales de partida, la proporción de estos materiales de partida no está especialmente limitada. Es preferente que la proporción de materiales de partida que se va a utilizar se ajuste de manera que un policarbonato diol obtenido se vuelva líquido a temperatura normal. En el caso en el que se  
10 utilicen dos tipos de dioles como materiales de partida, las cantidades de carga se establecen preferentemente del 20/80 a 80/20 en proporción molar. Si la proporción está en este intervalo, un policarbonato diol obtenido se vuelve líquido. Es más preferente de 30/70 a 70/30; y es todavía más preferente de 40/60 a 60/40 porque un policarbonato diol obtenido se hace líquido incluso a 0°C o inferior.

15

Se pueden utilizar además compuestos que tienen tres o más grupos hidroxilo en una molécula del mismo, por ejemplo, trimetiloletano, trimetilolpropano, hexanotriol y pentaeritritol, como materiales de partida, en el intervalo que no perjudica el rendimiento del policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización. La utilización de una  
20 cantidad demasiado grande de compuestos que tienen tres o más grupos hidroxilo en una molécula del mismo provoca reticulación y gelificación durante la reacción de polimerización del policarbonato. Por lo tanto, incluso en el caso en que los compuestos que tienen tres o más grupos hidroxilo en una molécula de los mismos se utilizan como materiales del policarbonato diol de partida, los compuestos se utilizan preferentemente del 0,1 al 5%  
25 molar con respecto al número molar total de dioles que van a ser utilizados como materiales del policarbonato diol de partida. La proporción es, más preferentemente, del 0,1 al 1% molar.

En la fabricación del policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización, los  
30 carbonatos como materiales de partida no están especialmente limitados, pero entre los ejemplos de los mismos se incluyen carbonatos de dialquilo tales como carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo y carbonato de dibutilo; carbonatos de diarilo tales como carbonato de difenilo; y carbonatos de alquileo tales como carbonato de etileno, carbonato de trimetileno, carbonato de 1,2-propileno, carbonato de 1,2-butileno,  
35 carbonato de 1,3-butileno y carbonato de 1,2-pentileno. Uno o dos o más tipos de estos carbonatos pueden ser utilizados como materiales de partida del policarbonato diol. Se

utilizan preferentemente carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de difenilo, carbonato de dibutilo y carbonato de etileno desde el punto de vista de la facilidad de su disponibilidad y la facilidad de ajuste de las condiciones de la reacción de polimerización.

5 En la fabricación del policarbonato diol que va a utilizarse en la presente realización, preferentemente se añade un catalizador. El catalizador no está especialmente limitado, pero ejemplos del mismo incluyen alcoholatos, hidruros, óxidos, amidas, carbonatos, hidróxidos y sales de borato que contienen nitrógeno de metales alcalinos tales como litio, sodio y potasio, y metales alcalinotérreos tales como magnesio, calcio, estroncio y bario, y  
10 además sales de metales alcalinos básicos y sales de metales alcalinotérreos de ácidos orgánicos. El catalizador no está especialmente limitado, pero entre los ejemplos de los mismos se incluyen además los metales, sales, alcóxidos y compuestos orgánicos de aluminio, titanio, vanadio, cromo, manganeso, hierro, cobalto, níquel, cobre, cinc, galio, germanio, circonio, niobio, molibdeno, rutenio, rodio, paladio, plata, indio, estaño, antimonio,  
15 tungsteno, renio, osmio, iridio, platino, oro, talio, plomo, bismuto y de iterbio. Se pueden seleccionar y utilizar uno o una pluralidad de estos catalizadores. El caso en el que uno o una pluralidad de catalizadores se utilizan de entre los metales, sales, alcóxidos y compuestos orgánicos de sodio, potasio, magnesio, potasio, titanio, circonio, estaño, plomo y de iterbio es preferente, porque la polimerización del policarbonato diol se lleva a cabo  
20 bien y los catalizadores afectan poco a la reacción de uretano utilizando el policarbonato diol obtenido. Es más preferente el caso en el que se utilizan como catalizador el titanio, iterbio, estaño y circonio.

La composición de policarbonato diol según la presente realización puede contener del  
25 0,0001 hasta el 0,02% en peso del catalizador en términos de elementos metálicos tal como se mide utilizando ICP. Si el contenido del catalizador está en el intervalo anterior, la polimerización del policarbonato diol está bien realizada y el catalizador afecta poco la reacción de uretano que utiliza el policarbonato diol obtenido. Es más preferente el caso en el que el contenido del catalizador es del 0,0005 al 0,01% en peso.

30 En la composición de policarbonato diol según la presente realización, el contenido de como mínimo un elemento metálico seleccionado del grupo que comprende titanio, iterbio, estaño y circonio, medido por ICP es, preferentemente, del 0,0001 hasta el 0,02% en peso y, más preferentemente, del 0,0005 al 0,01% en peso. Además, en la composición de policarbonato  
35 diol según la presente realización, el contenido total de titanio, iterbio, estaño y circonio,

medido por ICP es, preferentemente, del 0,0001 al 0,02% en peso y, más preferentemente, del 0,0005 al 0,01% en peso.

5 En la presente memoria descriptiva, en la presente realización, el contenido de elementos metálicos en la composición de policarbonato diol se puede medir por un método descrito más adelante en los ejemplos.

10 Por ejemplo, en el caso en el que el policarbonato diol que va a utilizarse en la presente realización se utiliza como un material de partida de un poliuretano, un catalizador utilizado en la fabricación del policarbonato diol se trata preferentemente con un compuesto de fósforo. El compuesto de fósforo no está especialmente limitado, pero entre los ejemplos del mismo se incluyen triésteres de fosfato tales como fosfato de trimetilo, fosfato de trietilo, fosfato de tributilo, fosfato de di-2-etilhexilo, fosfato de trifenilo, fosfato de tricresilo y fosfato de difenil cresilo; ésteres ácidos de fosfato tales como fosfato ácido de metilo, fosfato ácido de etilo, fosfato ácido de propilo, fosfato ácido de isopropilo, fosfato ácido de butilo, fosfato ácido de laurilo, fosfato ácido de estearilo, fosfato ácido de 2-etilhexilo, fosfato ácido de isodecilo, fosfato ácido de butoxietilo, fosfato ácido de oleílo, fosfato ácido de tetracosilo, fosfato ácido de etilen glicol, fosfato ácido de metacrilato de 2-hidroxietilo, fosfato de dibutilo, fosfato de monobutilo, fosfato de monoisodecilo y fosfato de bis(2-etilhexilo); ésteres de fosfito tales como fosfito de trifenilo, fosfito de fenil trisonilo, fosfito de tricresilo, fosfito de trietilo, fosfito de tris(2-etilhexilo), fosfito de tridecilo, fosfito de trilaurilo, fosfito de tris(tridecilo), fosfito de trioleílo, fosfito de difenilo mono(2-etilhexilo), fosfito de difenilo monodecilo, fosfito de difenil(monodecilo), fosfito de trilaurilo, hidrógeno fosfito de dietilo, hidrógeno fosfito de bis(2-etilhexilo), hidrógeno fosfito de dilaurilo, hidrógeno fosfito de dioleílo, hidrógeno fosfito de difenilo, difosfito de tetrafenil dipropilenglicol glicol, difosfito de bis (decil)pentaeritritol, fosfito de triestearilo, fosfito de diestearil pentaeritritol y fosfito de tris (2,4-di-terc-butilfenil); y además ácido fosfórico, ácido fosforoso y ácido hipofosforoso.

30 La cantidad del compuesto de fósforo contenido en la composición de policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización es, preferentemente, del 0,0001 al 0,02% en peso en términos del contenido de elemento fósforo medido utilizando ICP. Por ejemplo, en el caso en que se utiliza una composición de policarbonato diol según la presente realización como un material de partida de un poliuretano, si la cantidad del compuesto de fósforo está en el intervalo anterior, el efecto del catalizador utilizado en la fabricación del policarbonato diol está ajustado para que se elimine casi por completo en la reacción de fabricación del poliuretano, y el compuesto de fósforo afecta poco a la reacción de fabricación del

poliuretano y a las propiedades físicas del producto de reacción. Además, en el caso en el que un catalizador de transesterificación esté presente en el policarbonato diol, la descomposición del compuesto de carbonato presente en la composición de policarbonato diol puede ser suprimida. En la composición de policarbonato diol según la presente  
5 realización, el contenido del elemento fósforo medido por ICP es, más preferentemente, del 0,0005 al 0,01% en peso.

Se describirá a continuación un ejemplo específico de un método de fabricación del policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización. La fabricación del  
10 policarbonato diol que va a utilizarse en la presente realización no está especialmente limitada, pero puede llevarse a cabo, por ejemplo, dividiéndola en dos etapas. Un diol y un carbonato se mezclan en una proporción de, por ejemplo, 20:1 a 1:10, y preferentemente de 10: 1 a 1:2, en una relación molar (diol: carbonato), y se dejan reaccionar como una primera etapa a presión normal o a presión reducida de 100 a 250°C. En el caso en el que se utiliza  
15 carbonato de dimetilo como el carbonato, se elimina el metanol producido como una mezcla con el carbonato de dimetilo para permitir de este modo que se obtenga un policarbonato diol de bajo peso molecular. En el caso en el que se utiliza carbonato de dietilo como el carbonato, el etanol producido se elimina como una mezcla con el carbonato de dietilo para permitir de este modo que se obtenga un policarbonato diol de bajo peso molecular.  
20 Además, en el caso en el que se utiliza carbonato de etileno como el carbonato, se elimina el etilenglicol producido como una mezcla con el carbonato de etileno para permitir de este modo que se obtenga un policarbonato diol de bajo peso molecular. A continuación, una reacción de segunda etapa es una reacción en la que el producto de reacción de la primera etapa se calienta a presión reducida de 160 a 250°C para eliminar el diol y el carbonato sin  
25 reaccionar, y para condensar el policarbonato diol de bajo peso molecular para obtener de este modo un policarbonato diol que tiene un peso molecular predeterminado. Iniciando la reacción de la primera etapa a una temperatura de 100 a 150°C, llevando a cabo la reacción durante 5 o más horas a la temperatura de partida de la reacción, aumentando a partir de entonces la temperatura a una velocidad de 15°C o menos por 1 hora, y llevando a cabo la  
30 reacción de la segunda etapa a una temperatura de 120 a 170°C a una presión de 15 KPa o inferior, la cantidad de compuesto de carbonato producido en la reacción está ajustada para ser suprimida baja; y mediante la adición de una cantidad predeterminada del compuesto de carbonato al policarbonato diol obtenido, se puede controlar la cantidad del compuesto de carbonato contenido en el policarbonato diol, lo que por lo tanto es más preferente. La  
35 proporción de grupos OH terminales del policarbonato diol que se va a utilizar en la presente realización se puede regular mediante la selección de un método o combinación de métodos

5 adecuados a partir de las condiciones de fabricación, incluyendo impurezas en los materiales de partida, temperatura y tiempo, las condiciones de la proporción de carga del diol y el carbonato en los materiales de partida en el caso en que se utilice un carbonato de dialquilo y/o un carbonato de diarilo como el carbonato como el material de partida. En el caso en que se utilice un carbonato de dialquilo y/o un carbonato de diarilo como el carbonato del material de partida, si el diol y el carbonato se cargan en una proporción de cantidades estequiométricas o una proporción cerca de ésta mediante la adaptación de la proporción al peso molecular de un policarbonato diol objetivo y se dejan reaccionar, un grupo alquilo o un grupo arilo que se originan a partir del carbonato a menudo permanecen en los extremos terminales del policarbonato diol. Entonces, haciendo que la cantidad de diol al carbonato sea, por ejemplo, de 1,01 a 1,10 veces la cantidad estequiométrica, en el policarbonato diol, el número de grupos alquilo terminales y grupos arilo terminales se reduce y el número de grupos hidroxilo terminales se puede hacer grande. Mediante reacciones secundarias, los extremos terminales del policarbonato diol a veces se convierten en un grupo vinilo, o un éster de metilo o un éter de metilo, por ejemplo, en el caso en que se utiliza carbonato de dimetilo como el carbonato. Generalmente, es más probable que se produzcan reacciones secundarias cuanto más elevada sea la temperatura de reacción, y más largo el tiempo de reacción.

#### 20 <Aplicaciones>

La composición de policarbonato diol según la presente realización se puede utilizar como material que constituye materiales de recubrimiento y adhesivos, como material de partida de poliuretanos y elastómeros termoplásticos, y además para aplicaciones en modificadores de poliésteres y poliimidas, y similares. En particular, la composición de policarbonato diol según la presente realización, en el caso que se utilice como un material que constituye un material de recubrimiento, puede proporcionar una película de recubrimiento cuya superficie es lisa y cuyo equilibrio de rendimiento, incluyendo la fuerza y la resistencia química, es bueno. Además, la composición de policarbonato diol según la presente realización, en el caso que se utilice como un material de partida de un poliuretano o un elastómero termoplástico, puede proporcionar el poliuretano o el elastómero termoplástico, cuya superficie es lisa y dura y que es excelente en resistencia química.

Un poliuretano termoplástico según la presente realización se puede conseguir utilizando la composición de policarbonato diol mencionada anteriormente y un poliisocianato orgánico.



Además, una composición de recubrimiento según la presente realización contiene la composición de policarbonato diol mencionada anteriormente y un poliisocianato orgánico.

Además, es preferente que una composición de recubrimiento según la presente realización contenga un prepolímero de uretano obtenido por reacción de la composición de policarbonato diol mencionada anteriormente y un poliisocianato orgánico, y el prepolímero de uretano tenga grupos terminales isocianato.

Además, es más preferente que una composición de recubrimiento según la presente realización contenga una resina de poliuretano obtenida por reacción de la composición de policarbonato diol mencionada anteriormente, un poliisocianato orgánico y un extendedor de cadena; y es todavía más preferente que la composición de recubrimiento sea una composición de recubrimiento acuosa que contiene un poliuretano obtenido por reacción de la composición de policarbonato diol mencionada anteriormente, un poliisocianato orgánico y un extendedor de cadena.

El poliisocianato orgánico que se va a utilizar no está especialmente limitado, pero entre los ejemplos del mismo se incluyen diisocianatos aromáticos bien conocidos, tales como 2,4-tolileno diisocianato, 2,6-tolileno diisocianato, una mezcla (TDI) de los mismos, TDI crudo, difenilmetano-4,4'-diisocianato (MDI), MDI crudo, naftaleno-1,5-diisocianato (NDI), 3,3'-dimetil-4,4'-bifenileno diisocianato, un polimetileno polifenil isocianato, xilileno diisocianato (XDI) y fenileno diisocianato, diisocianatos alifáticos bien conocidos, tales como 4,4'-metileno-bis(ciclohexil) diisocianato (MDI hidrogenado), hexametileno diisocianato (HMDI), isoforona diisocianato (IPDI) y ciclohexano diisocianato (XDI hidrogenado), y los productos modificados con un isocianurato, una carbodiimida o un buro de isocianato. Estos poliisocianatos orgánicos pueden utilizarse individualmente o en una combinación de dos o más. Estos poliisocianatos orgánicos se pueden utilizar además bloqueando el grupo isocianato con un agente bloqueante.

En la reacción de la composición de policarbonato diol con un poliisocianato orgánico, según se desee, se puede utilizar un extendedor de cadena como un componente de copolimerización. El extendedor de cadena no está especialmente limitado pero, por ejemplo, se pueden utilizar extendedores de cadena habituales en la industria del poliuretano es decir, agua, polioles de bajo peso molecular, poliaminas y similares. Entre los ejemplos del extendedor de cadena se incluyen polioles de bajo peso molecular tales como etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentilglicol,

1,10-decanodiol, 1,1-ciclohexanodimetanol, 1,4-ciclohexanodimetanol, xililen glicol, bis(p-hidroxi)difenilo y bis(p-hidroxifenil)propano, y poliaminas tales como etilendiamina, hexametildiamina, isoforondiamina, xililendiamina, diaminodifenilmetano y difenildiamina. El extendedor de cadena se puede utilizar individualmente o en una combinación de dos o  
5 más.

Como método para la fabricación de la composición de recubrimiento (material de recubrimiento) según la presente realización, se utiliza un método de fabricación bien conocido en la industria. Se puede fabricar, por ejemplo, una composición de recubrimiento  
10 en base disolvente de dos componentes preparada mediante la mezcla de una base de recubrimiento obtenida a partir de la composición de policarbonato diol mencionada anteriormente y un compuesto endurecedor de poliisocianato orgánico justo antes de la operación de recubrimiento; una composición de recubrimiento de un solo componente en base disolvente compuesta de un prepolímero de uretano obtenido por reacción de la  
15 composición de policarbonato diol mencionada anteriormente y un poliisocianato orgánico y que tiene grupos terminales isocianato; una composición de recubrimiento de un solo componente en base disolvente compuesta de una resina de poliuretano obtenida por reacción de la composición de policarbonato diol mencionada anteriormente, un poliisocianato orgánico y un extendedor de cadena; o una composición de recubrimiento  
20 acuosa de un componente.

Para la composición de recubrimiento (material de recubrimiento) según la presente realización, se pueden añadir de acuerdo con diversos tipos de aplicaciones, por ejemplo, un acelerador de curado (catalizador), una carga, un dispersante, un retardante de llama, un  
25 colorante, un pigmento orgánico o inorgánico, un agente de liberación, un regulador de fluidez, un plastificante, un antioxidante, un absorbente de ultravioleta, un estabilizante a la luz, un agente antiespumante, un agente de nivelación, un colorante y un disolvente.

Un disolvente para una composición de recubrimiento (material de recubrimiento) según la  
30 presente realización no está especialmente limitado, pero entre los ejemplos de los mismos se incluyen dimetilformamida, dietilformamida, dimetilacetamida, dimetilsulfóxido, tetrahidrofurano, acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona, dioxano, ciclohexanona, benceno, tolueno, xileno, etil cellosolve, acetato de etilo, acetato de butilo, etanol, isopropanol, n-butanol y agua. Estos disolventes se pueden utilizar solos o como una mezcla  
35 de dos o más.

Un método para la fabricación del poliuretano termoplástico según la presente realización no está especialmente limitado, y se utiliza una tecnología de una reacción de poliuretización bien conocida en la industria del poliuretano. El poliuretano termoplástico se puede fabricar, por ejemplo, por reacción de la composición de policarbonato diol mencionada anteriormente con un poliisocianato orgánico a presión ambiente de temperatura normal a 200°C. En el caso de utilizar un extendedor de cadena, el extendedor de cadena se puede añadir al principio, o se añade en el transcurso de la reacción. Para un método para la fabricación del poliuretano termoplástico según la presente realización, por ejemplo, se puede hacer referencia a la patente de Estados Unidos No. 5.070.173.

10

En la reacción de poliuretización, se pueden utilizar un catalizador de polimerización y un disolvente conocidos. El catalizador de polimerización que se va a utilizar no está especialmente limitado, pero un ejemplo del mismo incluye dilaurato de dibutilestano.

15

Para el poliuretano termoplástico según la presente realización, se añaden preferentemente estabilizadores tales como un estabilizante térmico (por ejemplo, un antioxidante) y un estabilizante a la luz. Además se puede añadir un plastificante, una carga inorgánica, un lubricante, un colorante, un aceite de silicona, un agente espumante, un retardante de llama y similares.

20

Ejemplos

A continuación, la presente invención será interpretada por medio de ejemplos y ejemplos comparativos.

25

Los siguientes ejemplos se describen con el objetivo de ejemplificar la presente invención, sin limitar el alcance de la presente invención.

30

Los valores de las propiedades físicas que se muestran en los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos se midieron mediante los siguientes métodos.

#### 1. Determinación cuantitativa de un compuesto de carbonato

La determinación cuantitativa de un compuesto carbonato se llevó a cabo tal como se describe a continuación. En primer lugar, una muestra se disolvió en acetonitrilo para preparar de este modo una solución al 1%. La solución se analizó utilizando un cromatógrafo líquido/espectrómetro de masas (CL/EM). Cada compuesto de carbonato en la

35

muestra se determinó cuantitativamente en base a los valores de área adquiridos por el análisis mediante la utilización de una curva de calibración previamente producida. El instrumento CL utilizado fue un Waters 2690 (fabricado por Waters Corp.) con un Waters Symmetry C8 (fabricado por Waters Corp.) como su columna. En el instrumento CL, la medición se llevó a cabo ajustando el volumen de flujo a 0,5 ml/min, y en un modo de gradiente de acetonitrilo: agua = 30:70 a acetonitrilo: agua = 100: 0 durante 15 min. El instrumento EM utilizado fue un Waters ZMD (fabricado por Waters Corp.). En el instrumento EM, la medición se llevó a cabo en un modo de ionización de APCI+ a un voltaje de fotomultiplicador de 650 V.

10

## 2. Determinación de la composición de un policarbonato diol

La composición de un policarbonato diol se determinó tal como se describe a continuación. En primer lugar, se pesó 1 g de una muestra y se puso en un matraz de recuperación de 100 ml; 30 g de etanol y 4 g de hidróxido de potasio se añadieron para obtener de este modo una mezcla. La mezcla obtenida se calentó en un baño de aceite a 100°C durante 1 hora. La mezcla se enfrió a temperatura ambiente, y después de esto, se añadieron una o dos gotas de fenolftaleína como un indicador a la mezcla, y la mezcla se neutralizó con ácido clorhídrico. Después, la mezcla se enfrió en un refrigerador durante 3 horas; y se eliminaron por filtración las sales precipitadas, y posteriormente, el filtrado se analizó por cromatógrafo de gases (CG). El análisis CG se llevó a cabo mediante la utilización de un cromatógrafo de gases CG 14B (fabricado por Shimadzu Corp.) con una DB-WAX (fabricado por J & W Scientific Inc., Estados Unidos) de 30 m y 0,25  $\mu$ m en grosor de membrana como su columna, utilizando éster dietílico de dietilenglicol como un patrón interno, y utilizando un detector de ionización de llama (FID) como un detector. El perfil de aumento de temperatura de la columna fue de modo que la temperatura se mantuvo a 60°C durante 5 min, y posteriormente se elevó hasta 250°C a una velocidad de 10°C/min.

15

20

25

Sobre la base de los valores de área adquiridos a partir del análisis de CG, se determinó la composición de un policarbonato diol.

30

## 3. Determinación del peso molecular promedio en número de un policarbonato diol

El peso molecular promedio en número de un policarbonato diol se determinó mediante la utilización de anhídrido acético y piridina, determinando el índice de hidroxilo (valor de OH) por el "método de titulación de neutralización (JIS K0070-1992)" que implica la valoración con una solución etanólica de hidróxido de potasio, y el cálculo del peso molecular promedio en número mediante la siguiente expresión (2).

35

Peso molecular promedio en número =  $2/(\text{valor de OH} \times 10^{-3}/56,1) \dots (2)$

#### 4. Confirmación del estado de una composición de policarbonato diol

5 Una composición de policarbonato diol calentada a 80°C se puso en una botella de muestra transparente, y se observó visualmente el estado de la composición que se enfrió a temperatura ambiente. El caso en el que la composición fue transparente y mostró una mínima fluidez cuando la botella se inclinaba se indicó como líquido; y el caso en el que la composición no era transparente, o el caso en que el estado de la misma no cambió incluso si la botella se inclinó, y ambos casos simultáneamente se indicaron como sólido.

#### 5. Determinación de la proporción de grupos OH terminales

La proporción de grupos OH terminal de un policarbonato diol se determinó tal como se describe a continuación. En primer lugar, se pesaron de 70 g a 100 g del policarbonato diol en un matraz de recuperación de 300 ml. Se calentó el policarbonato diol en el matraz de recuperación y se agitó a una presión de 0,4 KPa o menor a una temperatura de aproximadamente 180°C mediante la utilización de un evaporador rotatorio al que se conecta un bulbo trampa para la recuperación de destilado, para obtener de este modo en el bulbo trampa un destilado correspondiente a aproximadamente del 1 al 2% en peso del policarbonato diol, es decir, aproximadamente 1 g (0,7 a 2 g) de un destilado inicial. El destilado obtenido se disolvió en aproximadamente 100 g (95 a 105 g) de etanol, y se recuperó como una solución. La solución recuperada se sometió a un análisis de cromatografía de gases (en lo sucesivo, también denominado como "análisis de CG"), y se calculó la proporción de grupos OH terminales en el policarbonato diol mediante la siguiente expresión (1) a partir de los valores de áreas de los picos en un cromatógrafo adquiridas mediante el análisis de cromatografía de gases de la solución recuperada. En este método, el análisis CG se llevó a cabo utilizando un cromatógrafo de gases 6890 (fabricado por Hewlett-Packard Development Co., Estados Unidos) con un DB-WAX (fabricado por J & W Scientific Inc., Estados Unidos) de 30 m y 0,25  $\mu$ m de espesor de la membrana como su columna, y utilizando un detector de ionización de llama (FID) como detector. El perfil de aumento de temperatura de la columna fue de manera que la temperatura se elevó a partir de 60°C a 10°C/min hasta 250°C, y posteriormente la temperatura se mantuvo durante 15 min. La identificación de cada pico en el análisis CG se llevó a cabo utilizando el siguiente instrumento CG-EM. El instrumento utiliza un CG 6890 (fabricado por Hewlett-Packard Development Co.) con un DB-WAX (fabricado por J & W Scientific Inc.) como su columna. En el instrumento de CG, la medición se llevó a cabo elevando la temperatura desde una

temperatura inicial de 40°C a una velocidad de aumento de temperatura de 10°C/min hasta 220°C. El instrumento utiliza un EM Auto-massSUN (JEOL Corp., Japón). En el instrumento de EM, la medición se llevó a cabo a un voltaje de ionización de 70 eV, en un rango de barrido de m/z de 10 a 500, y a una ganancia de fotomultiplicador de 450 V.

5

Proporción de grupos OH terminales (%) =  $B/A \times 100 \dots (1)$

A: la suma total de áreas de los picos de alcoholes (excluyendo etanol) incluyendo dioles

B: la suma total de áreas de los picos de los dioles

10 6. Análisis de los elementos contenidos mediante un plasma de acoplamiento inductivo

Cada elemento contenido en una composición de policarbonato diol se analizó tal como se describe a continuación. En primer lugar, se pesó una muestra en un recipiente de descomposición hecho de teflón; y se añadió ácido nítrico de elevada pureza (fabricado por Kanto Chemical Co., Inc.), y la muestra se descompuso utilizando un aparato de descomposición de microondas (fabricada por Milestone General K.K., TC ETHOS). La muestra se descompuso totalmente, y un líquido descompuesto obtenido fue transparente e incoloro. Se añadió agua pura al líquido descompuesto para de ese modo preparar un líquido de ensayo. Para el líquido de ensayo obtenido, se determinó cada elemento cuantitativamente en base al líquido estándar de cada elemento mediante la utilización de un instrumento de análisis de plasma acoplado inductivamente (fabricado por Thermo Fisher Scientific K. K., iCAP6300 Duo).

15

20

7. Lisura de una película de recubrimiento

Para una película de recubrimiento obtenida a partir de una composición de policarbonato diol, la amplitud ( $\mu\text{m}$ ) de las irregularidades de su superficie se determinó utilizando un microscopio láser (fabricado por Olympus Corp., OLS4100). La lisura se indicó como una proporción de amplitudes en la que se tomó como 1 la amplitud de una película de recubrimiento obtenida en el ejemplo de aplicación comparativo 2.

25

30 8. Resistencia a los ácidos de una película de recubrimiento

Para una película de recubrimiento obtenida a partir de una composición de policarbonato diol, se evaluó visualmente la apariencia de la película de recubrimiento después de haber sido sumergida en una solución acuosa de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 mol/l durante 24 horas a temperatura ambiente. La resistencia a los ácidos de la película de recubrimiento se determinó por clasificación del grado y la cantidad de fallos de 0 a 5 según la norma JIS K5600-8-1.

35

9. Resistencia a los álcalis de una película de recubrimiento

Para una película de recubrimiento obtenida a partir de una composición de policarbonato diol, se evaluó visualmente la apariencia de la película de recubrimiento después de haber sido sumergida en una solución acuosa de NaOH 0,1 mol/l durante 24 horas a temperatura ambiente. La resistencia a los álcalis de la película de recubrimiento se determinó por clasificación del grado y la cantidad de fallos de 0 a 5 según la norma JIS K5600-8-1.

10. Resistencia al etanol de una película de recubrimiento

Para una película de recubrimiento obtenida a partir de una composición de policarbonato diol, se evaluó visualmente la apariencia de la película de recubrimiento después de haber sido sumergida en una solución acuosa de EtOH 50% durante 4 horas a temperatura ambiente. La resistencia al etanol de la película de recubrimiento se determinó por clasificación del grado y la cantidad de fallos de 0 a 5 según la norma JIS K5600-8-1.

11. Transparencia de una película de recubrimiento

Una película de recubrimiento obtenida a partir de una composición de policarbonato diol se sumergió en agua destilada a 90°C durante 1 semana. Después de esto, la humedad se secó de la película de recubrimiento, y la película de recubrimiento fue envejecida en una cámara termostática a 23°C, 50% de humedad relativa durante 3 días. La transparencia de la película de recubrimiento se determinó mediante la determinación de las transmitancias de luz total de la película de recubrimiento antes y después de la inmersión según la norma JIS K7105.

$$\text{Transparencia} = F/E \times 100 \dots (3)$$

E: Transmitancia de luz total de la película de recubrimiento antes de la inmersión (%)

F: Transmitancia de luz total de la película de recubrimiento después de la inmersión (%)

12. Adhesividad de una película de recubrimiento

La adhesividad de la película de recubrimiento se evaluó mediante la clasificación en 6 grados de 0 a 5 según la norma JIS K5600-5-6 (método de corte transversal) utilizando la película de recubrimiento obtenida a partir de una composición de policarbonato diol.

13. Propiedades mecánicas de una película de poliuretano

Una película de poliuretano obtenida a partir de una composición de policarbonato diol fue cortada en forma de tira de 10 mm x 80 mm, y se envejeció en una cámara termostática a 23°C 50% HR durante 3 días para de este modo preparar una muestra de ensayo. La

muestra de ensayo obtenida se ensayó para determinar la resistencia a la rotura (unidad: MPa) y el alargamiento de rotura (unidad: %) con una distancia entre mandriles de 50 mm y a una velocidad de tracción de 100 mm/min utilizando un medidor de tracción Tensilon (fabricado por Orientec Co., Ltd., RTC-1250A).

5

#### 14. Resistencia al aceite de una película de poliuretano

Una película de poliuretano obtenida a partir de una composición de policarbonato diol fue cortada en forma de tira de 10 mm x 80 mm para de este modo obtener una muestra de ensayo. Se adhirieron 0,1 g de ácido oleico a la muestra de ensayo obtenida, y la muestra de ensayo se dejó a 20°C durante 24 horas, y se evaluó visualmente la apariencia de los mismos. La resistencia al aceite se determinó indicando el grado y la cantidad de fallos de 0 a 5 según la norma JIS K5600-8-1.

#### 15. Medición de la cantidad de humedad en una composición de policarbonato diol

La cantidad de humedad en una composición de policarbonato diol se midió por un método de análisis volumétrico según la norma JIS K0068 mediante la utilización de un instrumento de medición de humedad (modelo: KF-100, fabricado por Mitsubishi Chemical Analytech Co., Ltd.).

#### 16. Determinación cuantitativa de compuestos de éter cíclicos en una composición de policarbonato diol

La cantidad de compuestos de éter cíclicos en una composición de policarbonato diol se determinó tal como se describe a continuación. Se pesaron exactamente 2 g de una muestra y se pusieron en un vial de 20 ml, que posteriormente se selló. El vial se calentó a 100°C durante 3 horas; y se recogió 1 ml de una fase gaseosa en su interior mediante una jeringa hermética a los gases calentada a 100°C, y se midió mediante CG/EM. El instrumento fue un CG 7890A (fabricado por Agilent Technologies, Inc.) y se utiliza como su columna un Equity-1 (fabricado por Sigma-Aldrich Corp.) de 30 m y 0,25  $\mu$ m de grosor de la membrana. El perfil de aumento de temperatura fue de manera que la temperatura se mantuvo a 40°C durante 7 min, se elevó a partir de este momento a 10°C/min hasta 280°C, y posteriormente la temperatura se mantuvo durante 5 min. El instrumento de EM utilizado fue un Jms-Q1000CG (fabricado por JEOL Ltd.), y la medición se llevó a cabo a un voltaje de ionización de 70 eV, en un rango de barrido de m/z de 10 a 500, y a una ganancia de fotomultiplicador de 1300 V. La determinación cuantitativa se llevó a cabo mediante la preparación de una curva de calibración utilizando 1-butanol.



Cantidad de compuestos de éter cíclicos (ppm) =  $G/H \times 1000 \dots (4)$

G: suma total de compuestos de éter cíclico (mg)

H: cantidad de la muestra (g)

5 17. Determinación del número de color de una composición de policarbonato diol

El número de color de una composición de policarbonato diol se determinó según la norma JIS K0071-1 mediante la utilización de un tubo colorimétrico.

18. Propiedad de flujo de un poliuretano termoplástico

10 Un poliuretano termoplástico se midió utilizando un reómetro capilar (Capillograph 1D, fabricado por Toyo Seiki Seisaku-sho Ltd.) en las condiciones de una velocidad de aumento de temperatura  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , utilizando una matriz de  $1 \text{ mm}\varnothing \times 10 \text{ mL}$ , y una carga de  $5,5 \text{ MPa}$  según la norma JIS K7199 para adquirir de esta manera una curva de temperatura  $[\text{C}]$  - viscosidad  $[\text{dPa}\cdot\text{s}]$ . En base a una temperatura de flujo incipiente  $[\text{C}]$  del poliuretano termoplástico, y una proporción de viscosidad de la misma (véase la siguiente expresión (5))  
15 a la temperatura de flujo incipiente y una viscosidad de la misma a la temperatura de flujo incipiente  $+10^{\circ}\text{C}$ , se evaluó la propiedad de flujo del poliuretano termoplástico. La propiedad de flujo se evaluó de tal manera que cuanto mayor es la temperatura de flujo incipiente y más baja es la relación de viscosidades, más difícilmente se produce el bloqueo y mejor  
20 será la capacidad de moldeo.

Relación de viscosidad = (viscosidad del poliuretano termoplástico a la temperatura de flujo incipiente  $+ 10^{\circ}\text{C}$ ) / (viscosidad de la misma a la temperatura de flujo incipiente)  $\dots (5)$

25 [Ejemplo 1]

Se cargaron  $640 \text{ g}$  ( $7,3 \text{ mol}$ ) de carbonato de etileno,  $400 \text{ g}$  ( $3,9 \text{ mol}$ ) de 1,5-pentanodiol y  $410 \text{ g}$  ( $3,5 \text{ mol}$ ) de 1,6-hexanodiol en un matraz de vidrio de  $2 \text{ L}$  equipado con un tubo de rectificación empaquetado con rellenos estructurados y un aparato de agitación. Se añadieron adicionalmente  $0,35 \text{ g}$  de tetraisopropóxido de titanio como catalizador al matraz,  
30 y se agitó la mezcla en el matraz y se calentó a presión normal para iniciar de este modo la reacción. La temperatura inicial de reacción se fijó en  $140^{\circ}\text{C}$ , y la reacción se llevó a cabo a la temperatura durante  $15 \text{ horas}$ . A continuación, la reacción se llevó a cabo a la vez que la temperatura de reacción se elevó gradualmente hasta  $160^{\circ}\text{C}$  durante  $15 \text{ horas}$ , y a la vez que se separó por destilación una mezcla de etilenglicol y carbonato de etileno producido. A  
35 continuación, la presión en el matraz se redujo a  $10 \text{ KPa}$ , y la reacción se llevó a cabo adicionalmente a  $164^{\circ}\text{C}$  durante  $15 \text{ horas}$ , a la vez que se separaba por destilación una

mezcla de dioles y carbonato de etileno. A continuación, se añadió 0,39 g de fosfato ácido de 2-etilhexilo como un compuesto de fósforo al matraz, y la mezcla en el matraz se calentó a 120°C durante 5 horas para obtener de ese modo un policarbonato diol. Se añadieron 2 g de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso en el que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 500 g del policarbonato diol obtenido, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-1. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

#### [Ejemplo 2]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 1, a excepción de que se cambió la cantidad de adición de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 0,5 g. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-2. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

#### [Ejemplo 3]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 1, a excepción de que se cambió la cantidad de adición de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 11 g. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-3. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

#### [Ejemplo 4]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 1, a excepción de que se cambió la cantidad de adición de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a

20,5 g. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-4. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

#### [Ejemplo Comparativo 1]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 1, a excepción de que se cambió la cantidad de adición de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 26 g. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-21. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

#### [Ejemplo 5]

Se cargaron 550 g (6,1 mol) de carbonato de dimetilo, 400 g (3,9 mol) de 1,5-pentanodiol y 460 g (3,9 mol) de 1,6-hexanodiol en un matraz de vidrio de 2 l equipado con un tubo de rectificación empaquetado con rellenos estructurados y un aparato de agitación. Se añadieron adicionalmente 0,50 g de tetraisopropóxido de titanio como catalizador al matraz, y se agitó la mezcla en el matraz y se calentó a presión normal para iniciar de este modo la reacción. La temperatura inicial de reacción se fijó en 140°C, y la reacción se llevó a cabo a esta temperatura durante 20 horas. A continuación, la reacción se llevó a cabo a la vez que la temperatura de reacción se elevó gradualmente hasta 160°C durante 15 horas, y a la vez que se separaba por destilación una mezcla de metanol y carbonato de metilo producidos. A continuación, la presión en el matraz se redujo a 11 KPa, y la reacción se llevó a cabo adicionalmente a 165°C durante 20 horas, a la vez que se separaba por destilación una mezcla de dioles y carbonato de metilo. A continuación, se añadieron 0,55 g de fosfato ácido de 2-etilhexilo como un compuesto de fósforo al matraz, y la mezcla en el matraz se calentó a 120°C durante 5 horas para obtener de ese modo un policarbonato diol. Se añadieron 5,5 g de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso en el que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 500 g del policarbonato diol obtenido, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-5. El

policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1. Además, PC-5 tenía una cantidad de humedad de 41 ppm, un contenido tetrahidropirano de 0,9 ppm y un contenido oxepano de 0,04 ppm, y tenían un número de color de 10.

#### [Ejemplo Comparativo 2]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, a excepción de que se cambió la cantidad de adición de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 0,1 g. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-22. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

#### [Ejemplo 6]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, a excepción de que se cambió la cantidad de adición de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 0,25 g. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-6. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

#### [Ejemplo 7]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, a excepción de que se cambió la cantidad de adición de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 0,3 g. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-7. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

## [Ejemplo Comparativo 3]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, excepto por la adición de 9,5 g de 1,3,10,12-tetraoxaciclooctadecano-2,11-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B) ,  $l = 6$  y  $m = 6$ ) como un compuesto de carbonato. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-23. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

10

## [Ejemplo 8]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, excepto por la adición de 0,5 g de 1,3,11,13-tetraoxaciclohenicosano-2,12-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B) ,  $l = 7$  y  $m = 8$ ) como un compuesto de carbonato. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-8. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

20

## [Ejemplo 9]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, excepto por la adición de 0,5 g de 1,3,6,8-tetraoxacicloundecano-2,7-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B) ,  $l = 2$  y  $m = 3$ ) como un compuesto de carbonato. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-9. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

30

## [Ejemplo Comparativo 4]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, excepto por la adición de 0,5 g de 1,3,19,21-tetraoxacicloheptatriacontano-2,20-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B) ,  $l = 15$  y  $m = 16$ ) como un compuesto de carbonato. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como

35

PC-24. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

5 [Ejemplo 10]

Se cargaron 820 g (7,0 mol) de carbonato de dietilo, 350 g (3,4 mol) de 1,5-pentanodiol y 420 g (3,6 mol) de 1,6-hexanodiol en un matraz de vidrio de 2 L equipado con un tubo de rectificación empaquetado con rellenos estructurados y un aparato de agitación. Se añadieron adicionalmente 0,30 g de tetraisopropóxido de titanio como catalizador al matraz, y se agitó la mezcla en el matraz y se calentó a presión normal para iniciar de este modo la reacción. La temperatura inicial de reacción se fijó en 140°C, y la reacción se llevó a cabo a esta temperatura durante 20 horas. A continuación, la reacción se lleva a cabo a la vez que la temperatura de reacción se elevaba gradualmente hasta 160°C durante 15 horas, y a la vez que una mezcla de etanol y el carbonato de dietilo producidos se separaba por destilación. A continuación, la presión en el matraz se redujo a 13 KPa, y la reacción se llevó a cabo adicionalmente a 160°C durante 25 horas a la vez que se retiraban por destilación dioles y carbonato de dietilo. A continuación, se añadió 0,33 g de fosfato ácido de 2-etilhexilo como compuesto de fósforo al matraz, y la mezcla en el matraz se calentó a 120°C durante 5 horas para obtener de este modo un policarbonato diol. Se añadieron 2 g de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso en el que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 500 g del policarbonato diol obtenido, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-10. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

[Ejemplo 11]

30 Se obtuvo un policarbonato diol por la reacción en las mismas condiciones mismo método que en el ejemplo 10, a excepción de cambiar la cantidad de adición de carbonato de dietilo a 860 g (7,3 mol). Se añadieron 2 g de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso en el que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 500 g del policarbonato diol obtenido, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol

se abrevia como PC-11. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

5 [Ejemplo 12]

Se cargaron 670 g (7,6 mol) de carbonato de etileno, 400 g (3,9 mol) de 1,5-pentanodiol y 450 g (3,8 mol) de 3-metil-1,5-pentanodiol en un matraz de vidrio de 2 L equipado con un tubo de rectificación empaquetado con rellenos estructurados y un aparato de agitación. Se añadieron adicionalmente 0,10 g de tetraisopropóxido de titanio como catalizador al matraz, y se agitó la mezcla en el matraz y se calentó a presión normal para iniciar de este modo la reacción. La temperatura inicial de reacción se fijó en 140°C, y la reacción se llevó a cabo a esta temperatura durante 18 horas. A continuación, la reacción se lleva a cabo a la vez que la temperatura de reacción se elevaba gradualmente hasta 160°C durante 15 horas, y a la vez que se separaba por destilación una mezcla de etilen glicol y carbonato de etileno. A continuación, la presión en el matraz se redujo a 10 KPa, y la reacción se llevó a cabo adicionalmente a 165°C durante 15 horas, a la vez que se separaba por destilación una mezcla de dioles y carbonato de etileno. A continuación, se añadió 0,11 g de fosfato ácido de 2-etilhexilo como un compuesto de fósforo al matraz, y se calentó la mezcla en el matraz a 120°C durante 5 horas para obtener de ese modo un policarbonato diol. Se añadieron 2 g de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso en el que en la fórmula (B), l = 5 y m = 6) a 500 g del policarbonato diol obtenido, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-12. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

[Ejemplo 13]

30 Se cargaron 450 g (5,0 mol) de carbonato de dimetilo y 1,000 g (6,2 mol) de 1,9-nonanodiol, en un matraz de vidrio de 2 L equipado con un tubo de rectificación empaquetado con rellenos estructurados y un aparato de agitación. Se añadió adicionalmente 0,90 g de tetraisopropóxido de titanio como catalizador al matraz, y la mezcla en el matraz se agitó y se calentó a presión normal para iniciar de este modo la reacción. La temperatura inicial de reacción se fijó en 140°C, y la reacción se llevó a cabo a esta temperatura durante 15 horas. A continuación, la reacción se llevó a cabo a la vez que la temperatura de reacción se elevó

gradualmente hasta 160°C durante 13 horas, y a la vez que se separaba por destilación una mezcla de metanol y carbonato de dimetilo producidos. A continuación, la presión en el matraz se redujo a 13 KPa, y la reacción se llevó a cabo adicionalmente a 162°C durante 18 horas a la vez que se separaban por destilación dioles y carbonato de dimetilo. A continuación, se añadió 1,0 g de fosfato de mono-2-etilhexilo como un compuesto de fósforo al matraz, y la mezcla en el matraz se calentó a 120°C durante 5 horas para obtener de ese modo un policarbonato diol. Se añadieron 5,5 g de 1,3,8,10-tetraoxaciclopentadecano-2,9-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 4$  y  $m = 5$ ) a 500 g del policarbonato diol obtenido, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-13. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

15

## [Ejemplo 14]

Se cargaron 650 g (7,4 mol) de carbonato de etileno, 410 g (4,6 mol) de 1,4-butanodiol y 300 g (2,9 mol) de 1,5-pentanodiol en un matraz de vidrio de 2 L equipado con un tubo de rectificación empaquetado con rellenos estructurados y un aparato de agitación. Se añadieron adicionalmente 0,6 g de tetraisopropóxido de titanio como catalizador al matraz, y se agitó y se calentó la mezcla en el matraz a presión normal para iniciar de este modo la reacción. La temperatura inicial de reacción se fijó en 140°C, y la reacción se llevó a cabo a esta temperatura durante 15 horas. A continuación, la reacción se llevó a cabo a la vez que la temperatura de reacción se elevaba gradualmente hasta 160°C durante 15 horas, y a la vez que se separaba por destilación una mezcla de etilenglicol y carbonato de etileno producidos. A continuación, la presión en el matraz se redujo a 10 KPa, y la reacción se llevó a cabo posteriormente a 166°C durante 15 horas, a la vez que se separaba por destilación una mezcla de dioles y carbonato de etileno. A continuación, se añadieron 0,67 g de fosfato ácido de 2-etilhexilo como un compuesto de fósforo al matraz, y la mezcla en el matraz se calentó a 120°C durante 5 horas para obtener de ese modo un policarbonato diol. Se añadieron 1,52 g de 1,3,8,10-tetraoxaciclopentadecano-2,9-diona (un compuesto de carbonato en el caso en el que en la fórmula (B),  $l = 4$  y  $m = 5$ ) a 500 g del policarbonato obtenido diol, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-14. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la

35



fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

[Ejemplo 15]

5 Se cargaron 630 g (7,2 mol) de carbonato de etileno, 140 g (1,6 mol) de 1,4-butanodiol y 670 g (6,7 mol) de 1,6-hexanodiol en un matraz de vidrio de 2 L equipado con un tubo de rectificación empaquetado con rellenos estructurados y un aparato de agitación. Se añadieron adicionalmente 0,3 g de fosfato ácido de 2-etilhexilo como un catalizador al matraz, y la mezcla en el matraz se agitó y se calentó a presión normal para iniciar de ese modo la reacción. La temperatura inicial de reacción se fijó en 140°C, y la reacción se llevó a cabo a esta temperatura durante 15 horas. A continuación, la reacción se llevó a cabo a la vez que la temperatura de reacción se elevó gradualmente hasta 160°C durante 13 horas, y a la vez que se separaba por destilación una mezcla de etilenglicol y carbonato de etileno producidos. A continuación, la presión en el matraz se redujo a 10 KPa, y la reacción se llevó a cabo adicionalmente en 164°C durante 15 horas, a la vez que se separaba por destilación una mezcla de dioles y carbonato de etileno. A continuación, se añadieron 0,33 g de fosfato ácido de 2-etilhexilo como un compuesto de fósforo al matraz, y la mezcla en el matraz se calentó a 120°C durante 5 horas para obtener de ese modo un policarbonato diol. Se añadieron 2,0 g de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 500 g del policarbonato diol obtenido, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-15. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

[Ejemplo Comparativo 5]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, excepto por la adición de 0,5 g de 5-metil-1,3-dioxan-2-ona en lugar del compuesto de carbonato representado por la fórmula (B). Se analizó la composición del policarbonato diol obtenido y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-25. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

## [Ejemplo comparativo 6]

Se cargaron 640 g (7,3 mol) de carbonato de etileno, 400 g (3,9 mol) de 1,5-pentanodiol y 410 g (3,5 mol) de 1,6-hexanodiol en un matraz de vidrio de 2 L equipado con un tubo de rectificación empaquetado con rellenos estructurados y un aparato de agitación. Se añadieron adicionalmente 0,50 g de tetraisopropóxido de titanio como catalizador al matraz, y se agitó y se calentó la mezcla en el matraz a presión normal para iniciar de este modo la reacción. La temperatura inicial de reacción se fijó en 135°C, y la reacción se llevó a cabo a esta temperatura durante 22 horas. A continuación, la reacción se llevó a cabo a la vez que la temperatura de reacción se elevaba gradualmente hasta 155°C durante 20 horas, y a la vez que se separaban por destilación una mezcla de etilenglicol y carbonato de etileno producidos. A continuación, la presión en el matraz se redujo a 7 KPa, y la reacción se llevó a cabo adicionalmente a 158°C durante 25 horas, a la vez que se separaba por destilación una mezcla de dioles y carbonato de etileno. A continuación, se añadieron 0,55 g de fosfato ácido de 2-etilhexilo como un compuesto de fósforo al matraz, y se calentó la mezcla en el matraz a 120°C durante 5 horas para obtener de ese modo un policarbonato diol. Se añadieron 0,1 g de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 500 g del policarbonato diol obtenido, y se agitaron a 100°C durante 5 horas para obtener de este modo una composición de policarbonato diol. Se analizó la composición de policarbonato diol obtenida y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-26.

## [Ejemplo 16]

Una composición de policarbonato diol se obtiene por el mismo método que en el ejemplo comparativo 6, excepto por el cambio de la cantidad de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B),  $l = 5$  y  $m = 6$ ) a 1,5 g. Se analizó la composición diol policarbonato obtenido y su resultado se muestra en la Tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-16. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

## [Ejemplo comparativo 7]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo comparativo 6, excepto por la adición de 13 g de 1,3,9,11,17,19-hexaoxaciclopentacosano-2,10,18-triona (un compuesto de carbonato en el caso en el que en la fórmula (H)  $i = 5$  y  $k =$

6) y 13,5 g de 1,3,9,11,18,20-hexaoxaciclohexacosano-2,10,19-triona (un compuesto de carbonato en el caso en que en la fórmula (H)  $i = 6$  y  $k = 5$ ), además de la 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B)  $l = 5$  y  $m = 6$ ). Se analizó la composición de policarbonato diol obtenido y su resultado se muestra en la tabla 1. La composición de policarbonato diol se abrevia como PC-27.

[Ejemplo 17]

Se obtuvo una composición de policarbonato diol por el mismo método que en el ejemplo 5, excepto por la adición de 0,4 g de 1,3,10,12-tetraoxaciclooctadecano-2,11-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (I)  $r = 6$ ), además de 5,5 g de 1,3,9,11-tetraoxacicloheptadecano-2,10-diona (un compuesto de carbonato en el caso de que en la fórmula (B)  $l = 5$  y  $m = 6$ ). Se analizó la composición de policarbonato diol obtenido y su resultado se muestra en la tabla 1. Esta composición de policarbonato diol se abrevia como PC-17. El policarbonato diol obtenido tenía unidades repetitivas representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y R en cada unidad de repetición y la proporción de R fueron tal como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1

	Compuesto de carbonato		Formulario (H)		Contenido de Titanio % en peso	Contenido en fósforo % en peso	Policarbonato Diol PM promedio en número	Terminal OH %	Formula (A) R %	Estado
	Formula (B) l	Contenido % en peso	i	k						
Ejemplo 1	5	0.43	5	6	0.009	0.0088	2006	99,9	C5 52	líquido
Ejemplo 2	5	0.13	5	6	0.009	0.0088	2006	99,9	C5 52	líquido
Ejemplo 3	5	2,23	5	6	0.009	0.0088	2006	99,9	C5 52	líquido
Ejemplo 4	5	4,13	5	6	0.009	0.0088	2006	99,9	C5 52	líquido
Ejemplo 5	5	1,11	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo 6	5	0,06	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo 7	5	0,07	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo 8	5	0,01	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo 9	5	0,01	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo 10	5	0,41	5	6	0.0071	0.0069	2013	97,8	C5 48	líquido
Ejemplo 11	5	0,41	5	6	0.0069	0.0067	2003	95,3	C5 48	líquido
Ejemplo 12	5	0,43	5	6	0.0035	0.0034	1892	99,7	C5 50	líquido
Ejemplo 13	4	1,1	-	-	0.0232	0.0225	1998	98,4	MP 50	líquido
Ejemplo 14	4	0,32	4	5	0.0165	0.016	2002	99,8	C4 60	líquido
Ejemplo 15	5	0,40	4	6	0.0078	0.0076	1893	99,8	C4 20	sólido
Ejemplo 16	5	0,3	5	6	0.0129	0.0125	2002	99,9	C5 52	líquido
Ejemplo 17	5	1,11	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo comparativo 1	5	0,08	5	6	0.009	0.0088	2006	99,9	C5 52	líquido
Ejemplo comparativo 2	5	0,03	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo comparativo 3	5	0,01	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo comparativo 4	5	0,01	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo comparativo 5	5	0,1	5	6	0.0133	0.0129	1994	98,2	C5 49	líquido
Ejemplo comparativo 6	5	0,02	5	6	0.0129	0.0125	2002	99,9	C5 52	líquido
Ejemplo comparativo 7	5	0,02	5	6	0.0129	0.0125	2002	99,9	C5 52	líquido

\* En la tabla 1, C4, C5, C6 representa (CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>, (CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>, (CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub> en orden; MP representa (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> CH(CH<sub>3</sub>) (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>; y mpc representa 5-metil-1,3-dioxan-2-ona

[Ejemplo de aplicación 1]

Se mezclaron 40 g de la composición de policarbonato diol PC-1, 0,75 g de BYK-331 (fabricado por BYK Chemie GmbH) como un agente de nivelación, 1,25 g de una solución en la que se disolvió dilaurato de dibutilestano de modo que fuera del 2% en peso en un diluyente (xileno/acetato de butilo = 70/30 (en proporción en peso)), y 40 g del diluyente y se agitaron para obtener de este modo una base de recubrimiento. Se añadieron 7,5 g de un poliisocianato orgánico (Duranate TPA-100, fabricado por Asahi Kasei Chemicals Corp., contenido de isocianato (NCO): 23,1%) como un endurecedor a la base de recubrimiento obtenida para preparar de este modo un líquido de recubrimiento. El líquido de recubrimiento se pulverizó y se aplicó en una placa de resina de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS); y después de que el diluyente se evaporara a temperatura ambiente durante 2 horas, el líquido de recubrimiento se curó térmicamente a 80°C durante 2 horas para obtener de este modo una película de recubrimiento. Se evaluaron las propiedades físicas de la película de recubrimiento. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 2.

15

[Ejemplos de aplicación 2-17]

Se obtuvieron películas de recubrimiento tal como en el ejemplo de aplicación 1, excepto por la utilización de PC-2 a 17 como la composición de policarbonato diol. Se evaluaron las propiedades físicas de las películas de recubrimiento. Los resultados de las evaluaciones se muestran en la Tabla 2.

20

[Ejemplos de aplicación comparativos 1-7]

Se obtuvieron películas de recubrimiento tal como en el ejemplo de aplicación 1, excepto por la utilización de PC-21 a 27 como la composición de policarbonato diol. Se evaluaron las propiedades físicas de las películas de recubrimiento. Los resultados de las evaluaciones se muestran en la tabla 2.

25

Tabla 2

	Composición de policarbonato diol utilizada	Lisura	Resistencia a ácido	Resistencia a álcali	Resistencia a etanol	Transparencia	Adhesividad	Notas
Ejemplo de aplicación 1	PC-1	0,1	0	0	0	98	0	
Ejemplo de aplicación 2	PC-2	0,1	0	0	0	99	0	
Ejemplo de aplicación 3	PC-3	0,1	1	1	1	94	0	
Ejemplo de aplicación 4	PC-4	0,1	1	1	1	89	1	
Ejemplo de aplicación 5	PC-5	0,1	0	0	0	97	0	
Ejemplo de aplicación 6	PC-6	0,6	0	0	0	88	2	
Ejemplo de aplicación 7	PC-7	0,4	0	0	0	92	1	
Ejemplo de aplicación 8	PC-8	0,2	1	1	1	97	1	
Ejemplo de aplicación 9	PC-9	0,4	0	0	0	97	1	
Ejemplo de aplicación 10	PC-10	0,2	1	1	1	91	0	
Ejemplo de aplicación 11	PC-11	0,2	2	2	2	85	0	
Ejemplo de aplicación 12	PC-12	0,1	1	1	1	96	1	
Ejemplo de aplicación 13	PC-13	0,2	1	1	1	86	1	Después del recubrimiento, la película de recubrimiento provocó turbidez
Ejemplo de aplicación 14	PC-14	0,1	0	0	0	97	0	
Ejemplo de aplicación 15	PC-15	0,3	0	0	0	91	1	Después del recubrimiento, la película de recubrimiento provocó turbidez
Ejemplo de aplicación 16	PC-16	0,1	0	0	0	98	2	
Ejemplo de aplicación 17	PC-17	0,1	0	0	0	92	0	
Ejemplo comparativo de aplicación 1	PC-21	0,6	3	3	3	78	2	Se mostró exudación
Ejemplo comparativo de aplicación 2	PC-22	1	3	3	3	80	3	
Ejemplo comparativo de aplicación 3	PC-23	0,2	2	2	2	76	2	Después del recubrimiento, la película de recubrimiento provocó turbidez
Ejemplo comparativo de aplicación 4	PC-24	0,9	3	3	3	77	3	
Ejemplo comparativo de aplicación 5	PC-25	0,8	3	3	3	82	3	
Ejemplo comparativo de aplicación 6	PC-26	1,1	3	3	3	87	3	
Ejemplo comparativo de aplicación 7	PC-27	1,3	3	3	3	83	2	

[Ejemplo de aplicación 18]

Se cargaron 200 g de PC-1 obtenido en el ejemplo 1, 34 g de hexameten diisocianato y 0,02 g de dilaurato de dibutilestano como catalizador, en un reactor con un aparato de  
5 agitaci3n, un term3metro y un tubo de enfriamiento, y se dej3 reaccionar a 70° C durante 5 horas para obtener de ese modo un prepol3mero de uretano que tiene grupos isocianato (NCO) terminales. Se a~adieron 600 g de dimetilformamida como disolvente al prepol3mero de uretano para obtener de este modo una soluci3n. A continuaci3n, se a~adieron 17 g de isoforondiamina como un extendedor de cadena a la soluci3n obtenida, y se agit3 a 35°C  
10 durante 1 hora para obtener de este modo una soluci3n de resina de poliuretano. La soluci3n de resina de poliuretano obtenida se conform3 sobre una placa de vidrio, se dej3 a temperatura ambiente durante 30 min para evaporar el disolvente, y se coloc3 y se sec3 en un secador a 100°C durante 2 horas para obtener de este modo una pel3cula de poliuretano. Se evaluaron las propiedades f3sicas de la pel3cula de poliuretano. Los resultados de la  
15 evaluaci3n se muestran en la tabla 3.

[Ejemplos de aplicaci3n 19 a 34]

Se obtuvieron pel3culas de poliuretano tal como en el ejemplo de aplicaci3n 16, excepto por la utilizaci3n PC-2 a 17 como la composici3n de policarbonato diol. Se evaluaron las  
20 propiedades f3sicas de las pel3culas de poliuretano. Los resultados de las evaluaciones se muestran en la tabla 3.

[Ejemplos comparativos de aplicaci3n 8 a 14]

Se obtuvieron pel3culas de poliuretano tal como en el ejemplo de aplicaci3n 16, excepto por  
25 la utilizaci3n PC-2 a 17 como la composici3n de policarbonato diol. Se evaluaron las propiedades f3sicas de las pel3culas de poliuretano. Los resultados de las evaluaciones se muestran en la tabla 3.

Tabla 3

	Composición de policarbonato diol utilizada	Resistencia	Elongación	Resistencia al aceite
		MPa	%	
Ejemplo de aplicación 18	PC-1	5,1	590	0
Ejemplo de aplicación 19	PC-2	5,0	600	0
Ejemplo de aplicación 20	PC-3	4,8	530	1
Ejemplo de aplicación 21	PC-4	4,5	490	1
Ejemplo de aplicación 22	PC-5	4,9	620	0
Ejemplo de aplicación 23	PC-6	5,0	580	0
Ejemplo de aplicación 24	PC-7	4,8	600	0
Ejemplo de aplicación 25	PC-8	4,8	560	1
Ejemplo de aplicación 26	PC-9	4,9	590	1
Ejemplo de aplicación 27	PC-10	4,2	510	1
Ejemplo de aplicación 28	PC-11	3,8	500	1
Ejemplo de aplicación 29	PC-12	4,6	530	1
Ejemplo de aplicación 30	PC-13	4,1	490	1
Ejemplo de aplicación 31	PC-14	4,9	620	0
Ejemplo de aplicación 32	PC-15	4,8	520	1
Ejemplo de aplicación 33	PC-16	5,0	610	0
Ejemplo de aplicación 34	PC-17	5,1	600	0
Ejemplo comparativo de aplicación 8	PC-21	3,1	310	3
Ejemplo comparativo de aplicación 9	PC-22	5,0	580	1
Ejemplo comparativo de aplicación 10	PC-23	4,8	570	1
Ejemplo comparativo de aplicación 11	PC-24	4,3	500	3
Ejemplo comparativo de aplicación 12	PC-25	4,9	580	1
Ejemplo comparativo de aplicación 13	PC-26	4,9	560	0
Ejemplo comparativo de aplicación 14	PC-27	4,2	530	1

[Ejemplo de aplicación 35]

5 Se cargaron 800 g de PC-5 obtenido en el Ejemplo 5, y 25 g de hexametileno diisocianato en un reactor con un aparato de agitación, un termómetro y un tubo de refrigeración, y se dejaron reaccionar a 100°C durante 4 horas para obtener de este modo un prepolímero de uretano que tiene grupos isocianato (NCO) terminales. Se añadieron 107 g de 1,4-butanodiol como un extendedor de cadena y 0,05 g de laurato de dibutilestano como catalizador para el prepolímero, y se dejó reaccionar a 140°C durante 60 minutos mediante

10 la utilización de una extrusora universal de laboratorio con una amasadora incorporada



(extrusora universal de laboratorio KR35, fabricada por Kasamatsu Plastic Engineering y Research Co., Ltd.) para obtener de este modo un poliuretano termoplástico. A continuación, el poliuretano termoplástico obtenido se granuló mediante un extrusor. Se evaluó la propiedad de flujo del poliuretano termoplástico obtenido y la temperatura del flujo incipiente fue de 168°C y la relación de viscosidad fue de 0,046.

[Ejemplo de aplicación 36]

Se obtuvo un poliuretano termoplástico tal como en el ejemplo de aplicación 35, excepto por la utilización de PC-17 en lugar de PC-5 como la composición de policarbonato diol. Se evaluó la propiedad de flujo del poliuretano termoplástico obtenido y la temperatura del flujo incipiente fue de 172°C y la relación de viscosidad fue de 0,033.

Aplicabilidad Industrial

La composición de policarbonato diol según la presente invención, en el caso de que se utilice como un material constituyente de una película de recubrimiento, puede proporcionar una película de recubrimiento lisa sin perjudicar su resistencia química. Además, la composición de policarbonato diol según la presente invención, en el caso de que se utilice como un material de partida de un poliuretano, puede proporcionar un poliuretano excelente en su resistencia a los aceites sin perjudicar su resistencia mecánica. La composición de policarbonato diol según la presente invención, dado que tiene estas propiedades, puede ser utilizada convenientemente como un material constituyente de materiales de recubrimiento y, además, como un material de partida de los poliuretanos.

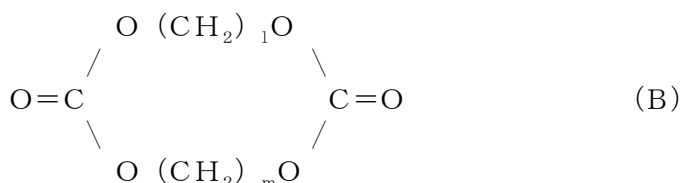
## REIVINDICACIONES

1. Composición que comprende policarbonato diol:

- 5 un policarbonato diol que comprende una unidad de repetición representada por la fórmula (A) siguiente y un grupo hidroxilo terminal:

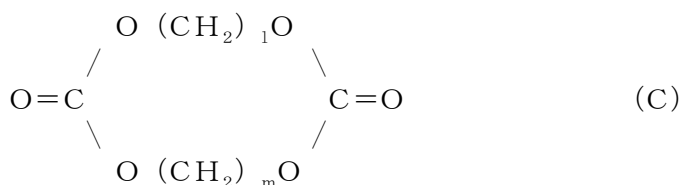


- 10 en la que R representa un grupo hidrocarbonado alifático divalente o alicíclico que tiene de 2 a 15 átomos de carbono; y del 0,05 al 5% en peso de un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (B):



- 15 en la que l y m representan un número entero de 2 a 15, y  $l \neq m$ .

2. Composición de policarbonato diol, según la reivindicación 1, en la que el compuesto de carbonato representado por la fórmula (B) es un compuesto de carbonato representado por la fórmula (C) siguiente:
- 20



- en la que l y m representan un número entero de 4 a 6, y  $l \neq m$ .
- 25

3. Composición de policarbonato diol, según la reivindicación 1 ó 2, en la que el policarbonato diol tiene una proporción de grupos OH terminales de 95,0 a 99,9%.

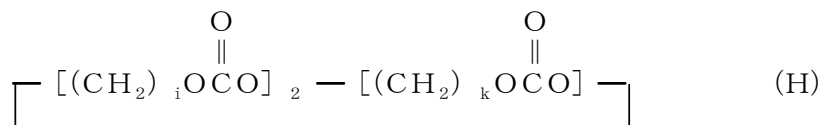
4. Composición de policarbonato diol, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido de como mínimo un elemento metálico, seleccionado del grupo que comprende titanio, iterbio, estaño y circonio, del 0,0001 al 0,02% en peso, medido por ICP.

5

5. Composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido total de titanio, iterbio, estaño y circonio del 0,0001 hasta el 0,02% en peso, medido por ICP.

10 6. Composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido de elemento de fósforo del 0,0001 hasta el 0,02% en peso, medido por ICP.

15 7. Composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende además del 0,03 al 5% en peso de un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (H):



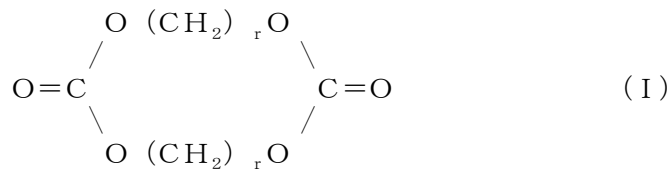
20 en la que i y k representan un número entero de 2 a 15, y  $i \neq k$ .

25 8. Composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende además un contenido de, como mínimo, un compuesto de éter cíclico, seleccionado de entre el grupo que comprende tetrahydrofurano, tetrahydropirano y oxepano, de 0,01 a 50 ppm.

9. Composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido total de tetrahydrofurano, tetrahydropirano y oxepano de 0,01 a 50 ppm.

30

10. Composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende además del 0,01 al 3% en peso de un compuesto de carbonato representado por la siguiente fórmula (I):



en la que r representa un número entero de 2 a 15.

- 5    11. Composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la que la composición de policarbonato diol tiene un contenido de humedad de 1 a 500 ppm.
12. Composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11,  
10 en la que la composición de policarbonato diol tiene un número de color de 5 a 100.
13. Composición de recubrimiento que comprende la composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, y un poliisocianato orgánico.
- 15    14. Composición de recubrimiento que comprende un prepolímero de uretano obtenido por reacción de la composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, con un poliisocianato orgánico, en la que el prepolímero de uretano comprende un grupo isocianato terminal.
- 20    15. Composición de recubrimiento que comprende una resina de poliuretano obtenida por reacción de la composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, un poliisocianato orgánico y un extendedor de cadena.
- 25    16. Composición de recubrimiento acuosa que comprende agua y; un poliuretano obtenido por reacción de la composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, un poliisocianato orgánico y un extendedor de cadena.
- 30    17. Poliuretano termoplástico obtenido mediante la utilización de la composición de policarbonato diol, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, y un poliisocianato orgánico.



- ②① N.º solicitud: 201530159  
②② Fecha de presentación de la solicitud: 10.02.2015  
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	EP 2213695 A1 (ASAHI KASEI CHEM. CORP.) 04.08.2010, párrafos [0001],[0011]-[0014]; reivindicaciones 1-3.	1-17
A	EP 1849814 A1 (ASAHI KASEI CHEM. CORP.) 31.10.2007, párrafos [0012]-[0019],[0042]-[0044],[0048]; reivindicaciones 1-9.	1-17
A	EP 2468790 A1 (UBE INDUSTRIES) 27.06.2012, párrafos [0007]-[0015]; reivindicación 1.	1-17
A	JP 2009051887 A (ASAHI KASEI) 12.03.2009, (resumen), World Patent Index [en línea]. Londres (Reino Unido): Derwent Publications Ltd. [recuperado el 16.02.2016]. Recuperado de: EPODOC, EPO, DW 200923, N° de acceso: 2009-F80086.	1-17
A	JP 2011190390 A (ASAHI KASEI) 29.09.2011, (resumen), World Patent Index [en línea]. Londres (Reino Unido): Derwent Publications Ltd. [recuperado el 16.02.2016]. Recuperado de: EPODOC, EPO, DW 201165, N° de acceso: 2011-M20412.	1-17

Categoría de los documentos citados

- X: de particular relevancia  
Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría  
A: refleja el estado de la técnica

- O: referido a divulgación no escrita  
P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud  
E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

**El presente informe ha sido realizado**

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe  
18.02.2016

Examinador  
E. Dávila Muro

Página  
1/4

## CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

**C08L69/00** (2006.01)

**C08K5/04** (2006.01)

**C08K5/06** (2006.01)

**C09D169/00** (2006.01)

**C09D175/04** (2006.01)

**C08L75/04** (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C08G, C07C, C09D, C08L, C08K

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, XPESP, NLP, TXT-BD, REGISTRY, CAPLUS, BIOSIS, MEDLINE

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 18.02.2016

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-17	<b>SI</b>
	Reivindicaciones	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-17	<b>SI</b>
	Reivindicaciones	<b>NO</b>

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

**Base de la Opinión.-**

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

**1. Documentos considerados.-**

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	EP 2213695 A1 (ASAHI KASEI CHEM. CORP.)	04.08.2010
D02	EP 1849814 A1 (ASAHI KASEI CHEM. CORP.)	31.10.2007
D03	EP 2468790 A1 (UBE INDUSTRIES)	27.06.2012
D04	JP 2009051887 A (ASAHI KASEI)	12.03.2009
D05	JP 2011190390 A (ASAHI KASEI)	29.09.2011

**2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**

El objeto de la invención se refiere a una composición que comprende un policarbonato polioliol que contiene unidades de repetición representadas por la fórmula (A) y grupos hidroxilo terminales, y un carbonato cíclico representado por la fórmula (B) en una proporción de 0,05-5% en peso. La invención se refiere también a una composición de recubrimiento que comprende la composición de policarbonato polioliol anterior y un poliisocianato orgánico, así como el poliuretano termoplástico obtenido a partir de dicha composición de recubrimiento.

El documento D01 divulga un policarbonato diol que comprende unidades repetidas de fórmula  $-O-R-O-C(=O)-$  siendo R un grupo hidrocarbonado alifático divalente o acíclico C2-12 y con grupos hidroxilo terminales en una proporción de 95 a 98,5%. Este policarbonato diol se utiliza en composiciones de recubrimiento por reacción con un poliisocianato orgánico para la preparación de resinas de poliuretano.

El documento D02 divulga un policarbonato diol que se utiliza como material de partida para la obtención de poliuretanos para composiciones de recubrimiento. El policarbonato diol divulgado comprende unidades repetidas de fórmula (A)  $-O-CH_2CH(CH_3)CH_2-O-C(=O)-$  y fórmula (B)  $-O-R^1-O-C(=O)-$  siendo  $R^1$  un grupo alquileo C2-20 en distintas proporciones y con grupos hidroxilo terminales en ambos casos.

El documento D03 divulga una dispersión acuosa de resina de poliuretano que permite formar composiciones de recubrimiento de elevada dureza. La dispersión contiene una resina de poliuretano obtenida por reacción de un poliisocianato, un policarbonato diol de estructura acíclica, un polioliol que contiene grupos ácidos y un agente extendedor de cadena.

El documento D04 divulga un policarbonato diol utilizado para preparar un material de recubrimiento poliuretano termoplástico, dicho policarbonato diol comprende unidades repetidas de carboxilo de fórmulas  $-O-(CH_2)_5CH_2-O-C(=O)-$  y  $-O-(CH_2)_5-O-C(=O)-$  y grupos hidroxilo terminales en una proporción de 95 a 98,8%.

El documento D05 divulga una composición de recubrimiento a base de poliuretano obtenido por reacción de un isocianato orgánico y un policarbonato diol que comprende unidades repetidas de fórmula  $-O-R^1-O-C(=O)-$  siendo  $R^1$  un grupo alquileo C2-12 lineal o ramificado y grupos hidroxilo terminales.

Ninguno de los documentos citados, solos ni en combinación, divulgan ni dirigen al experto en la materia hacia una composición que comprende un policarbonato diol que contiene unidades de repetición de fórmula  $-O-R-O-C(=O)-$  y grupos hidroxilo terminales, y que además comprenda un carbonato cíclico de fórmula (B) con las características específicas recogidas en las reivindicaciones 1-12 de la invención. Tampoco existen indicios que lleven al experto en la materia a concebir utilizar una composición que comprende un policarbonato diol de fórmula (A) y un carbonato cíclico de fórmula (B) para la preparación de una composición de recubrimiento que comprende un poliuretano termoplástico con las características de las reivindicaciones 13-17 de la invención.

En consecuencia, las características de las reivindicaciones 1-11 se consideran nuevas y con actividad inventiva y aplicación industrial según los artículos 6.1 y 8.1 LP 11/1986.