

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 637 363**

51 Int. Cl.:

C08G 18/10 (2006.01)

C09K 3/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.09.2004** **PCT/US2004/031108**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.04.2005** **WO05035616**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.09.2004** **E 04784814 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017** **EP 1668055**

54 Título: **Composiciones de prepolímeros y sellantes preparados a partir de las mismas**

30 Prioridad:

02.10.2003 US 677789

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

13.10.2017

73 Titular/es:

TREMCO INCORPORATED (100.0%)
3735 GREEN ROAD
CLEVELAND, OHIO 44122, US

72 Inventor/es:

FENG, TA-MIN

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 637 363 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones de prepolímeros y sellantes preparados a partir de las mismas

Antecedentes

Los sellantes se usan para proporcionar barreras líquidas y gaseosas en diversas aplicaciones. Tales aplicaciones incluyen unión de materiales diferentes, sellado de juntas de expansión, ensamblaje de muros cortina y paredes laterales, impermeabilización, sistemas de techado para la construcción, y sellado de los perímetros alrededor de puertas, ventanas y otros componentes de los edificios (es decir, sellado de perímetros).

Las composiciones sellantes pueden ser de la variedad una parte o dos partes. Las composiciones sellantes de una parte, curables por humedad, contienen generalmente prepolímeros de poliuretano taponados terminalmente y, habitualmente, un catalizador de curado que promueve una reacción de reticulación entre los prepolímeros cuando la composición sellante es expuesta a la humedad atmosférica. Tras su aplicación en condiciones normales de temperatura y humedad, las composiciones sellantes de una parte reaccionan para formar sellos elastoméricos flexibles, tenaces.

Las composiciones sellantes y de revestimiento tienen deseablemente una combinación de propiedades que las hacen particularmente adecuadas para sus aplicaciones pretendidas. Tales composiciones deben ser capaces de ser envasadas en recipientes o cartuchos sellados y almacenadas durante periodos de tiempo relativamente largos sin "cuajado" o endurecimiento inaceptables (como resultado de reticulación). Cuando se aplican como sellante de calafateo o composición de revestimiento, deben formar una superficie relativamente exenta de pegajosidad poco después de ser aplicadas y expuestas a la humedad atmosférica, y deben curarse sin la formación de burbujas dentro de un periodo de tiempo aceptable. Tales composiciones deben adherirse de manera tenaz en estado curado a una amplia variedad de superficies, tales como a superficies de vidrio, aluminio, cemento, mármol y acero. El sellante o revestimiento en estado curado debe tener suficiente elasticidad y flexibilidad para resistir expansiones y contracciones de paneles, etc. con las que está asociado durante las variaciones de temperatura que resultan de cambios climáticos, y para resistir las fuerzas del viento que causan que los paneles con los que está asociado se doblen o retuerzan.

Las composiciones sellantes y de revestimiento de poliuretano están basadas típicamente en prepolímeros terminados en isocianato. En algunos casos, tales prepolímeros están taponados terminalmente de manera total o parcial con grupos silano. En general, los sellantes preparados con prepolímeros que han sido taponados terminalmente al 100% con grupos silano no son suficientemente flexibles para soportar el movimiento de juntas grandes. Por consiguiente, se han desarrollado prepolímeros que están taponados terminalmente con una combinación de grupos silano y otros grupos, particularmente grupos alcohol alifático. Aunque los sellantes preparados con prepolímeros que han sido taponados terminalmente con una combinación de grupos silano y alcohol alifático tienen una flexibilidad potenciada, estos sellantes son más propensos a desmenuzarse, agrietarse y amarillearse cuando son expuestos a condiciones climáticas extremas de alto calor, alta humedad, y exposición prolongada a la radiación UV. Tales sellantes también pueden perder resistencia cuando son expuestos a estas condiciones climáticas. Muchos de estos indeseables cambios pueden ser atribuidos a la reversión o degradación de las cadenas poliméricas que están presentes en el sellante curado.

Las cadenas poliméricas de prepolímeros de poliuretano que han sido taponadas terminalmente de manera parcial con taponadores terminales de alcohol alifático pueden degradarse durante el almacenamiento, particularmente cuando son expuestas a alto calor. Como resultado de tal degradación, las composiciones sellantes preparadas con estos prepolímeros pierden su resistencia mecánica y son, por tanto, menos deseables.

Por consiguiente, es deseable tener nuevas composiciones sellantes que proporcionen sellos elastoméricos con estabilidad frente al desgaste mejorada. Son deseables también nuevas composiciones de prepolímeros que tengan una estabilidad frente al calor y al almacenamiento potenciada.

Compendio de la invención

La presente invención proporciona una composición de prepolímero para preparar un sellante, adhesivo o revestimiento curable por humedad, de una parte, y un método para preparar tal composición de prepolímero.

La composición de prepolímero comprende un prepolímero de poliuretano que está taponado terminalmente con grupos silano o una combinación de grupos silano y grupos de taponación terminal que han sido derivados de un alcohol, y una cantidad de más que 0% a 15% en moles en base a la cantidad de los grupos NCO taponados terminalmente en el prepolímero de un alcohol aromático seleccionado de fenol, 3-metoxifenol, 4-metoxifenol, nonilfenol, meta-cresol, para-cresol, 4-clorofenol, meta-hidroxibenzaldehído, orto-hidroxibenzaldehído, para-hidroxibenzaldehído, hidroquinona, 1-hidroxi-2-propanona, 3-hidroxiacetofenona y 4-hidroxiacetofenona. El prepolímero taponado terminalmente con silano se forma haciendo reaccionar un material polimérico terminado en hidroxil con un isocianato aromático o, preferiblemente, alifático para proporcionar un prepolímero que tiene grupos NCO terminales, denominados en lo sucesivo grupos NCO "originales". Después, el prepolímero de poliuretano resultante se bloquea o taponado terminalmente de manera parcial o total haciendo reaccionar el prepolímero con una

cantidad suficiente de un taponador terminal de silano para proporcionar un prepolímero de poliuretano en el que 50% a 100% de los grupos NCO originales están taponados con grupos silano.

En los casos donde el prepolímero está taponado terminalmente al 100% con grupos silano, el prepolímero se combina después con una cantidad suficiente del alcohol aromático para proporcionar una composición que comprende un exceso de alcohol aromático sin reaccionar y el prepolímero. En los casos donde el prepolímero está taponado terminalmente de manera parcial con grupos silano, el prepolímero puede ser hecho reaccionar con alcohol aromático para proporcionar una composición que comprende un exceso de alcohol aromático y un prepolímero que está taponado terminalmente de manera total con una combinación de grupos silano y grupos alcohol aromático. Alternativamente, el prepolímero que está taponado terminalmente de manera parcial con grupos silano puede ser hecho reaccionar con un alcohol alifático en presencia de un alcohol aromático para proporcionar una composición que comprende un exceso de alcohol aromático y un prepolímero que está taponado terminalmente con una combinación de grupos silano, grupos alcohol alifático y grupos alcohol aromático. Alternativamente, el prepolímero que está taponado terminalmente de manera parcial con grupos silano puede ser hecho reaccionar con un alcohol alifático en ausencia de un alcohol aromático para proporcionar un prepolímero que está taponado terminalmente con una combinación de grupos silano y grupos alcohol alifático, y ser combinado después con un alcohol aromático para proporcionar una composición que comprende un exceso de alcohol aromático y el prepolímero de poliuretano taponado terminalmente.

Dependiendo del porcentaje de grupos NCO que están taponados terminalmente con grupos silano, el nivel de alcohol aromático que se combina con el prepolímero de poliuretano taponado con silano es de más que 0% a aproximadamente 65% en moles del nivel de los grupos NCO originales en el prepolímero. Por tanto, dado que el alcohol aromático reaccionará con grupos NCO que no están taponados terminalmente con grupos silano para proporcionar un prepolímero de poliuretano que está taponado terminalmente tanto con grupos silano como con grupos alcohol aromático, el exceso de alcohol aromático en la composición es de más que 0% a 15% en moles del nivel de grupos NCO originales en el prepolímero.

La presente invención también proporciona composiciones sellantes y composiciones de revestimiento que se preparan con la presente composición de prepolímero. La composición sellante y composición de revestimiento comprenden la presente composición de prepolímero, y un catalizador para aumentar la velocidad de curado de la composición sellante o la composición de revestimiento. Preferiblemente, la composición sellante comprende además una carga de refuerzo. Opcionalmente, la composición sellante comprende uno o más de un promotor de la adhesión, un modificador de la reología, un eliminador de la humedad y un estabilizador de UV.

La presente composición de prepolímero, composición sellante y composición de revestimiento tienen una estabilidad frente al desgaste, estabilidad frente al calor y estabilidad frente a UV mejoradas en comparación con composiciones que no contienen alcohol aromático en exceso. Los sellantes que se forman curando por humedad la presente composición sellante tienen excelentes propiedades mecánicas, tales como alto alargamiento, bajo módulo y excelente adhesión. Debido a que están exentas de disolventes, las composiciones de prepolímero y sellantes de la presente invención son también respetuosas con el medio ambiente.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a composiciones de prepolímero y a composiciones sellantes y composiciones de revestimiento que comprenden las presentes composiciones de prepolímero.

Composición de prepolímero

En un aspecto, la presente invención proporciona composiciones de prepolímero con capacidades de almacenamiento mejoradas. Tales composiciones de prepolímero comprenden una cantidad de alcohol aromático sin reaccionar, denominada en la presente memoria exceso, y un prepolímero de poliuretano cuyos extremos terminales están taponados terminalmente de manera total con grupos silano o con una combinación de grupos silano y grupos de taponación terminal que han sido derivados de uno o más alcoholes aromáticos, o uno o más alcoholes alifáticos, o una combinación de uno o más alcoholes aromáticos y uno o más alcoholes alifáticos. El prepolímero se prepara haciendo reaccionar un material polimérico terminado en hidroxilo con un isocianato para proporcionar una cadena de prepolímero que tiene grupos NCO en los extremos de la misma. El prepolímero de poliuretano resultante se hace reaccionar después con una cantidad suficiente de un taponador terminal de silano para proporcionar un prepolímero de poliuretano en el que de 50 a 100%, preferiblemente de 70 a 100%, más preferiblemente de 85 a 100% de los grupos NCO están bloqueados o taponados terminalmente con un grupo silano.

Los materiales poliméricos terminados en hidroxilo adecuados para preparar el presente prepolímero de poliuretano taponado terminalmente con silano incluyen, pero no se limitan a, polioles di-, tri- y tetrafuncionales, que incluyen polioles de poliéter, polioles de poliéster, polioles acrílicos, y polioles que comprenden dos o más grupos hidroxilo y un hidrocarburo de cadena lineal o ramificada.

Los dioles y trioles de poliéter adecuados incluyen dioles o trioles de éter de polietileno, dioles o trioles de éter de polipropileno, dioles o trioles de éter de polibutileno, dioles o trioles de éter de politetrametileno, y copolímeros de

bloques de tales dioles y trioles.

Los poliésteres terminados en hidroxilo adecuados incluyen cualquier poliéster terminado en hidroxilo preparado a partir de ácidos o anhídridos polibásicos (por ejemplo, ácido adípico y anhídrido ftálico) y polioles en los que la funcionalidad hidroxilo del prepolímero de poliéster es mayor que 2, preferiblemente superior a 2,3. Las polilactonas que contienen grupos hidroxilo también son adecuadas para preparar el prepolímero, particularmente diol y triol de policaprolactona.

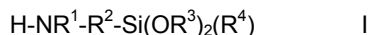
Los polioles acrílicos adecuados incluyen poliácrlato terminado en hidroxilo. Los acrilatos incluyen, pero no se limitan a, acrilato de butilo, acrilato de metilo, metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de 2-etilhexilo o la mezcla de los anteriores. Polioles adecuados que comprenden dos o más grupos hidroxilo y una cadena hidrcarbonada lineal o ramificada incluyen polibutadieno funcionalizado con hidroxilo. Otros polioles adecuados incluyen policarbonatos que tienen grupos hidroxilo.

Preferiblemente el poliol tiene un peso molecular medio ponderal de 500 a 18.000. Para prepolímeros que se usan para preparar composiciones sellantes, se prefiere que el poliol tenga un peso molecular medio ponderal de 2.000 a 8.000. Para prepolímeros que se usan para preparar composiciones de revestimiento, se prefiere que el poliol tenga un peso molecular medio ponderal de 500 a 4.000.

Los isocianatos que se hacen reaccionar con el polímero de cadena principal terminada en hidroxilo son isocianatos orgánicos que tienen 2 o más grupos isocianato o una mezcla de tales isocianatos orgánicos. Los isocianatos son isocianatos aromáticos o, preferiblemente, alifáticos. Los ejemplos de di- o triisocianatos aromáticos adecuados incluyen p,p',p''-triisocianato de trifenilmetano, p,p'-diisocianato de difenilmetano, 1,5-diisocianato de naftaleno, diisocianato de 2,4-tolileno, diisocianato de 2,6-tolileno, y mezclas de los mismos. Los ejemplos de isocianatos alifáticos preferidos son diisocianato de isoforona, 4,4'-diisocianato de dicitclohexilmetano, y mezclas de los mismos.

El prepolímero de poliuretano puede prepararse mezclando entre sí el polímero terminado en hidroxilo y el isocianato orgánico a temperatura y presión ambientales, aunque la velocidad de la reacción aumenta significativamente si la temperatura de la mezcla de reacción se eleva a una temperatura más alta, por ejemplo, una temperatura entre 60-100°C. Se usa un exceso estequiométrico del isocianato para asegurar que el prepolímero de poliuretano tiene grupos NCO terminales.

El prepolímero resultante que tiene grupos NCO terminales se hace reaccionar después con agentes de taponación de silano de tal modo que de 50 a 100%, preferiblemente de 70 a 100%, más preferiblemente de 85 a 100% en moles de los grupos NCO originales se bloquean o taponan terminalmente con grupos silano. Los ejemplos de agentes de taponación de silano adecuados incluyen, pero no se limitan a, silanos que corresponden a la fórmula I.



en donde R¹ representa hidrógeno, un radical hidrocarbonado alifático, cicloalifático y/o aromático sustituido que contiene 1 a 10 átomos de carbono, un segundo -R²-Si((OR³)₂(R⁴), o -CHR⁵-CHR⁶COOR⁷, donde R⁵ y R⁶ son H o resto orgánico C₁₋₆, y R⁷ es resto orgánico C₁₋₁₀.

R² representa un radical alquileo lineal o ramificado que contiene 1 a 8 átomos de carbono.

R³ representa un grupo alquilo C₁₋₆.

R⁴ = -CH₃, -CH₂CH₃ o OR³.

Los ejemplos de aminosilanos adecuados que corresponden a la fórmula I incluyen N-fenilaminopropiltrimetoxisilano, N-etilaminoisobutiltrimetoxisilano, gamma-aminopropiltriethoxisilano, gamma-aminopropiltriethoxisilano, y el producto de reacción de un aminosilano (tal como gamma-aminopropiltrimetoxisilano, gamma-aminopropiltriethoxisilano, gamma-aminopropilmetildimetoxisilano) con un monómero acrílico (tal como acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de metilo, metacrilato de metilo, y acrilato de glicidilo).

Los ejemplos de otros silanos adecuados incluyen mercaptosilano, el producto de reacción de un mercaptosilano con un monoepóxido, y el producto de reacción de un epoxisilano con una amina secundaria.

Los métodos para preparar prepolímeros de poliuretano y prepolímeros de poliuretano sililados se conocen bien en la técnica. Véanse, p.ej., las patentes de EE.UU. Nos. 3.627.722, 3.632.557, 3.979.344 y 4.222.925.

Los prepolímeros de poliuretano sililados resultantes se combinan después con una cantidad suficiente de un alcohol para bloquear o taponar terminalmente cualesquiera grupos NCO sin reaccionar, es decir, no sililados. El alcohol puede ser un alcohol alifático, o, preferiblemente, un alcohol aromático, o una combinación de uno o más alcoholes aromáticos y uno o más alcoholes alifáticos. El polímero de poliuretano totalmente bloqueado, es decir, el prepolímero cuyos grupos NCO están bloqueados al 100% con grupos silano o bien una combinación de grupos silano y grupos alcohol, se combina con una cantidad suficiente de un alcohol aromático para proporcionar una composición de prepolímero que comprende un prepolímero de poliuretano taponado terminalmente y alcohol aromático sin reaccionar. Opcionalmente, la composición también puede comprender una pequeña cantidad, es

decir, menos que 5% en moles, de grupos NCO originales de alcohol alifático sin reaccionar. Dependiendo del nivel de grupos NCO sin reaccionar, el prepolímero sililado se hace reaccionar con un nivel de alcohol, preferiblemente un alcohol aromático, que es mayor que 0% a 65% en moles de los grupos NCO originales en el prepolímero de poliuretano. Por tanto, la cantidad de alcohol aromático sin reaccionar o en exceso en la composición resultante es de más que 0% a 15% en moles de los grupos NCO originales en el prepolímero de poliuretano. Preferiblemente, la cantidad de alcohol aromático o en exceso en la composición resultante es mayor que 2% en moles de los grupos NCO originales en el prepolímero de poliuretano.

El alcohol aromático tiene un peso molecular menor que 2.000, y se selecciona de fenol, 3-metoxifenol, 4-metoxifenol, nonilfenol, meta-cresol, para-cresol, 4-clorofenol, meta-hidroxibenzaldehído, orto-hidroxibenzaldehído, para-hidroxibenzaldehído, hidroquinona, 1-hidroxi-2-propanona, 3-hidroxiacetofenona y 4-hidroxiacetofenona.

El prepolímero de poliuretano que está taponado terminalmente de manera parcial con grupos silano se hace reaccionar con el alcohol aromático a 80°C durante 90 minutos para proporcionar una composición que comprende un prepolímero de poliuretano taponado terminalmente con silano y alcohol aromático y un exceso de alcohol aromático. Alternativamente, el prepolímero de poliuretano que está taponado terminalmente de manera parcial con grupos silano se hace reaccionar con un alcohol alifático o una combinación de un alcohol alifático y uno aromático a 80°C durante 90 minutos para proporcionar una composición que comprende una composición de poliuretano que está taponada terminalmente de manera total con una combinación de grupos silano y grupos alcohol. En los casos donde el prepolímero está taponado terminalmente al 100% con grupos silano o una combinación de grupos silano y grupos de taponación terminal de alcohol, el polímero puede ser combinado con el exceso de alcohol aromático sin calentamiento.

Opcionalmente, la composición también comprende un eliminador de la humedad que puede añadirse después de la reacción. Los ejemplos de eliminadores de la humedad para su inclusión en la composición de prepolímero son viniltrimetoxisilano, metiltrimetoxisilano, hexametildisilazano, isocianato de paratoluensulfonilo (PTSI), diisocianato de tolueno (TDI), diisocianato de difenilmetano (MDI), y MDI polimérico. El contenido de humedad del prepolímero es preferiblemente 0,1 a 10%, más preferiblemente 0,2 a 3%.

Composiciones sellantes y de revestimiento

En otro aspecto, la presente invención proporciona una composición sellante o composición de revestimiento que comprende la presente composición de prepolímero y un catalizador de curado. Los catalizadores de curado adecuados incluyen diacetato de dibutilestaño, dilaurato de dibutilestaño, y bis(acetilacetato) de dibutilestaño.

Preferiblemente, la composición sellante o composición de revestimiento comprende una carga de refuerzo. Los ejemplos de cargas de refuerzo adecuadas incluyen, pero no se limitan a, CaCO_3 , sílice de pirólisis, arcilla, talco. Preferiblemente, la composición sellante también comprende un promotor de la adhesión. Los promotores de la adhesión adecuados incluyen, pero no se limitan a, aminosilano y epoxisilano. Opcionalmente, la composición sellante comprende uno o más de un modificador de la reología, un eliminador de la humedad y un estabilizador de UV. Los ejemplos de eliminadores de la humedad adecuados en la composición sellante son diisocianato de tolueno (TDI), diisocianato de difenilmetano (MDI) y MDI polimérico, viniltrimetoxisilano, metiltrimetoxisilano, hexametildisilazano, isocianato de paratoluensulfonilo.

Las composiciones se preparan mezclando la composición de prepolímero con la carga de refuerzo hasta que se consigue una mezcla homogénea. La mezcla se realiza en condiciones que reducen los niveles de humedad en la mezcla. Después, se añaden a la mezcla el catalizador y otros componentes deseables, p.ej., un promotor de la adhesión.

Aplicación de las composiciones sellantes y de revestimiento

La composición sellante puede usarse para sellar o unir edificios, autopistas, puentes, camiones, tráilers, autobuses, vehículos de recreo, coches, servicios públicos, aplicaciones de ventanas, etc. Los materiales diferentes que pueden, por ejemplo, ser sellados o unidos con la composición de la presente invención incluyen productos que contienen cemento, metales, plásticos, vidrio, materiales de Sistemas de Aislamiento y Acabado Exterior (EIFS, por sus siglas en inglés), vinilos, metales pintados, vidrios revestidos, Kynar, mármol, granito y ladrillo. La composición sellante puede aplicarse usando un equipo estándar, tal como una pistola o bomba de calafateo.

La composición de revestimiento puede aplicarse a una superficie rociándola o vertiéndola sobre la superficie y extendiéndola a través de la superficie con un rodillo u otro dispositivo similar.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos son sólo para fines de ilustración, y no pretenden limitar el alcance de la invención definida en las reivindicaciones que se adjuntan a la presente memoria.

Ejemplo 1: Composición de prepolímero

Se hicieron reaccionar 782 gramos de diol de propilenglicol que tenía un peso molecular medio ponderal de 4.000, 118 gramos de ftalato de diisododecilo (DIDP) y 51 gramos de diisocianato de tolueno (TDI) con agitación en atmósfera de nitrógeno con 0,04 gramos de dilaurato de dibutilestano a una temperatura de 75 a 80°C. Después de alcanzarse el contenido de NCO teórico de aproximadamente 0,7%, se añadieron al reactor 43 gramos de un aminosilano (un producto de reacción de aminopropiltrimetilsilano y un acrilato de etilo). La reacción continúa hasta que el contenido de NCO libre está por debajo de 0,05%. Después se añadieron 3 gramos de nonilfenol a la mezcla de reacción junto con 0,02 gramos de dilaurato de dibutilestano. La reacción continúa a 75°C hasta que el % de NCO cae a cero. Se añadieron 3,3 gramos de viniltrimetoxisilano (un eliminador de la humedad) al final de la reacción. La composición de prepolímero resultante tenía una viscosidad Brookfield de aproximadamente 30.000 cps a 25°C. La viscosidad Brookfield de la composición de prepolímero está por debajo de 40.000 cps después de un año de envejecimiento en estante.

Ejemplo 2: Composición de prepolímero

Se hicieron reaccionar en atmósfera de nitrógeno 868 gramos de diol de polipropilenglicol que tenía un peso molecular medio ponderal de 4.000 y 74,4 gramos de diisocianato de isoforona con 0,06 gramos de dilaurato de dibutilestano a una temperatura de 85°C. Después de alcanzarse el contenido de NCO teórico de aproximadamente 0,85%, se añadieron al reactor 43 gramos de un aminosilano (un producto de reacción de aminopropiltrimetoxisilano y acrilato de etilo). La reacción continúa hasta que el contenido de NCO libre está por debajo de 0,2%. Después se añadieron 11 gramos de nonilfenol a la mezcla de reacción. La reacción continúa a 85°C hasta que el % de NCO cae a cero. Se añadieron 4 gramos de viniltrimetoxisilano (un eliminador de la humedad) al final de la reacción. La composición de prepolímero resultante tenía una viscosidad Brookfield de aproximadamente 32.000 cps a 25°C. La viscosidad Brookfield de la composición de prepolímero está por debajo de 40.000 cps después de un año de envejecimiento en estante.

Ejemplo 3: Composición de prepolímero

Se hicieron reaccionar en atmósfera de nitrógeno 876 gramos de diol de polipropilenglicol que tenía un peso molecular medio ponderal de 4.000 y 75,4 gramos de diisocianato de isoforona con 0,06 gramos de dilaurato de dibutilestano a una temperatura de 85°C. Después de alcanzarse el contenido de NCO teórico de aproximadamente 0,85%, se añadieron al reactor 34 gramos de N-etilaminoisobutiltrimetoxisilano. La reacción continúa hasta que el contenido de NCO libre está por debajo de 0,2%. Después se añadieron 11 gramos de nonilfenol a la mezcla de reacción. La reacción continúa a 85°C hasta que el % de NCO cae a cero. Se añadieron 4 gramos de viniltrimetoxisilano (un eliminador de la humedad) al final de la reacción. La composición de prepolímero resultante tiene una viscosidad Brookfield de aproximadamente 38.000 cps a 25°C. La viscosidad Brookfield de la composición de prepolímero está por debajo de 45.000 cps después de un año de envejecimiento en estante.

Ejemplo 4: Composiciones sellantes

Se produjeron composiciones sellantes en base a la siguiente formulación.

Materiales	% en peso
Prepolímeros de poliuretano taponados terminalmente con silano y nonilfenol (Ejemplo 1, 2, o 3)	27,04
Plastificante (Santicizer 160)	17
Carbonato de calcio precipitado revestido (Hakuenka CCR)	40
Carbonato de calcio molido revestido (Hi-Pflex 100)	10
Colorante	4,3
Viniltrimetoxisilano (A-171)	1
Aminopropiltrimetoxisilano	0,08
N-etilaminopropilisobutiltrimetoxisilano	0,5
Diacetato de dibutilestano	0,08

Las composiciones sellantes se prepararon primero mezclando la composición de prepolímero de poliuretano del Ejemplo 1, 2 o 3 con plastificante, carbonato de calcio y colorante a 75°C a vacío durante aproximadamente 60 minutos para reducir el nivel de humedad en el sistema. Después se cargaron a la mezcla todos los silanos y el catalizador, y la mezcla a vacío continuó durante 10 minutos.

- Cada una de las tres composiciones sellantes preparadas como se describió exhibió una estabilidad excelente tras ser almacenada en un recipiente sellado en condiciones ambientales durante más de un año. El sellante curado desarrolló una dureza Shore A de 20 después de ser expuesto durante tres semanas a 50% de humedad y 25°C. No se observaron en el sellante grietas ni desmenuzamiento ni ningunos otros indicadores de reversión, es decir,
- 5 degradación de los enlaces poliméricos, tras ser expuesto a luz UV en un Wertherómetro de Xenón durante más que 4.000 horas. La dureza Shore A se mantuvo aún en aproximadamente 20 después de 4.000 horas de exposición a luz UV. Además, el sellante preparado con los prepolímeros de los ejemplos 2 y 3 dio una excelente estabilidad de color después de la exposición a la luz UV.
- 10 Todos los sellantes proporcionaron también excelentes propiedades físicas. El tiempo de formación de piel para todos los sellantes es aproximadamente 60 minutos. La velocidad de extrusión del sellante es aproximadamente 20 segundos para 20 gramos de material a 413,7 kPa (60 psi). La resistencia a la tracción a la rotura fue aproximadamente 1,03 MPa (150 psi), el alargamiento a la rotura fue más que 500%, la resistencia al desgarro fue aproximadamente 7 N/mm (40 pli). Todos los sellantes dieron también una excelente adhesión a diversos sustratos, tales como aluminio, vidrio, cemento, vinilo, acero y ladrillo.
- 15 Por tanto, las composiciones sellantes o de revestimiento de la presente invención tienen una excelente vida útil, tienen una excelente capacidad de fluir para una fácil aplicación por pistola, tienen una buena flexibilidad para resistir el movimiento de juntas, no se encogen ni se gasifican tras el curado, tienen una excelente estabilidad frente al desgaste tras la exposición a la luz UV, y dan un tiempo de piel rápido después de ser expuestas a la humedad de la atmósfera.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de prepolímero para preparar composiciones sellantes y de revestimiento, que comprende
 - a) prepolímeros que comprenden grupos NCO terminales que están taponados terminalmente con grupos silano o con grupos silano y grupos alcohol, en donde al menos 50% en moles de los grupos NCO terminales están taponados terminalmente con grupos silano, y
 - b) un alcohol aromático sin reaccionar en una cantidad de más que 0% a 15% en moles en base a la cantidad de los grupos NCO taponados terminalmente en el prepolímero, seleccionado de fenol, 3-metoxifenol, 4-metoxifenol, nonilfenol, meta-cresol, para-cresol, 4-clorofenol, meta-hidroxibenzaldehído, orto-hidroxibenzaldehído, para-hidroxibenzaldehído, hidroquinona, 1-hidroxi-2-propanona, 3-hidroxiacetofenona y 4-hidroxiacetofenona.
2. La composición de prepolímero de la reivindicación 1, en donde la cantidad de dicho alcohol aromático sin reaccionar en la composición es mayor que 2% en moles en base a la cantidad de los grupos NCO taponados terminalmente en el prepolímero.
3. La composición de prepolímero de la reivindicación 1 o 2, en donde los grupos NCO taponados terminalmente del prepolímero están taponados terminalmente tanto con grupos silano como con grupos alcohol.
4. La composición de prepolímero según la reivindicación 3, en donde los grupos alcohol con los que los grupos NCO del prepolímero están taponados terminalmente son grupos alcohol aromáticos, preparándose dicha composición haciendo reaccionar un prepolímero que está taponado terminalmente de manera parcial con grupos silano con un exceso de alcohol aromático para proporcionar una composición que comprende un exceso de alcohol aromático y un prepolímero que está taponado terminalmente de manera total con una combinación de grupos silano y grupos alcohol aromático.
5. La composición de prepolímero de cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en donde 70 a 100% en moles de los grupos NCO originales están bloqueados o taponados terminalmente con grupos silano.
6. La composición de prepolímero de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la composición de prepolímero se prepara combinando un alcohol aromático con un prepolímero que contiene grupos NCO terminales sin reaccionar, estando al menos 50% en moles de los grupos NCO terminales en este prepolímero taponados terminalmente con un grupo de taponación terminal de silano, en donde la cantidad de alcohol aromático que se combina es suficiente para taponar terminalmente los grupos NCO sin reaccionar en este prepolímero y, además, proporcionar dicho alcohol (b) aromático sin reaccionar en la composición en una cantidad mayor que 0 a 15% en base a la cantidad de grupos NCO terminales en el prepolímero taponado terminalmente.
7. La composición de prepolímero de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el prepolímero taponado terminalmente se prepara haciendo reaccionar un isocianato orgánico que tiene dos o más grupos isocianato con un polímero terminado en hidroxilo seleccionado del grupo que consiste en un polioli de poliéter, un polioli de poliéster, un polioli acrílico, y una cadena hidrocarbonada que comprende dos o más grupos hidroxilo.
8. La composición de prepolímero de la reivindicación 6, en donde el prepolímero que contiene grupos NCO sin reaccionar se combina con una mezcla de un alcohol aromático y un alcohol alifático de tal modo que los grupos NCO terminales en el prepolímero están taponados terminalmente con grupos de taponación terminal de silano, grupos alcohol aromático y grupos alcohol alifático.
9. La composición de prepolímero de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde al menos 70% en moles de los grupos NCO terminales del prepolímero taponado terminalmente están taponados terminalmente con grupos silano.
10. Un método para preparar una composición de prepolímero que comprende un prepolímero taponado terminalmente y un alcohol aromático sin reaccionar, comprendiendo el método combinar un alcohol aromático seleccionado de fenol, 3-metoxifenol, 4-metoxifenol, nonilfenol, meta-cresol, para-cresol, 4-clorofenol, meta-hidroxibenzaldehído, orto-hidroxibenzaldehído, para-hidroxibenzaldehído, hidroquinona, 1-hidroxi-2-propanona, 3-hidroxiacetofenona y 4-hidroxiacetofenona con un prepolímero que contiene grupos NCO terminales sin reaccionar, estando al menos 50% en moles de los grupos NCO terminales en este prepolímero taponados terminalmente con un grupo de taponación terminal de silano, en donde la cantidad de alcohol aromático que se combina es suficiente para taponar terminalmente los grupos NCO sin reaccionar en este prepolímero y, además, proporcionar dicho alcohol aromático sin reaccionar en la composición en una cantidad mayor que 0 a 15% en moles en base a la cantidad de grupos NCO terminales en el prepolímero taponado terminalmente.
11. El método de la reivindicación 10, en donde la cantidad de alcohol aromático sin reaccionar que se combina es suficiente para producir una composición que contiene > 2% en moles de alcohol aromático sin reaccionar, en base a la cantidad de grupos NCO taponados terminalmente en el prepolímero taponado terminalmente.
12. El método de la reivindicación 10 o 11, en donde el prepolímero que contiene grupos NCO sin reaccionar se

combina con una mezcla de un alcohol aromático y un alcohol alifático de tal modo que los grupos NCO terminales en el prepolímero taponado terminalmente están taponados con grupos de taponación terminal de silano, grupos alcohol aromático y grupos alcohol alifático.

- 5 13. El método de cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en donde al menos 70% en moles de los grupos NCO terminales del prepolímero taponado terminalmente están taponados terminalmente con grupos silano.
14. El método de cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, en donde el prepolímero taponado terminalmente se prepara haciendo reaccionar un isocianato orgánico que tiene dos o más grupos isocianato con un polímero terminado en hidroxilo seleccionado del grupo que consiste en un poliol de poliéter, un poliol de poliéster, un poliol acrílico, y una cadena hidrocarbonada que comprende dos o más grupos hidroxilo.
- 10 15. Una composición sellante que comprende la composición de prepolímero de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 y un catalizador para promover la reticulación entre los prepolímeros cuando la composición sellante es expuesta a la humedad atmosférica.
- 15 16. Una composición sellante que comprende una composición de prepolímero obtenible por el método de cualquiera de las reivindicaciones 10 a 14 y un catalizador para promover la reticulación entre los prepolímeros cuando la composición sellante es expuesta a la humedad atmosférica.
17. Un sellante formado curando por humedad la composición sellante de las reivindicaciones 15 o 16.