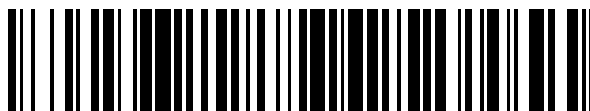


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 711 904**

51 Int. Cl.:

**C08G 18/79** (2006.01)

**C08G 63/20** (2006.01)

**C09D 167/00** (2006.01)

**C09D 175/04** (2006.01)

**C08G 18/42** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.10.2014 PCT/US2014/060402**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.04.2015 WO15057649**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.10.2014 E 14789493 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.12.2018 EP 3058012**

54 Título: **Poliésteres y recubrimientos que los contienen**

30 Prioridad:

**15.10.2013 US 201314054126**

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

**08.05.2019**

73 Titular/es:

**PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (100.0%)  
3800 West 143rd Street  
Cleveland, Ohio 44111, US**

72 Inventor/es:

**MAKSIMOVIC, LJILJANA;  
CHASSER, ANTHONY M.;  
MILLERO, JR., EDWARD R.;  
SCHWENDEMAN, JOHN E.;  
BREON, JONATHAN P. y  
JENNINGS, ROBERT E.**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 711 904 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**

Poliésteres y recubrimientos que los contienen

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a poliésteres, recubrimientos que comprenden dichos poliésteres y sustratos a los que se aplican dichos recubrimientos.

**10 Antecedentes de la invención**

Los poliésteres convencionales se preparan a partir de diversas combinaciones de alcoholes y ácidos. Por ejemplo, de la patente US2013/0034741 A1 se conocen composiciones de recubrimiento que comprenden un poliéster derivado de ácido benzoico, ácido isoftálico y trimetilolpropano. Estos poliésteres se han utilizado para formar recubrimientos que, a su vez, se pueden usar para recubrir sustratos metálicos y no metálicos. A menudo se desea que estos recubrimientos de poliéster tengan propiedades decorativas y/o de rendimiento particulares. Por ejemplo, puede ser deseable que un recubrimiento exhiba buena resistencia química, resistencia al desgaste y/o resistencia a la intemperie. Además, también puede ser deseable producir un recubrimiento con alto contenido de sólidos que tenga una baja cantidad de compuestos orgánicos volátiles (COV).

**20 Sumario de la invención**

En ciertas realizaciones, la presente invención se dirige a un poliéster preparado a partir de una mezcla de reactantes que incluye: a) un monoácido aromático, en el que el monoácido aromático comprende del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de reactantes; b) un poliácido, en el que el poliácido comprende menos del 90 % en moles de ácido isoftálico; y c) un poliol que tiene al menos 3 grupos hidroxilo. La mezcla de reactantes está sustancialmente libre de monoácido no aromático, y el poliéster tiene una viscosidad dinámica superior a 15.000 centipoise a 40 °C, medida por un reómetro Physica MCR 301 con una placa paralela de 25 mm y una separación de 0,1 mm como función de aumento de la velocidad de cizallamiento (0,1 a 10 s<sup>-1</sup>) y un índice de acidez de menos de 15 mg de KOH/g.

En ciertas realizaciones, la presente invención se dirige a un poliéster preparado a partir de una mezcla de reactantes que consiste esencialmente en: a) un monoácido aromático, en el que el monoácido aromático comprende del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de reactantes; b) un poliácido, en el que el poliácido comprende menos del 90 % en moles de ácido isoftálico; y c) un poliol que tiene al menos 3 grupos hidroxilo. La mezcla de reactantes está sustancialmente libre de monoácido no aromático, y el poliéster tiene una viscosidad dinámica superior a 15.000 centipoise a 40 °C, medida por un reómetro Physica MCR 301 con una placa paralela de 25 mm y una separación de 0,1 mm como función de aumento de la velocidad de cizallamiento (0,1 a 10 s<sup>-1</sup>) y un índice de acidez de menos de 15 mg de KOH/g.

En ciertas realizaciones, la presente invención está dirigida a un poliéster preparado a partir de una mezcla de reactantes que incluye: a) un monoácido aromático, en el que el monoácido aromático incluye del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de reactantes; b) un poliácido alifático; y c) un poliol que tiene al menos 3 grupos hidroxilo. La mezcla de reactantes está sustancialmente libre de monoácido no aromático, y el poliéster tiene una viscosidad dinámica superior a 15.000 centipoise a 40 °C, medida por un reómetro Physica MCR 301 con una placa paralela de 25 mm y una separación de 0,1 mm como función de aumento de la velocidad de cizallamiento (0,1 a 10 s<sup>-1</sup>) y un índice de acidez de menos de 15 mg de KOH/g.

En ciertas realizaciones, la presente invención está dirigida a una composición de recubrimiento que incluye un poliéster y un reticulante. El poliéster se prepara a partir de una mezcla de reactantes que incluye: 1) un monoácido aromático, en el que el monoácido aromático comprende del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de reactantes; 2) un poliácido, en el que el poliácido comprende menos del 90 % en moles de ácido isoftálico; y 3) un poliol que tiene al menos 3 grupos hidroxilo. La mezcla de reactantes está sustancialmente libre de monoácido no aromático y dicho poliéster tiene una viscosidad dinámica superior a 15.000 centipoise a 40 °C según lo medido por un reómetro Physica MCR 301 con una placa paralela de 25 mm y un espacio de 0,1 mm como función de aumento de la velocidad de cizallamiento (0,1 a 10 s<sup>-1</sup>) y un índice de acidez de menos de 15 mg de KOH/g.

En ciertas realizaciones, la presente invención está dirigida a una composición de recubrimiento que incluye un poliéster y un reticulante. El poliéster se prepara a partir de una mezcla de reactantes que incluye: 1) un monoácido aromático, en el que el monoácido aromático comprende del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de reactantes; 2) un poliácido alifático; y 3) un poliol que tiene al menos 3 grupos hidroxilo. La mezcla de reactantes está sustancialmente libre de monoácido no aromático, y el poliéster tiene una viscosidad dinámica superior a 15.000 centipoise a 40 °C, medida por un reómetro Physica MCR 301 con una placa paralela de 25 mm y una separación de 0,1 mm como función de aumento de la velocidad de cizallamiento (0,1 a 10 s<sup>-1</sup>) y un índice de acidez de menos de 15 mg de KOH/g.

En ciertas realizaciones, un sustrato se reviste al menos en parte con cualquiera de las composiciones de recubrimiento descritas anteriormente.

### Descripción de la invención

5 Para los fines de la siguiente descripción detallada, debe entenderse que la invención puede asumir diversas variaciones alternativas y secuencias de etapas, excepto cuando se especifique expresamente lo contrario. Cada parámetro numérico debe interpretarse al menos a la luz del número de dígitos significativos reportados y mediante la aplicación de técnicas de redondeo ordinarias.

10 Los valores numéricos establecidos en los ejemplos específicos se presentan con la mayor precisión posible. Sin embargo, cualquier valor numérico contiene inherentemente ciertos errores que resultan necesariamente de la desviación típica encontrada en sus respectivas mediciones de prueba.

15 Además, debe entenderse que cualquier intervalo numérico mencionado en el presente documento pretende incluir todos los sub-intervalos incluidos en el mismo. Por ejemplo, un intervalo de "1 a 10" está destinado a incluir todos los sub-intervalos entre (e incluyendo) el valor mínimo de 1 y el valor de 10, es decir, que tiene un valor mínimo igual o superior a 1 y un valor máximo igual o inferior a 10.

20 En esta solicitud, el uso del singular incluye el plural y el plural abarca el singular, a menos que se indique específicamente lo contrario. Además, en esta solicitud, el uso de "o" significa "y/o" a menos que se indique específicamente lo contrario, aunque "y/o" se pueden usar explícitamente en ciertos casos. Además, en esta solicitud, el uso de "un" o "una" significa "al menos uno" a menos que se indique específicamente lo contrario. Por ejemplo, "un" monoácido aromático, "un" poliácido, "un" polioliol, "un" poliácido alifático se refiere a uno o más de  
25 cualquiera de estos elementos.

Como se usa en el presente documento, el término de transición "que comprende" (y otros términos comparables, por ejemplo, "que contiene" y "que incluye") es "abierto" y se usa en referencia a las composiciones, los métodos y los componentes respectivos, que son esenciales para la invención, pero abiertos a la inclusión de materia no especificada. El término "que consiste esencialmente en" se refiere a los componentes requeridos para una  
30 realización dada y permite la presencia de componentes que no afectan materialmente las propiedades o características funcionales de esa realización. El término "que consiste en" se refiere a composiciones y métodos que son exclusivos de cualquier otro componente no mencionado en esa descripción de la realización.

35 Como se ha indicado, la presente invención está dirigida a polímeros de poliéster que pueden usarse para formar recubrimientos que incluyen, entre otros, recubrimientos transparentes y recubrimientos pigmentados que pueden aplicarse a al menos una porción de un sustrato. Como se usa en el presente documento, el término "polímero" se refiere a oligómeros y tanto a homopolímeros como a copolímeros. El término "resina" se usa indistintamente con "polímero".

40 En ciertas realizaciones, el poliéster se prepara a partir de una mezcla de reactantes que incluye un monoácido aromático, un poliácido y un polioliol. Como se usa en este documento, el término "aromático" se refiere a un hidrocarburo conjugado cíclicamente con una estabilidad (debido a la deslocalización) que es significativamente superior a la de una estructura localizada hipotética, y el término "monoácido" se refiere a un compuesto que tiene  
45 un solo grupo ácido e incluye el éster y el anhídrido del ácido. Como tal, un "monoácido aromático" se refiere a un compuesto que incluye un hidrocarburo conjugado cíclicamente con una estabilidad significativamente superior a la de una estructura localizada hipotética y que también incluye un solo grupo ácido o el éster y el anhídrido del ácido. Los ejemplos no limitantes de monoácidos aromáticos que pueden usarse para preparar el poliéster incluyen ácido benzoico, ácidos hidroxibenzoicos tales como ácido 4-hidroxibenzoico, ácido salicílico, ácido nicotínico, ácidos naftoicos, ácido cinámico, ácido fenilpropanoico y sus mezclas.

50 En ciertas realizaciones, la mezcla de reactantes usada para preparar el poliéster comprende al menos el 25 % en peso de un monoácido aromático basado en el peso total de los reactantes. En algunas de estas realizaciones, la mezcla de reactantes comprende del 25 % en peso al 60 % en peso de un monoácido aromático basado en el peso  
55 total de los reactantes. En otras realizaciones, la mezcla de reactantes comprende del 30 % en peso al 50 % en peso de un monoácido aromático, basado en el peso total de los reactantes.

60 En ciertas realizaciones, la mezcla de reactantes usada para preparar el poliéster puede estar sustancialmente libre, puede estar esencialmente libre y puede estar completamente libre de monoácidos no aromáticos. El término "sustancialmente libre de monoácidos no aromáticos" significa que la mezcla de reactantes contiene menos de 1000 partes por millón (ppm) de monoácidos no aromáticos, "esencialmente libre de monoácidos no aromáticos" significa que la mezcla de reactantes contiene menos de 100 ppm de monoácidos no aromáticos, y "completamente libre de monoácidos no aromáticos" significa que la mezcla de reactantes contiene menos de 20 partes por millardo (ppb) de monoácidos no aromáticos.

65

Como se usa en el presente documento, el término "monoácido no aromático" se refiere a monoácidos alifáticos que incluyen ésteres y anhídridos de estos ácidos. Como se usa en el presente documento, el término "alifático" se refiere a un compuesto orgánico o radical caracterizado por una estructura de cadena lineal o ramificada, o estructura de anillo cerrado, todos los cuales contienen enlaces de carbono saturados y, opcionalmente, uno o más  
 5 los enlaces carbono-carbonos insaturados, conjugados o no conjugados, como un doble enlace carbono-carbono, pero no incluyen una estructura conjugada cíclicamente con una estabilidad que es significativamente superior a la de una estructura localizada hipotética. Por lo tanto, un monoácido alifático no contiene un resto aromático. Los ejemplos no limitantes de monoácidos no aromáticos incluyen ácidos carboxílicos cicloalifáticos, incluyendo ácido  
 10 ciclohexano carboxílico, ácidos carboxílicos alifáticos C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub> tales como ácidoacético, propanoico, butanoico, hexanoico, heptanoico, octanoico y sus mezclas.

Como se ha mencionado anteriormente, el poliéster también se puede preparar con un poliácido. Como se usa en el presente documento, el término "poliácido" se refiere a un compuesto que tiene dos o más grupos ácidos e incluye el éster y el anhídrido del ácido. Los poliácidos utilizados para preparar el poliéster pueden incluir, pero no se limitan a,  
 15 poliácidos aromáticos, poliácidos no aromáticos (es decir, poliácidos alifáticos que incluyen poliácidos alifáticos cíclicos (también llamados poliácidos alicíclicos), poliácidos alifáticos de cadena lineal y poliácidos alifáticos ramificados), y sus mezclas.

Los ejemplos no limitantes de poliácidos aromáticos que pueden usarse para preparar el poliéster incluyen ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido trimelítico y sus mezclas. En dichas realizaciones, cuando se usan poliácidos aromáticos para preparar el poliéster, el poliácido comprende menos del 90 % en moles de ácido isoftálico, incluyendo su éster y anhídrido, basado en los poliácidos totales usados para preparar el poliéster. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, el poliácido comprende del 0 % en moles (es decir, completamente libre de ácido isoftálico, su éster y anhídrido) al 89 % en moles de ácido isoftálico, incluidos su éster y anhídrido, basado en los  
 20 poliácidos totales utilizados para preparar el poliéster. En ciertas realizaciones, el poliácido comprende del 0 % en moles al 85 % en moles de ácido isoftálico, incluyendo su éster y anhídrido, tales como del 0 % al 60 %, del 0 % al 40 %, o del 0 % al 20 % basado en el total de poliácidos utilizados para preparar el poliéster. En ciertas realizaciones, el poliácido comprende del 0 % en moles al 10 % en moles de ácido isoftálico, incluyendo su éster y anhídrido, basado en los poliácidos totales utilizados para preparar el poliéster. En algunas de estas realizaciones,  
 30 cuando se usan poliácidos aromáticos para preparar el poliéster, el poliácido comprende el 0 % en moles de ácido isoftálico, incluyendo su éster y anhídrido (es decir, completamente libre de ácido isoftálico, incluyendo su éster y anhídrido), basado en los poliácidos totales utilizados para preparar el poliéster.

Como se ha indicado, en ciertas realizaciones, el poliácido es un poliácido no aromático (es decir, un poliácido alifático). Los ejemplos no limitantes de poliácidos no aromáticos, es decir, alifáticos, incluyen ácido succínico, ácido adípico, anhídrido hexahidroftálico (HHPA), ciclohexanodicarboxílico (CHDA), ácidos grasos diméricos hidrogenados C<sub>36</sub>, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido glutárico, diácido decanoico, ácido ciclohexanodioico y sus mezclas.

En ciertas realizaciones, el poliácido comprende 10 carbonos o menos. Los ejemplos no limitantes de poliácidos que tienen 10 carbonos o menos que se pueden usar para preparar los presentes poliésteres incluyen cualquiera de los poliácidos mencionados anteriormente que tienen 10 carbonos o menos que incluyen, pero no se limitan a, ácido succínico, ácido adípico, anhídrido hexahidroftálico (HHPA), ácido ciclohexanodicarboxílico (CHDA) y sus mezclas.

En ciertas realizaciones, la mezcla de reactantes usada para preparar el poliéster comprende menos del 40 % en peso de poliácidos, basado en el peso total de los reactantes. En otras realizaciones, la mezcla de reactantes usada para preparar el poliéster comprende menos del 30 % en peso de poliácidos, basado en el peso total de los reactantes. En algunas de estas realizaciones, la mezcla de reactantes usada para preparar el poliéster comprende del 10 % en peso al 30 % en peso de poliácidos, basado en el peso total de los reactantes.

Como se ha mencionado anteriormente, la mezcla de reactantes que se puede usar para preparar el poliéster también puede incluir un poliol. Como se usa en este documento, el término "poliol" se refiere a un alcohol que contiene dos o más grupos hidroxilo. En ciertas realizaciones, el poliol usado para preparar el poliéster incluye tres o más grupos hidroxilo. Ejemplos no limitantes de polioles que tienen tres o más grupos hidroxilo que pueden usarse para preparar el poliéster incluyen trimetilolpropano, di-trimetilolpropano, pentaeritritol, dipentaeritritol, trimetilol  
 50 etano, trimetilol butano, glicerol, isocianurato de tris (2-hidroxietil) sus mezclas.

En ciertas realizaciones, la mezcla de reactantes que se puede usar para preparar el poliéster incluye una mezcla de polioles que comprenden un primer poliol con tres o más grupos hidroxilo y un segundo poliol con dos grupos hidroxilo. Los ejemplos no limitantes de polioles que tienen tres o más grupos hidroxilo que pueden usarse en dicha  
 60 mezcla de polioles incluyen cualquiera de los ejemplos no limitantes mencionados anteriormente. Los ejemplos no limitantes de polioles con dos grupos hidroxilo que pueden usarse en dicha mezcla de polioles incluyen etilenglicol, propilenglicol, neopentilglicol, bisfenol A hidrogenado, ciclohexanodiol; propanodiol que incluyen 1,2-propanodiol, 1,3-propanodiol, butil etilpropanodiol, 2-metil-1,3-propanodiol y 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol; butanodiol que incluyen 1,4-butanodiol, 1,3-butanodiol y 2-etil-1,4-butanodiol; pentanodiol que incluyen trimetil pentanodiol y 2-metilpentanodiol; 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol, ciclohexanodimetanol; hexanodiol que incluyen 1,6-hexanodiol; 2-etil-1,3-hexanodiol, y sus mezclas.

En ciertas realizaciones, el polioliol comprende al menos el 25 % en peso basado en el peso total de los reactantes. En algunas de estas realizaciones, el polioliol comprende del 25 % en peso al 60 % en peso basado en el peso total de los reactantes. En algunas de estas realizaciones, el polioliol comprende del 35 % en peso al 60 % en peso basado en el peso total de los reactantes.

5 El poliéster preparado a partir de la mezcla de reactantes descrita anteriormente puede tener un peso molecular promedio en peso de menos de 3000 g/mol, tal como menos de 2500 g/mol, o menos de 2000 g/mol, determinándose el peso molecular promedio en peso por cromatografía de permeación en gel utilizando un patrón de poliestireno. En ciertas realizaciones, el poliéster preparado a partir de la mezcla de reactantes descritos  
10 anteriormente tiene un peso molecular inferior a 1500 g/mol, según lo determinado por cromatografía de permeación en gel utilizando un patrón de poliestireno.

Además del peso molecular, el poliéster puede tener una viscosidad dinámica superior a 15.000 centipoise a 40 °C, tal como superior a 25.000 centipoise a 40 °C, tal como superior a 35.000 centipoise a 40 °C, o superior a 45.000  
15 centipoise a 40 °C. Como se usa en este documento, el término "viscosidad dinámica" se refiere a la fuerza tangencial por unidad de área requerida para mover un plano horizontal con respecto al otro a velocidad unitaria cuando se mantiene a una distancia separada por el fluido. La viscosidad dinámica también se conoce como viscosidad absoluta. La viscosidad dinámica del poliéster de la presente invención se mide en un reómetro Physica  
20 MCR 301 con una placa paralela de 25 mm y un espacio de 0,1 mm en función del aumento de la velocidad de cizallamiento ( $0,1$  a  $10 \text{ s}^{-1}$ ). La viscosidad dinámica del poliéster se determinó pura sin disolvente.

En ciertas realizaciones, cuando se mide a 110 °C, el poliéster tiene una viscosidad dinámica superior a 6000 centipoise a 110 °C, tal como superior a 7000 centipoise a 110 °C, tal como superior a 9000 centipoise a 110 °C, o superior a 11.000 centipoise a 110 °C.

25 Después de medir la viscosidad dinámica, también se puede determinar la viscosidad cinemática del poliéster. Como se usa en el presente documento, el término "viscosidad cinemática" se refiere a la relación de viscosidad dinámica a la densidad del poliéster. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, el poliéster puede tener una viscosidad cinemática superior a 10.000 centistoke a 40 °C, tal como superior a 20.000 centistoke a 40 °C, tal como superior a 30.000 centistoke a 40 °C, o superior a 40.000 centistoke a 40 °C. La densidad del poliéster a 40 °C se midió utilizando una  
30 taza de peso patrón por galón de EE.UU.

En ciertas realizaciones, los poliésteres de la presente invención tienen una temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) inferior a 20 °C, tal como inferior a 10 °C, o inferior a 0 °C. En ciertas realizaciones, la temperatura de transición vítrea del poliéster es inferior a -5 °C. Como se usa en este documento, "temperatura de transición vítrea" se refiere a la temperatura a la que un material amorfo cambia de un estado frágil y vítreo a un estado plástico según lo determinado por calorimetría diferencial de barrido.

Además, en ciertas realizaciones, los poliésteres de la presente invención tienen un índice de hidroxilo que oscila de 140 mg de KOH/g a 340 mg de KOH/g. En algunas realizaciones, los poliésteres tienen un índice de hidroxilo que oscila de 170 mg de KOH/g a 340 mg de KOH/g. En ciertas realizaciones, los poliésteres tienen un índice de hidroxilo que oscila de 190 mg de KOH/g a 300 mg de KOH/g.

Los poliésteres de la presente invención pueden tener un índice de acidez de menos de 15 mg de KOH/g. En ciertas realizaciones, los poliésteres tienen un índice de acidez de menos de 10 mg de KOH/g, tal como menos de 7 mg de KOH/g, o menos de 5 mg de KOH/g. En ciertas realizaciones, los poliésteres tienen un índice de acidez de menos de 2 mg de KOH/g.

Se encontró que los poliésteres de la presente invención no forman un gel, incluso cuando se hacen reaccionar casi hasta su finalización (> 98 % de la reacción según se determina midiendo el índice de acidez de la mezcla de reacción), que puede ocurrir con otros poliésteres. Como tales, los poliésteres de la presente invención pueden prepararse sin usar un equipo especial o métodos de preparación engorrosos para evitar la gelificación.

En ciertas realizaciones, el poliéster de la presente invención tiene una polidispersidad de menos de 3,5, tal como menos de 3,0, o menos de 2,5. En algunas realizaciones, la polidispersidad del poliéster es inferior a 2, tal como entre 1,8 y 2,0. Como se usa en el presente documento, "polidispersidad" se refiere al peso molecular promedio en peso de un polímero dividido por el peso molecular promedio en número del polímero, evaluándose tanto el peso molecular promedio en peso como el promedio usando cromatografía de permeación en gel y un patrón de poliestireno. La polidispersidad refleja la distribución de pesos moleculares individuales en una muestra de polímero.

60 En ciertas realizaciones, el poliéster de la presente invención tiene un índice de refracción superior a 1,4, tal como superior a 1,45, o superior a 1,48. En algunas realizaciones, el índice de refracción del poliéster es de 1,48 a 1,80, tal como de 1,48 a 1,60, o de 1,51 a 1,54. Como se usa en este documento, "índice de refracción" se refiere al cambio en la dirección (es decir, la flexión aparente) de un rayo de luz que pasa de un medio a otro. El índice de refracción se puede medir utilizando un refractómetro como el refractómetro de Bausch y Lomb.

En ciertas realizaciones, los poliésteres de la presente invención se preparan a partir de una mezcla de reactantes que consiste esencialmente en: a) un monoácido aromático, en el que el monoácido aromático comprende del 25 % en peso al 60 % en peso basado en el peso total de reactantes; b) un poliácido, en el que el poliácido comprende menos del 90 % en moles de ácido isoftálico; y c) un poliol que comprende al menos 3 grupos hidroxilo, en el que la mezcla de reactantes está sustancialmente libre de monoácido no aromático, y dicho poliéster tiene una viscosidad dinámica superior a 15.000 centipoise a 40 °C y un índice de acidez inferior a 15 mg de KOH/g.

En ciertas realizaciones, el poliéster de la presente invención se disuelve o dispersa en un disolvente o una mezcla de disolventes. Normalmente, los disolventes que se pueden usar para disolver o dispersar el poliéster incluyen, pero no se limitan a, agua, compuestos orgánicos y sus mezclas. En ciertas realizaciones, el disolvente puede estar sustancialmente libre, puede estar esencialmente libre y puede estar completamente libre de agua. El término "sustancialmente libre de agua" significa que el disolvente contiene menos de 1000 partes por millón (ppm) de agua, "esencialmente libre de agua" significa que el disolvente contiene menos de 100 ppm de agua y "completamente libre de agua" significa que el disolvente contiene menos de 20 partes por millardo (ppb) de agua.

Los ejemplos no limitantes de disolventes orgánicos que se pueden usar para disolver o dispersar el poliéster incluyen glicoles, alcoholes de glicol éter, alcoholes y cetonas. Otros ejemplos no limitantes de disolventes orgánicos incluyen hidrocarburos aromáticos, como el xileno y el tolueno, y los disponibles en Exxon-Mobil Chemical Company con el nombre comercial Solvesso; acetatos que incluyen acetatos de glicol éter, acetato de etilo, acetato de n-butilo, acetato de n-hexilo y sus mezclas; alcoholes minerales, naftas y/o sus mezclas. "Acetatos" incluyen los acetatos de glicol éter.

En ciertas realizaciones, la cantidad de disolvente añadido para dispersar o disolver el poliéster es tal que el poliéster representa del 30 al 95 % en peso basado en los sólidos de la resina. En ciertas realizaciones, la cantidad de disolvente añadido para dispersar o disolver el poliéster ramificado es tal que el poliéster representa del 60 al 95 % en peso, tal como el 85 % en peso, basado en los sólidos de la resina. Como resultado, se pueden obtener poliésteres con COV extremadamente bajos.

Como se ha mencionado anteriormente, la presente invención también está dirigida a composiciones de recubrimiento que incluyen cualquiera de los poliésteres descritos anteriormente y un reticulante. El reticulante se puede seleccionar para que sea reactivo con el grupo o grupos funcionales en el poliéster. Se apreciará que los recubrimientos de la presente invención pueden curar a través de la reacción de los grupos hidroxilo y/u otra funcionalidad en el poliéster y el reticulante.

Los ejemplos no limitantes de reticulantes incluyen resinas fenólicas, resinas amino, resinas epoxi, resinas beta-hidroxi (alquil) amidas, resinas de carbamato alquilado, isocianatos, poliácidos, anhídridos, materiales con funcionalidad de ácido organometálico, poliaminas, poliamidas, aminoplastos y sus mezclas.

Los ejemplos no limitantes de isocianatos incluyen isocianatos multifuncionales. Los ejemplos de poliisocianatos multifuncionales incluyen diisocianatos alifáticos tales como diisocianato de hexametileno y diisocianato de isoforona, y diisocianatos aromáticos tales como diisocianato de tolueno y diisocianato de 4,4'-difenilmetano. Los poliisocianatos pueden estar bloqueados o no bloqueados. Los ejemplos de otros poliisocianatos adecuados incluyen trímeros de isocianurato, alofanatos y uretdionas de diisocianatos y policarbodiimidas, tales como los descritos en la Patente de EE.UU. n.º 8.389.113. Los poliisocianatos adecuados son bien conocidos en la técnica y están ampliamente disponibles en el mercado. Los ejemplos de isocianatos disponibles en el mercado incluyen Desmodur N 3300A, Desmodur Z 4470BA, Desmodur N 3900 y Desmodur N 3400, que están disponibles en el mercado en Bayer Corporation.

Los ejemplos no limitantes de aminoplastos incluyen condensados de aminas y/o amidas con aldehído. Las aminas o amidas más comunes son la melamina, la urea o la benzoguanamina. Por ejemplo, el condensado de melamina con formaldehído es un aminoplasto adecuado. Sin embargo, se pueden usar condensados con otras aminas o amidas; por ejemplo, condensados de aldehído de glicolurilo. Mientras que el aldehído usado más a menudo es formaldehído, pueden usarse otros aldehídos como el acetaldehído, el crotonaldehído y el benzaldehído.

El aminoplasto contiene grupos metilol y al menos una porción de estos grupos puede estar eterificada con un alcohol para modificar la respuesta de curación. Se puede emplear cualquier alcohol monohídrico para este propósito, incluyendo metanol, etanol, butanol y hexanol. Las resinas de aminoplastos adecuadas, tales como Cymel 202 o Cymel 303, son ejemplos aceptables que actúan como curativos y están disponibles en Cytec Industries.

En ciertas realizaciones, para preparar recubrimientos usando los poliésteres y reticulantes descritos anteriormente, los poliésteres y reticulantes pueden disolverse o dispersarse en un disolvente o una mezcla de disolventes. En ciertas realizaciones, el disolvente puede estar sustancialmente libre, puede estar esencialmente libre y puede estar completamente libre de agua. El término "sustancialmente libre de agua" significa que el disolvente contiene menos de 1000 partes por millón (ppm) de agua, "esencialmente libre de agua" significa que el disolvente contiene menos de 100 ppm de agua y "completamente libre de agua" significa que el disolvente contiene menos de 20 partes por millardo (ppb) de agua.

Los ejemplos no limitantes de disolventes que se pueden usar para disolver o dispersar los poliésteres y reticulantes incluyen cualquiera de los disolventes descritos anteriormente. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, el disolvente es un disolvente orgánico que puede incluir, pero no está limitado a, glicoles, alcoholes de glicol éter, alcoholes y cetonas; hidrocarburos aromáticos, tales como xileno y tolueno, y los disponibles en Exxon-Mobil Chemical Company bajo el nombre comercial Solvesso; acetatos que incluyen acetatos de glicol éter, acetato de etilo, acetato de n-butilo, acetato de n-hexilo y sus mezclas; alcoholes minerales, naftas y/o sus mezclas. "Acetatos" incluyen los acetatos de glicol éter.

En ciertas realizaciones, los recubrimientos de la presente invención pueden comprender del 1 al 100 % en peso, tal como del 5 al 80 % en peso, o del 10 al 60 % en peso de los poliésteres descritos en el presente documento basado en el peso total de la composición de recubrimiento.

En ciertas realizaciones, los recubrimientos de la presente invención comprenden del 0 al 80 % en peso, tal como del 5 al 60 % en peso, o del 8 al 40 % en peso de un reticulante o combinación de reticulantes basado en el peso total de la composición de recubrimiento.

Se apreciará que los poliésteres de la presente invención (y los reticulantes, si se usan) pueden formar la totalidad o parte de la resina formadora de película del recubrimiento. En ciertas realizaciones, también se usa una o más resinas formadoras de película adicionales en el recubrimiento. Por ejemplo, las composiciones de recubrimiento pueden comprender cualquiera de varias composiciones termoplásticas y/o termoendurecibles conocidas en la técnica.

Las composiciones de recubrimiento termoendurecibles o curables normalmente comprenden polímeros formadores de película o resinas que tienen grupos funcionales que son reactivos con ellos mismos o con un agente reticulante. La resina formadora de película adicional se puede seleccionar entre, por ejemplo, polímeros acrílicos, polímeros de poliéster adicionales que son iguales o diferentes a los descritos anteriormente, polímeros de poliuretano, polímeros de poliamida, polímeros de poliéter, polímeros de polisiloxano, polímeros de poliepoxi, resinas epoxi, resinas de vinilo, sus copolímeros y sus mezclas. En general, estos polímeros pueden ser cualquier polímero de estos tipos fabricados por cualquier método conocido por los expertos en la materia. Los grupos funcionales en la resina formadora de película pueden seleccionarse de cualquiera de varios grupos funcionales reactivos que incluyen, por ejemplo, grupos ácido carboxílico, grupos amina, grupos epóxido, grupos hidroxilo, grupos tiol, grupos carbamato, grupos amida, grupos urea, grupos isocianato (incluidos grupos isocianato bloqueados), grupos mercaptanos y combinaciones de los mismos. También se pueden usar mezclas apropiadas de resinas formadoras de película en la preparación de las presentes composiciones de recubrimiento.

Las composiciones de recubrimiento termoendurecibles normalmente comprenden un agente de reticulación que puede seleccionarse de cualquiera de los reticulantes descritos anteriormente o conocidos en la técnica para reaccionar con la funcionalidad usada en el recubrimiento. En ciertas realizaciones, los recubrimientos presentes comprenden un polímero o resina termoendurecible formadora de película y un agente de reticulación para los mismos y el reticulante es el mismo o diferente del reticulante que se usa para reticular los poliésteres descritos en este documento. En ciertas otras realizaciones, se usa un polímero o resina termoendurecible formadora de película que tiene grupos funcionales que son reactivos con ellos mismos; de esta manera, dichos recubrimientos termoendurecibles son autorreticulables.

En ciertas realizaciones, los recubrimientos de la presente invención también incluyen un catalizador de curado. Se puede usar cualquier catalizador de curado usado normalmente para catalizar reacciones de reticulación entre resinas de poliéster y reticulantes, y no hay limitaciones particulares sobre el catalizador. Los ejemplos no limitantes de dicho catalizador de curado incluyen ácido fosfórico, ácido alquil aril sulfónico, ácido dodecil benceno sulfónico, ácido dinonil naftalensulfónico y ácido dinonil naftaleno disulfónico, complejos de compuestos organometálicos que incluyen estaño, zinc o bismuto o bases de aminas terciarias. "Curado" se refiere a la formación de enlaces entre el poliéster y el reticulante que da como resultado la formación de un recubrimiento reticulado. El curado puede ocurrir al aplicar un estímulo externo que incluye, entre otros, calor, irradiación ultravioleta, exposición a la humedad, y exposición a oxígeno atmosférico.

En ciertas realizaciones, los recubrimientos de la presente invención pueden comprender del 0 al 7 % en peso, tal como del 0,001 al 5 % en peso de un catalizador de curado basado en el peso total de la composición de recubrimiento.

Las composiciones de recubrimiento de la presente invención también pueden incluir otros materiales opcionales bien conocidos en la técnica de formulación de recubrimientos. Por ejemplo, las composiciones de recubrimiento de la presente invención también pueden incluir un colorante. Como se usa en el presente documento, "colorante" se refiere a cualquier sustancia que imparte color y/u opacidad y/u otro efecto visual a la composición. El colorante se puede añadir al recubrimiento en cualquier forma adecuada, como partículas discretas, dispersiones, soluciones y/o escamas. Se puede usar un solo colorante o una mezcla de dos o más colorantes en los recubrimientos de la presente invención. Una "carga", por otro lado, no necesariamente imparte ningún color y/u opacidad y/u otro efecto visual a la composición.

Los colorantes de ejemplo incluyen pigmentos (orgánicos o inorgánicos), tintes y tinturas, como los utilizados en la industria de la pintura y/o enumerados en la Asociación de Fabricantes de Color Seco (DCMA), así como composiciones de efectos especiales. Un colorante puede incluir, por ejemplo, un polvo sólido finamente dividido que es insoluble pero humectable bajo las condiciones de uso. Un colorante puede ser orgánico o inorgánico y puede ser aglomerado o no aglomerado. Se pueden incorporar colorantes en los recubrimientos mediante el uso de un vehículo de molienda, tal como un vehículo de molienda acrílico, cuyo uso será conocido para un experto en la materia.

Ejemplos de pigmentos y/o composiciones de pigmentos incluyen, pero no se limitan a, pigmento crudo de carbazol dioxazina, azo, monoazo, diazo, naftol AS, tipo de sal (escamas), bencimidazolona, isoindolinona, isoindolina y ftalocianina policíclica, quinacridona, perinilina, perinona, dicetopirrol pirrol, tioindigo, antraquinona, indantrona, antipirimidina, flavantrona, pirantrona, anantrona, dioxazina, triarilcarbonio, pigmentos de quinoftalona, dicetopirrol pirrol rojo ("DPPBO rojo"), dióxido de titanio, negro de humo y sus mezclas. Los términos "pigmento" y "carga coloreada" se pueden usar indistintamente.

Los tintes de ejemplo incluyen, pero no se limitan a, aquellos que tienen una base acuosa y/o disolvente, tales como ftalo verde o azul, óxido de hierro, vanadato de bismuto, antraquinona, perileno y quinacridona.

Las tinturas de ejemplo incluyen, pero no se limitan a, pigmentos dispersados en vehículos a base de agua o miscibles con agua tales como AQUA-CHEM 896 disponible en el mercado en Degussa, Inc., CHARISMA COLORANTS y MAXITONER INDUSTRIAL COLORANTS disponibles en el mercado en Accurate Dispersions, división de Eastman Chemical, Inc.

Como se ha indicado anteriormente, el colorante puede estar en forma de una dispersión que incluye, pero no se limita a, una dispersión de nanopartículas. Las dispersiones de nanopartículas pueden incluir uno o más colorantes de nanopartículas altamente dispersas y/o partículas de colorantes que producen un color visible y/u opacidad y/o efecto visual deseados. Las dispersiones de nanopartículas pueden incluir colorantes tales como pigmentos o colorantes que tienen un tamaño de partícula inferior a 150 nm, tal como inferior a 70 nm, o inferior a 30 nm. Las nanopartículas pueden producirse moliendo pigmentos orgánicos o inorgánicos con medios de molienda que tienen un tamaño de partícula de menos de 0,5 mm . Ejemplo de dispersiones de nanopartículas y métodos para prepararlas se identifican en la Patente de Estados Unidos n.º 6.875.800 B2. Las dispersiones de nanopartículas también pueden producirse por cristalización, precipitación, condensación en fase gaseosa y desgaste químico (es decir, disolución parcial).

Con el fin de minimizar la re-aglomeración de nanopartículas dentro del recubrimiento, se puede usar una dispersión de nanopartículas recubiertas con resina. Como se usa en este documento, una "dispersión de nanopartículas recubiertas con resina" se refiere a una fase continua en la que se dispersan "micropartículas compuestas" discretas que comprenden una nanopartícula y un recubrimiento de resina sobre la nanopartícula. Ejemplos de dispersiones de nanopartículas recubiertas con resina y métodos para prepararlas se describen, por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos n.º 7.605.194 en la col. 3, línea 56 hasta la col. 16, línea 25.

Ejemplos de composiciones de efectos especiales que pueden usarse en las composiciones de la presente invención incluyen pigmentos y/o composiciones que producen uno o más efectos de apariencia tales como reflectancia, perlescencia, brillo metálico, fosforescencia, fluorescencia, fotocromismo, fotosensibilidad, termocromismo, goniocromismo y/o cambio de color. Las composiciones de efectos especiales adicionales pueden proporcionar otras propiedades perceptibles, como opacidad o textura. En una realización no limitante, las composiciones de efectos especiales pueden producir un cambio de color, de manera que el color del recubrimiento cambia cuando el recubrimiento se ve desde diferentes ángulos. Ejemplos de composiciones de efectos de color se identifican en la Patente de Estados Unidos n.º 6.894.086. Las composiciones de efectos de color adicionales pueden incluir mica recubierta transparente y/o mica sintética, sílice recubierta, alúmina recubierta, un pigmento de cristal líquido transparente, un recubrimiento de cristal líquido y/o cualquier composición en la que la interferencia resulte de un índice de refracción diferencial dentro del material debido al índice de refracción diferencial entre la superficie del material y el aire.

Otros ejemplos no limitantes de materiales que pueden usarse con las composiciones de recubrimiento de la presente invención incluyen plastificantes, partículas resistentes a la abrasión, partículas resistentes a la corrosión, aditivos inhibidores de la corrosión, cargas que incluyen, pero no se limitan a, micas, talco, arcillas y minerales inorgánicos, antioxidantes, estabilizadores frente a la luz de amina impedida, absorbentes y estabilizadores frente a la luz UV, tensioactivos, agentes de control de flujo y superficie, agentes tixotrópicos, cargas, cosolventes orgánicos, diluyentes reactivos, catalizadores, inhibidores de reacción y otros agentes auxiliares habituales.

En ciertas realizaciones, los materiales opcionales tales como colorantes pueden comprender del 0 % en peso al 80 % en peso, tal como del 0,01 % en peso al 60 % en peso basado en el peso total de la composición de recubrimiento.

65



Los recubrimientos de la presente invención se pueden aplicar a una amplia gama de sustratos conocidos en la industria de los recubrimientos. Por ejemplo, los recubrimientos de la presente invención se pueden aplicar a sustratos automotrices, sustratos industriales, sustratos de embalaje, suelos y muebles de madera, prendas de vestir, electrónica que incluye carcasas y circuitos, vidrio y transparencias, equipos deportivos que incluyen pelotas de golf. Estos sustratos pueden ser, por ejemplo, metálicos o no metálicos. Los sustratos metálicos incluyen estaño, acero, acero estañado, acero pasivado con cromo, acero galvanizado, aluminio, papel de aluminio. Los sustratos no metálicos incluyen polímeros, plásticos, poliéster, poliolefinas, poliamidas, celulósicas, poliestireno, poliacrílicos, poli (etilenaftalato), polipropileno, polietileno, nailon, EVOH, ácido poliláctico, otros sustratos poliméricos "verdes", poli (etilentereftalato) (PET), policarbonato, policarbonato acrilobutadieno estireno (PC/ABS), poliamida, madera, chapa, madera compuesta, tableros de partículas, tableros de fibra de densidad media, cemento, piedra, vidrio, papel, cartón, textiles, cuero, tanto sintéticos como naturales.

Los recubrimientos de la presente invención se pueden aplicar por cualquier medio convencional en la técnica, tal como electrorrecubrimiento, pulverización, pulverización electrostática, inmersión, laminado, cepillado. Los recubrimientos de la presente invención se pueden aplicar a un espesor de película seca de 0,05 milésimas de pulgada a 20 milésimas de pulgada (1,27-508  $\mu\text{m}$ ), tal como de 0,5 milésimas de pulgada a 5 milésimas de pulgada (12,7-127  $\mu\text{m}$ ), o de 0,8 milésimas de pulgada a 3 milésimas de pulgada (20,3-76,2  $\mu\text{m}$ ).

Los poliésteres descritos anteriormente se pueden usar en varios tipos de recubrimiento. Por ejemplo, los poliésteres se pueden usar con composiciones de un componente (1K) o de varios componentes, como dos componentes (2K) o más. Como se usa en este documento, una composición de recubrimiento 1K se refiere a una composición en la que todos los componentes del recubrimiento se mantienen en el mismo recipiente después de la fabricación, durante el almacenamiento, etc. En un recubrimiento 1K, los componentes reactivos no reaccionan fácilmente en condiciones ambientales o ligeramente térmicas, sino que solo reaccionan ante la activación de una fuente de energía externa. Como se usa en este documento, "condiciones ambientales" se refiere a las condiciones de temperatura y humedad ambiente o a las condiciones de temperatura y humedad que se encuentran normalmente en el área en la que la composición de recubrimiento se está aplicando a un sustrato, mientras que las "condiciones ligeramente térmicas" son temperaturas que están ligeramente por encima de la temperatura ambiente, pero generalmente están por debajo de la temperatura de curado para la composición de recubrimiento. Se puede aplicar un recubrimiento 1K a un sustrato y curarlo por cualquier medio convencional, como por ejemplo, mediante calentamiento, aire forzado. En contraste, una composición de múltiples componentes, como una composición de 2K, se refiere a un recubrimiento en el que varios componentes se mantienen por separado hasta justo antes de la aplicación. En una composición de múltiples componentes, los componentes reactivos reaccionan y se curan fácilmente sin activación de una fuente de energía externa.

Las composiciones de recubrimiento de la presente invención se pueden usar como una capa transparente o una capa pigmentada. Una capa transparente se refiere a un recubrimiento que es sustancialmente transparente. Por lo tanto, una capa transparente puede tener un cierto grado de color, siempre que no haga que la capa transparente sea opaca o afecte de otro modo significativo, a la capacidad de ver el sustrato subyacente. En contraste, una capa pigmentada impartirá algún tipo de color y/u otro efecto visual al sustrato al que se aplica.

Las composiciones de recubrimiento de la presente invención también se pueden usar solas o en combinación como imprimaciones, capas de base y/o capas de acabado. Una "composición de recubrimiento de imprimación" se refiere a composiciones de recubrimiento de las cuales se puede depositar una capa inferior sobre un sustrato para preparar la superficie para la aplicación de un sistema de recubrimiento protector o decorativo. Dichas composiciones a menudo están recubiertas con un sistema de recubrimiento protector y decorativo, tal como una capa superior monocapa o una combinación de una composición de recubrimiento de base pigmentada y una composición de capa transparente.

Los siguientes ejemplos se presentan para demostrar los principios generales de la invención. La invención no debe considerarse limitada a los ejemplos específicos presentados. Todas las partes y porcentajes en los ejemplos están en peso a menos que se indique lo contrario.

### Ejemplo 1

Preparación y evaluación de un poliéster

Un poliéster de acuerdo con la presente invención se preparó añadiendo 3543,8 gramos de trimetilolpropano, 1559,3 gramos de ácido succínico, 2897,3 gramos de ácido benzoico y 8,0 gramos de fosfito de trifenilo a un recipiente de reacción adecuado equipado con un agitador, sonda de temperatura, una equipo de destilación para la recuperación de glicol (columna empaquetada con la columna vacía en la parte superior y la cabeza de destilación conectada a un condensador enfriado por agua) y un rociado de nitrógeno. Los contenidos del reactor se calentaron gradualmente a 215 °C con la eliminación continua del destilado de agua que comienza a aproximadamente 150 °C. La temperatura de la mezcla de reacción se mantuvo a 215 °C hasta que se recogieron aproximadamente 862,4 gramos de agua y el índice de acidez de la mezcla de reacción fue de 1,5 mg de KOH/g. Los contenidos del reactor se enfriaron a 100 °C antes de verter. La solución de resina final tenía un porcentaje medido de sólidos (110 °C/1 hora) de

aproximadamente el 98,1 %, un índice de acidez de 1,42 mg de KOH/g y un índice de hidroxilo de 227,2 mg de KOH/g. La temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) del poliéster fue de  $-14\text{ }^\circ\text{C}$ , según lo determinado por calorimetría de barrido diferencial (TAI Discovery DSC). La cromatografía de permeación en gel se utilizó con disolventes de tetrahidrofurano y patrones de poliestireno para determinar un peso molecular promedio en peso de 1006 g/mol. La polidispersidad del poliéster fue de 1,9. Las mediciones del índice de refracción se realizaron en un refractómetro Bausch&Lomb Modelo 33-46-10 de acuerdo con la norma ASTM D1218-87. El índice de refracción del poliéster fue de 1,5282. La viscosidad dinámica del poliéster se midió a  $40\text{ }^\circ\text{C}$  y  $110\text{ }^\circ\text{C}$  en un reómetro Physica MCR 301 con una placa paralela de 25 mm y un espacio de 0,1 mm en función del aumento de la velocidad de cizallamiento ( $0,1$  a  $10\text{ s}^{-1}$ ). Los resultados de la viscosidad se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

|  | Velocidad de cizallamiento ( $\text{s}^{-1}$ ) de 0,1 | Velocidad de cizallamiento ( $\text{s}^{-1}$ ) de 1 | Velocidad de cizallamiento ( $\text{s}^{-1}$ ) de 10 |
|--|---|---|--|
| Viscosidad (cPs) a $40\text{ }^\circ\text{C}$  | 66.400  | 65.300  | 64.600   |
| Viscosidad (cPs) a $110\text{ }^\circ\text{C}$ | 14.650  | 14.300  | 12.850   |

Según los datos mostrados anteriormente, se determinó que la viscosidad dinámica promedio del poliéster a  $40\text{ }^\circ\text{C}$  era de 65.433,3 centipoise, y la viscosidad dinámica promedio del poliéster a  $110\text{ }^\circ\text{C}$  se determinó que era de 13.933,3 centipoise.

La densidad del poliéster a  $40\text{ }^\circ\text{C}$  fue de 1,183 g/ml utilizando una copa de peso patrón por galón de EE.UU. suministrada por Gardco. Sobre la base de la densidad y la viscosidad dinámica promedio del poliéster, se determinó que la viscosidad cinemática del poliéster a  $40\text{ }^\circ\text{C}$  era de 55.311,3 centistoke.

### Ejemplo 2

Preparación de un poliéster

Se preparó un poliéster según la presente invención mediante la adición de 1550,5 gramos de trimetilolpropano, 682,5 gramos de ácido succínico, 1267,8 gramos de ácido benzoico, 164,8 gramos de Solvesso 100 (disolvente de nafta (petróleo), disponible en el mercado en Exxon-Mobil), 1,75 gramos de óxido de di-butil estaño y 3,5 gramos de fosfito de trifenilo a un recipiente de reacción adecuado equipado con un agitador, sonda de temperatura y trampa Dean-Stark con un condensador, bajo una atmósfera de nitrógeno. Los contenidos del reactor se calentaron gradualmente a  $230\text{ }^\circ\text{C}$  con la eliminación continua del destilado de agua que comienza a aproximadamente  $150\text{ }^\circ\text{C}$ . La temperatura de la mezcla de reacción se mantuvo a  $230\text{ }^\circ\text{C}$  hasta que se recogieron aproximadamente 402 gramos de agua y el índice de acidez de la mezcla de reacción fue de 1,3 mg de KOH/g. Los contenidos del reactor se enfriaron a  $120\text{ }^\circ\text{C}$  antes de diluirlos al 85 % de los sólidos teóricos con 109,8 gramos de Solvesso 100 (disolvente de nafta (petróleo), disponible en el mercado en Exxon-Mobil) y 274,7 gramos de acetato de n-butilo. La solución de resina final tenía un porcentaje medido de sólidos ( $110\text{ }^\circ\text{C}/1$  hora) de aproximadamente el 84,5 %, una viscosidad de Gardner-Holt de Z1-Z2, un índice de acidez de 0,6 mg de KOH/g y un índice de hidroxilo de 190,2 mg de KOH/sol. La cromatografía de permeación en gel se utilizó con disolventes de tetrahidrofurano y patrones de poliestireno para determinar un peso molecular promedio en peso de 1000 g/mol.

### Ejemplo 3

Preparación de un poliéster

Se preparó un poliéster según la presente invención añadiendo 808,5 gramos de trimetilolpropano, 440,3 gramos de ácido adípico, 551,3 gramos de ácido benzoico, 0,9 gramos de óxido de di-butil estaño y 1,8 gramos de fosfito de trifenilo a un recipiente de reacción adecuado equipado con un agitador, una sonda de temperatura, un equipo de destilación para la recuperación de glicol (columna rellena con una columna vacía en la parte superior y la cabeza de destilación conectada a un condensador enfriado por agua), y un rociado de nitrógeno. Los contenidos del reactor se calentaron gradualmente a  $215\text{ }^\circ\text{C}$  con la eliminación continua del destilado de agua que comienza a aproximadamente  $165\text{ }^\circ\text{C}$ . La temperatura de la mezcla de reacción se mantuvo a  $215\text{ }^\circ\text{C}$  hasta que se recogieron aproximadamente 172 gramos de agua y el índice de acidez de la mezcla de reacción fue de 2,0 mg de KOH/g de muestra. Los contenidos del reactor se enfriaron a  $122\text{ }^\circ\text{C}$  antes de diluir al 85 % de sólidos teóricos con 199,4 gramos de Solvesso 100 (disolvente de nafta (petróleo), disponible en el mercado en Exxon-Mobil) y 85,5 gramos de acetato de n-butilo. La solución de resina final tenía un porcentaje de sólidos medidos ( $110\text{ }^\circ\text{C}/1$  hora) de aproximadamente el 82,84 %, una viscosidad de Gardner-Holt de X-, un índice de acidez de 1,60 mg de KOH/g y un índice de hidroxilo de 222,0 mg de KOH/g. La cromatografía de permeación en gel se utilizó con disolventes de tetrahidrofurano y patrones de poliestireno para determinar un peso molecular promedio en peso de 1225 g/mol.

### Ejemplo 4

Preparación de monocapa pigmentada amarilla 2K

Se preparó una monocapa pigmentada de color amarillo de acuerdo con la presente invención a partir de la siguiente mezcla de ingredientes que se enumeran en la Tabla 2.

Tabla 2

| Ingrediente                      | Peso (gramos) |
|----------------------------------|---------------|
| Poliéster del Ejemplo 1          | 32,9          |
| Acetato de n-butilo              | 5,3           |
| 3-etoxipropionato de etilo       | 2,1           |
| Cetona Eastman C-11 <sup>1</sup> | 1,7           |
| Oxsol 100 <sup>2</sup>           | 4,4           |
| Acetato de metilo                | 4,4           |
| Solvesso 100 Fluid <sup>3</sup>  | 3,2           |
| Disperbyk-110 <sup>4</sup>       | 1,1           |
| Mapico 1050A <sup>5</sup>        | 13,4          |
| Tiona 595 <sup>6</sup>           | 3,2           |
| Dynoadd F-201 <sup>7</sup>       | 0,3           |
| Tinuvin 292 <sup>8</sup>         | 1,1           |
| Tinuvin 328 <sup>9</sup>         | 0,6           |
| Dilaurato de dibutilestaño       | 0,02          |
| Ácido 2-etilhexanoico            | 1,1           |
| Desmodur N 3300A <sup>10</sup>   | 25,2          |

<sup>1</sup> Mezcla de disolventes de cetona, disponible en el mercado en Eastman Chemical Co.  
<sup>2</sup> Benceno, 1-cloro-4 (trifluorometilo), disponible en el mercado en OXSOL  
<sup>3</sup> Disolvente de nafta (petróleo), disponible en el mercado en Exxon-Mobil.  
<sup>4</sup> Aditivo humectante y dispersante, disponible en el mercado en BYK.  
<sup>5</sup> Hidrato de óxido férrico (pigmento), disponible en el mercado en Rockwood.  
<sup>6</sup> Dióxido de titanio (pigmento), disponible en el mercado en Crystal Global.  
<sup>7</sup> Aditivo de flujo, disponible en el mercado en Dynea Corporation.  
<sup>8</sup> Estabilizador frente a la luz, disponible en el mercado en Ciba Specialty Chemicals.  
<sup>9</sup> Estabilizador frente a la luz, disponible en el mercado en Ciba Specialty Chemicals.  
<sup>10</sup> Resina polifuncional de isocianato alifático a base de diisocianato de hexametileno (HDI), disponible en el mercado en Bayer MaterialScience.

5 El poliéster del Ejemplo 1 se añadió en un recipiente de tamaño apropiado con acetato de n-butilo, 3-etoxipropionato de etilo, cetona Eastman C-11, Solvesso 100 Fluid, Mapico 1050A, Tiona 595 y Disperbyk-110. Los pigmentos, Mapico 1050A y Tiona 595 se dispersaron bajo una fuerza de cizallamiento alta hasta que se obtuvo un tamaño de partícula inferior a 10 µm, determinado por un "Calibre de finura de molienda" de Hegman de acuerdo con la norma  
 10 ASTM D1210. Los disolventes restantes (acetato de metilo y Oxsol 100) y todos los demás ingredientes, excepto el reticulante de isocianato (Desmodur N 3300A), se añadieron al concentrado de pigmento y se agitaron en condiciones de bajo cizallamiento hasta que los ingredientes se incorporaron bien y se observó una mezcla homogénea. El reticulante de isocianato (Desmodur N 3300A) se añadió entonces a la porción pigmentada del recubrimiento. El recubrimiento mixto se aplicó a condiciones de temperatura y humedad ambientales utilizando una pistola de aspersión compatible con Graco AirPro sobre una base de poliuretano 2K a base de disolvente en un  
 15 sustrato de acero laminado en frío Bondrite B-1000 (con enjuague con agua desionizada) y a continuación se curó calentando en un horno a 180 °F (82 °C) durante 30 minutos. La combinación de imprimación y capa final resultante se probó para varias propiedades físicas y de rendimiento. Las propiedades físicas y de rendimiento del recubrimiento curado se muestran a continuación en la Tabla 3.

Tabla 3

| Prueba física/rendimiento  | Resultado               |
|--|-------------------------|
| Brillo 20° <sup>1</sup>  | 88                      |
| % de materia no volátil (volumen) <sup>2</sup>                             | 64,6                    |
| COV kg/l (lbs./gal) <sup>3</sup>   | 3,11 (2,6)              |
| Dureza del lápiz <sup>4</sup>  | 4H                      |
| Resistencia a los disolventes <sup>5</sup>                                 | 100+ MEK doble fricción |
| Adherencia de rallado <sup>6</sup>   | 5B                      |
| Impacto directo <sup>7</sup>   | 2,26 Nm (> 90 in-lb)    |
| Impacto inverso <sup>8</sup>   | 10,17 Nm (> 20 in-lb)   |
| Flexión del mandril <sup>9</sup>   | 0 mm                    |
| Retención de brillo a 20° a las 5000 h. Intemperie acelerada <sup>10</sup> | 88,2 %                  |

- <sup>1</sup> Brillo especular medido de acuerdo con la norma ASTM D523.  
<sup>2</sup> Volumen de materia no volátil en recubrimientos transparentes o pigmentados, medido de acuerdo con la norma ASTM D2697.  
<sup>3</sup> Cantidad de compuestos orgánicos volátiles en un recubrimiento medido de acuerdo con la norma ASTM D3960.  
<sup>4</sup> Dureza de la película de un recubrimiento probado de acuerdo con la norma ASTM D3363.  
<sup>5</sup> Resistencia a los disolventes de un recubrimiento orgánico que utiliza fricciones con disolventes de metil etil cetona (MEK) medidas de acuerdo con la norma ASTM D5402.  
<sup>6</sup> Adhesión de un recubrimiento a un sustrato medido de acuerdo con la norma ASTM D3359.  
<sup>7</sup> Resistencia al agrietamiento causado por impacto directo medido de acuerdo con la norma ASTM D2794.  
<sup>8</sup> Resistencia al agrietamiento causado por el impacto inverso medido de acuerdo con la norma ASTM D2794.  
<sup>9</sup> Flexibilidad de un recubrimiento adherido y su resistencia al agrietamiento cuando se alarga, medido de acuerdo con la norma ASTM D522.  
<sup>10</sup> Retención de brillo de un recubrimiento después de la exposición a condiciones climáticas aceleradas medidas de acuerdo con SAE J2527.

Como se muestra arriba en la Tabla 3, los recubrimientos curados mostraron un alto valor de brillo, una gran cantidad de materia no volátil, una cantidad muy baja de compuestos orgánicos volátiles (COV) y una dureza de la película de buena a excelente. Los recubrimientos curados también mostraron una excelente resistencia química, resistencia a la intemperie y adhesión a la imprimación, así como una fuerte resistencia al agrietamiento debido al impacto, al tiempo que mantienen una buena flexibilidad.

**Ejemplo 5**

10 Preparación de recubrimiento transparente 2K

Se preparó un recubrimiento transparente 2K de acuerdo con la presente invención a partir de la siguiente mezcla de ingredientes que se enumeran en la Tabla 4.

15 Tabla 4

| Ingrediente                                    | Peso (gramos) |
|--|---------------|
| Poliéster del Ejemplo 1                        | 35,0          |
| Acetato de éter monometílico de propilenglicol | 2,2           |
| 3-etoxipropionato de etilo                     | 2,0           |
| Acetato de n-butilo                            | 7,4           |
| Solvesso 100 Fluid <sup>1</sup>                | 7,4           |
| Acetato de metilo                              | 4,6           |
| Oxsol 100 <sup>2</sup>                         | 4,6           |
| Cetona Eastman C-11 <sup>3</sup>               | 0,9           |
| Poli (butilacrilato)                           | 0,6           |
| BYK-141 <sup>4</sup>                           | 0,4           |
| BYK-306 <sup>5</sup>                           | 0,2           |
| BYK-410 <sup>6</sup>                           | 0,4           |
| Tinuvin 292 <sup>7</sup>                       | 1,4           |
| Tinuvin 328 <sup>8</sup>                       | 0,7           |
| Ácido 2-etilhexanoico                          | 1,4           |
| Dilaurato de dibutilestano                     | 0,02          |
| Desmodur N 3300A <sup>9</sup>                  | 30,8          |

<sup>1</sup> Disolvente de nafta (petróleo), disponible en el mercado en Exxon-Mobil.  
<sup>2</sup> Benceno, 1-cloro-4 (trifluorometilo), disponible en el mercado en OXSOL.  
<sup>3</sup> Mezcla de disolventes de cetona, disponible en el mercado en Eastman Chemical Co.  
<sup>4</sup> Aditivo de flujo, disponible en el mercado en BYK.  
<sup>5</sup> Aditivo de flujo, disponible en el mercado en BYK.  
<sup>6</sup> Aditivo de reología, disponible en el mercado en BYK.  
<sup>7</sup> Estabilizador frente a la luz, disponible en el mercado en Ciba Specialty Chemicals.  
<sup>8</sup> Estabilizador frente a la luz, disponible en el mercado en Ciba Specialty Chemicals.  
<sup>9</sup> Resina de isocianato alifático polifuncional a base de diisocianato de hexametileno (HDI), disponible en el mercado en Bayer Corporation.

20 El poliéster del Ejemplo 1 se añadió en un recipiente de tamaño apropiado con todos los ingredientes excepto el reticulante de isocianato (Desmodur N 3300A) y se agitó en condiciones de bajo cizallamiento hasta que los ingredientes se incorporaron bien y se observó una mezcla homogénea. A continuación se añadió el reticulante de isocianato (Desmodur N 3300A). El recubrimiento mixto se aplicó a condiciones de temperatura y humedad ambientales utilizando una pistola de pulverización compatible con Graco AirPro sobre una capa base de poliuretano 2K no curada a base de disolvente sobre un sustrato de acero laminado en frío Bondrite B-1000 (con enjuague DI) y

## ES 2 711 904 T3

se curó por cocción en un horno a 180 °F (82,2 °C) durante 30 minutos. El recubrimiento mixto también se aplicó mediante una barra de arrastre (de acuerdo con la norma ASTM C 4147) a una película de PVF Tedlar precocida, suministrada por DuPont, para el ensayo de tracción posterior. La capa protectora transparente y la capa de base de poliuretano 2K de coloración/pigmentación transparentes se analizaron para varias propiedades de apariencia, que se muestran a continuación en la Tabla 5.

5

Tabla 5

| Prueba física/rendimiento                              | Resultado  |
|--|------------|
| Brillo 20° <sup>1</sup>                                | 88         |
| % de materia no volátil (volumen) <sup>2</sup>         | 64,6       |
| COV kg/l (lbs/gal) <sup>3</sup>                        | 0,32 (2,7) |
| Distinción de la imagen <sup>4</sup>                   | 96         |
| Onda larga <sup>5</sup>                                | 5          |
| Onda corta <sup>6</sup>                                | 7,5        |
| Deslustre <sup>7</sup>                                 | 2          |
| Microdureza Fischer <sup>8</sup>                       | 147        |
| Módulo de Young N/mm <sup>2</sup> (MPa) <sup>9</sup>   | 1164       |
| Deformación al límite elástico (%)                     | 3,33       |
| Deformación al límite elástico N/mm <sup>2</sup> (MPa) | 32,3       |
| Tensión hasta rotura N/mm <sup>2</sup> (MPa)           | 28,3       |
| Tensión a la carga máxima N/mm <sup>2</sup> (MPa)      | 40,9       |
| Deformación hasta rotura (%)                           | 10,68      |
| Tenacidad N/mm <sup>2</sup> (MPa)                      | 3,21       |

<sup>1</sup> Brillo especular medido de acuerdo con la norma ASTM D523.  
<sup>2</sup> Volumen de materia no volátil en recubrimientos transparentes o pigmentados, medido de acuerdo con la norma ASTM D2697.  
<sup>3</sup> Cantidad de compuestos orgánicos volátiles en un recubrimiento medido de acuerdo con la norma ASTM D3960.  
<sup>4</sup> Claridad de las imágenes reflejadas por un recubrimiento probado de acuerdo con la norma ASTM D5767 y medido utilizando Wavescan *Dual*, disponible en BYK-Gardner.  
<sup>5</sup> Evaluación de la textura de la superficie de onda larga de un recubrimiento medido con Wavescan *Dual*, disponible en BYK-Gardner.  
<sup>6</sup> Evaluación de la textura de la superficie de onda corta de un recubrimiento medido con Wavescan *Dual*, disponible en BYK-Gardner.  
<sup>7</sup> Cantidad de dispersión de la luz medida con Wavescan *Dual*, disponible en BYK-Gardner.  
<sup>8</sup> La microdureza se midió utilizando un instrumento de microdureza Fischerscope HM 2000 disponible en Helmut Fischer GMBH & Company de Sindelfingen, Alemania.  
<sup>9</sup> Las mediciones de tracción se realizaron en un Mini Instron 44 (celda de carga 50 N, HR ~60 %, TA ~70 °C, velocidad de cruce de 10 mm /min, dimensiones de muestra ~25,4 x 12,7 x 0,052 mm ).

10 Como se ilustra en los resultados de la prueba mostrados anteriormente, los recubrimientos curados tienen una gran cantidad de materia no volátil y una cantidad muy baja de compuestos orgánicos volátiles (COV). Los recubrimientos también exhibieron propiedades excepcionales de brillo y apariencia.

### Ejemplo 6

Preparación de imprimación 2K

15

Se preparó una imprimación de acuerdo con la presente invención a partir de la siguiente mezcla de ingredientes como se ha indicado en la Tabla 6.

Tabla 6

| Ingrediente                     | Peso (gramos) |
|---------------------------------|---------------|
| Poliéster del Ejemplo 1         | 15,0          |
| Epon 834-X-80 <sup>1</sup>      | 3,1           |
| Acetato de n-butilo             | 1,2           |
| Eastman MAK <sup>2</sup>        | 15,4          |
| Acetato de metilo               | 3,0           |
| Solvesso 100 Fluid <sup>3</sup> | 1,2           |
| Disperbyk-110 <sup>4</sup>      | 1,0           |
| BYK Anti-Terra U <sup>5</sup>   | 0,3           |
| Bentone SD-2 <sup>6</sup>       | 0,3           |
| Monarch 1300 <sup>7</sup>       | 0,1           |
| Inhibisil 75 <sup>8</sup>       | 7,5           |
| Bartex 25 <sup>9</sup>          | 16,4          |

ES 2 711 904 T3

|                                |      |
|--------------------------------|------|
| Omyacarb F <sup>10</sup>       | 16,4 |
| Tiona 595 <sup>11</sup>        | 6,7  |
| Hitox <sup>12</sup>            | 3,3  |
| Dilaurato de dibutilestaño     | 0,1  |
| Desmodur N 3300A <sup>13</sup> | 9,0  |

<sup>1</sup> Solución de resina epoxi con el 80 % de sólidos, disponible en el mercado en Momentive.

<sup>2</sup> Metil n-amilcetona, disponible en el mercado en Eastman Chemical Co.

<sup>3</sup> Disolvente de nafta (petróleo), disponible en el mercado en Exxon-Mobil.

<sup>4</sup> Aditivo humectante y dispersante, disponible en el mercado en BYK.

<sup>5</sup> Aditivo humectante y dispersante, disponible en el mercado en BYK.

<sup>6</sup> Aditivo reológico, disponible en el mercado en Elementis.

<sup>7</sup> Pigmento negro, disponible en el mercado en Cabot Corporation.

<sup>8</sup> Pigmento de sílice modificado con calcio, disponible en el mercado en PPG Industries, Inc.

<sup>9</sup> Blanco, pigmento diluyente de sulfato de bario, disponible en el mercado en TOR Mineral International, Inc.

<sup>10</sup> Carbonato de calcio, disponible en el mercado en Omya, Inc.

<sup>11</sup> Dióxido de titanio (pigmento), disponible en el mercado en Crystal Global.

<sup>12</sup> Dióxido de titanio (pigmento), disponible en el mercado en TOR Mineral International, Inc.

<sup>13</sup> Resina polifuncional de isocianato alifático basada en diisocianato de hexametileno (HDI), disponible en el mercado en Bayer Corporation.

El poliéster del Ejemplo 1 se añadió a un recipiente de tamaño apropiado con todos los ingredientes excepto el acetato de metilo, el dilaurato de dibutilestaño (catalizador) y el reticulante de isocianato (Desmodur N 3300A). Los pigmentos se dispersaron bajo una alta fuerza de cizallamiento hasta que se obtuvo un tamaño de partícula inferior a 10 µm, determinado por un "Calibre de finura de molienda" de Hegman, medido de acuerdo con la norma ASTM D1210. Se añadieron acetato de metilo y dilaurato de dibutilestaño (catalizador) a este concentrado de pigmento y se agitó en condiciones de bajo cizallamiento hasta que los ingredientes se incorporaron bien y se observó una mezcla homogénea. El reticulante de isocianato (Desmodur N 3300A) se añadió entonces a la porción pigmentada del recubrimiento. El recubrimiento mixto se aplicó en condiciones de temperatura y humedad ambiente utilizando una pistola de aspersión compatible con Graco AirPro sobre un sustrato de acero laminado en frío tratado con fosfato de hierro Bondrite B-1000 (con enjuague DI) y se curó mediante cocción en un horno a 180 °F (82 °C) durante 30 minutos. El recubrimiento de imprimación resultante se probó para varias propiedades físicas y de rendimiento, que se muestran a continuación en la Tabla 7.

Tabla 7

| Prueba física/rendimiento  | Resultado            |
|--|----------------------|
| % de materia no volátil (volumen) <sup>1</sup>                           | 56,7                 |
| COV kg/l (lbs./gal) <sup>2</sup>   | 0,36 (3,0)           |
| Prueba Scribe Creep promedio (500 h. Pulverizador salino) <sup>3</sup>   | 2,5 mm               |
| Prueba Scribe Creep promedio (40 ciclos. Corrosión cíclica) <sup>4</sup> | 3,45 mm              |
| Impacto inverso <sup>5</sup>   | 6,78 Nm (> 60 in-lb) |

<sup>1</sup> Volumen de materia no volátil en recubrimientos transparentes o pigmentados, medido de acuerdo con la norma ASTM D2697.

<sup>2</sup> Cantidad de compuestos orgánicos volátiles en un recubrimiento medido de acuerdo con la norma ASTM D3960.

<sup>3</sup> Resistencia a la corrosión de un recubrimiento medido de acuerdo con la norma ASTM B117 y ASTM D1654.

<sup>4</sup> Resistencia a la corrosión de un recubrimiento medido de acuerdo con la norma ASTM D610, ASTM D716 y ASTM D1654.

<sup>5</sup> Resistencia al agrietamiento causado por el impacto inverso medido de acuerdo con la norma ASTM D2794.

Como se ilustra en los resultados de la prueba mostrados anteriormente, los recubrimientos curados tienen una gran cantidad de materia no volátil y una cantidad muy baja de compuestos orgánicos volátiles (COV). Los recubrimientos también mostraron buena resistencia a la corrosión y flexibilidad.

**Ejemplo 7**

Preparación de capa transparente Aminoplast 1K

Se preparó un recubrimiento de capa transparente 1K de acuerdo con la presente invención a partir de la siguiente mezcla de ingredientes que se enumeran en la Tabla 8.

Tabla 8

| Ingrediente                     | Peso (gramos) |
|---------------------------------|---------------|
| Poliéster del Ejemplo 3         | 87,0          |
| Resina acrílica <sup>1</sup>    | 41,0          |
| Solvesso 100 Fluid <sup>2</sup> | 60            |

ES 2 711 904 T3

|                             |      |
|-----------------------------|------|
| Eversorb 93 <sup>3</sup>    | 2    |
| Eversorb 74 <sup>4</sup>    | 4    |
| DDBSA <sup>5</sup>          | 2    |
| Cymel 202 <sup>6</sup>      | 24,0 |
| Additol XL 480 <sup>7</sup> | 0,04 |
| WorleeAdd 315 <sup>8</sup>  | 0,2  |

<sup>1</sup> La resina acrílica comprende el 30 % de acrilato de 2-hidroxietilo, el 22 % de estireno, el 10 % de acrilato de 2-etilhexilo, el 38 % de acrilato de n-butilo; al 65 % de sólidos en Solvesso 100.  
<sup>2</sup> Disolvente Nafta (petróleo), disponible en el mercado en Exxon-Mobil.  
<sup>3</sup> Estabilizador frente a la luz de amina impedida (HALS), disponible en el mercado en Everlight Chemical Industrial Corp.  
<sup>4</sup> Absorbente de luz ultravioleta, disponible en el mercado en Everlight Chemical Industrial Corp.  
<sup>5</sup> Ácido dodecilbenzeno sulfónico, disponible en el mercado en Cytec Industries.  
<sup>6</sup> Melamina mixta de alto contenido en imino, disponible en el mercado en Cytec Industries.  
<sup>7</sup> Aditivo de flujo, disponible en el mercado en Cytec Industries.  
<sup>8</sup> Aditivo de flujo de silicona, disponible en el mercado en Worlee Chemie.

5 El poliéster del Ejemplo 3 se añadió junto con todos los ingredientes a un recipiente de tamaño apropiado y se agitó en condiciones de bajo cizallamiento hasta que todos los ingredientes se incorporaron bien y se observó una mezcla homogénea. El recubrimiento mixto se aplicó a condiciones de temperatura y humedad ambientales utilizando una pistola de pulverización convencional Binks Modelo 62 sobre un sustrato de acero electrorrecubierto precurado y se curó cociendo en un horno a 285 °F (140 °C) durante 30 minutos. Los recubrimientos resultantes se probaron para varias propiedades físicas y de rendimiento, que se muestran a continuación en la Tabla 9.

Tabla 9

| Prueba física/rendimiento   | Resultado |
|---|-----------|
| Brillo 20° <sup>1</sup>   | 96        |
| % de materia no volátil (volumen) <sup>2</sup>                            | 58        |
| Microdureza Fischer <sup>3</sup>  | 153       |
| Retención de rayado de 9 µm <sup>4</sup>                                  | 70        |
| Virutas de Erickson <sup>5</sup>  | 2         |
| Resistencia al ácido sulfúrico <sup>6</sup>                               | 3         |
| Retención de brillo a 20° a las 5000 h. Intemperie acelerada <sup>7</sup> | 100 %     |
| Retención de la turbidez a las 5000 h. Intemperie acelerada <sup>8</sup>  | 54        |

<sup>1</sup> Brillo especular medido de acuerdo con la norma ASTM D523.  
<sup>2</sup> Volumen de materia no volátil en recubrimientos transparentes o pigmentados, medido de acuerdo con la norma ASTM D2697.  
<sup>3</sup> La microdureza se midió utilizando un instrumento de microdureza Fischerscope HM 2000 disponible en Helmut Fischer GmbH & Company de Sindelfingen, Alemania.  
<sup>4</sup> Se usó el modelo de prueba CM-5 (versión con motor eléctrico), disponible en Atlas Electrical Devices Co., para probar la retención de rayado. El papel abrasivo seco o húmedo de nueve micrones disponible en 3M Corp se cortó en cuadrados de dos pulgadas por dos pulgadas y el papel se puede mover de manera controlable hacia adelante y hacia atrás sobre el panel 10 veces. El porcentaje de retención se expresó como el porcentaje del brillo de 20° retenido después de que el probador de rayado rayara la superficie. Resistencia al rayado = (brillo de rayado/brillo original) × 100.  
<sup>5</sup> Resistencia de las virutas medida con el instrumento de prueba de piedra Erichson modelo # 508. Una calificación de cero es la mejor.  
<sup>6</sup> La prueba de ácido se realizó utilizando la prueba GM Opel (GM 60409), en la que se colocó una gota de 400 microlitros de ácido sulfúrico al 36 % en cada panel durante tres días y se registró el daño resultante. La escala de calificación es: 0 = OK/1 = ligero anillo /2 = anillo /3 = ligero blanqueamiento y/o ampollas/ 4 = blanco e hinchado, mate, gran cantidad de ampollas/ 5 = daño total.  
<sup>7</sup> Retención de brillo de un recubrimiento después de la exposición a condiciones climáticas aceleradas, medidas de acuerdo con la norma SAE J2527.  
<sup>8</sup> Cantidad de turbidez en un recubrimiento después de la exposición a condiciones climáticas aceleradas medida de acuerdo con la norma SAE J2527 utilizando un instrumento BYK/Haze Gloss siguiendo las instrucciones del fabricante.

10 Como se ilustra en los resultados de la prueba mostrados anteriormente, el recubrimiento curado contiene una gran cantidad de materia no volátil, mientras que exhibe una excelente resistencia a la intemperie y buena resistencia a los ácidos, dureza, resistencia al rayado y resistencia a las virutas.

15 Aunque las realizaciones particulares de esta invención se han descrito anteriormente con fines ilustrativos, será evidente para los expertos en la materia que pueden realizarse numerosas variaciones de los detalles de la presente invención sin apartarse de la invención como se define en las reivindicaciones adjuntas.

**REIVINDICACIONES**

1. Un poliéster preparado a partir de una mezcla de reactantes que comprende:
  - 5 a) un monoácido aromático, en donde el monoácido aromático comprende del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de los reactantes;
  - b) un poliácido, en donde el poliácido comprende menos del 90 % en moles de ácido isoftálico; y
  - c) un poliol que comprende al menos 3 grupos hidroxilo,
- 10 en el que la mezcla de reactantes contiene menos de 1000 partes por millón (ppm) de un monoácido no aromático y dicho poliéster tiene una viscosidad dinámica superior a 15.000 centipoise a 40 °C según se mide por el método especificado en la descripción y un índice de acidez inferior a 15 mg de KOH/g.
- 15 2. El poliéster de la reivindicación 1, en el que el poliol comprende del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de los reactantes.
3. El poliéster de la reivindicación 1, en el que el monoácido aromático comprende ácido benzoico, ácido salicílico, ácido 4-hidroxilbenzoico o sus mezclas.
- 20 4. El poliéster de la reivindicación 1, en el que el poliácido comprende ácido succínico, ácido adípico, anhídrido hexahidroftálico (HHPA), ácido ciclohexanodicarboxílico (CHDA) o sus mezclas.
5. El poliéster de la reivindicación 1, en el que el poliol comprende trimetilolpropano, glicerol, pentaeritritol o sus mezclas.
- 25 6. El poliéster de la reivindicación 1, en el que el poliácido comprende del 10 al 30 % en peso basado en el peso total de los reactantes.
- 30 7. El poliéster de la reivindicación 1, en el que la mezcla de reactantes comprende además un segundo poliol que comprende 2 grupos hidroxilo.
8. El poliéster de la reivindicación 1, en el que la mezcla de reactantes contiene menos de 20 partes por millardo (ppb) de un monoácido no aromático.
- 35 9. El poliéster de la reivindicación 1, en donde el poliéster tiene
  - un índice de hidroxilo de 140 a 340 mg de KOH/g o
  - un peso molecular promedio en peso menor o igual a 2500 g/mol, determinándose el peso molecular promedio en peso mediante cromatografía de permeación en gel utilizando un patrón de poliestireno, o
  - 40 - una temperatura de transición vítrea inferior a 0 °C, en donde la temperatura de transición vítrea se determina mediante calorimetría diferencial de barrido.
10. El poliéster de la reivindicación 1, en el que el poliácido comprende 10 carbonos o menos.
- 45 11. El poliéster de la reivindicación 1, en el que la mezcla de reactantes consiste en:
  - a) un monoácido aromático, en donde el monoácido aromático comprende del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de los reactantes;
  - b) un poliácido, en donde el poliácido comprende menos del 90 % en moles de ácido isoftálico; y
  - 50 c) un poliol que comprende al menos 3 grupos hidroxilo.
12. El poliéster de la reivindicación 1, en el que la mezcla de reactantes comprende:
  - 55 a) un monoácido aromático, en donde el monoácido aromático comprende del 25 al 60 % en peso basado en el peso total de los reactantes;
  - b) un poliácido alifático; y
  - c) un poliol que comprende al menos 3 grupos hidroxilo.
- 60 13. Una composición de recubrimiento que comprende:
  - a) el poliéster según cualquiera de las reivindicaciones 1, 8 y 12; y
  - b) un reticulante.
- 65 14. La composición de recubrimiento de la reivindicación 13, en donde la composición de recubrimiento contiene menos de 1000 partes por millón (ppm) de agua, preferiblemente contiene menos de 20 partes por millardo (ppb) de agua.



15. Un sustrato al menos parcialmente recubierto con la composición de recubrimiento de la reivindicación 13.