PATENTOVÝ SPIS

(19) ČESKÁ REPUBLIKA

ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1994 - 3017

(22) Přihlášeno: 19.05.1993

(30) Právo přednosti:
02.06.1992 DE 1992/4218184

(40) Zveřejněno: 12.04.1995
(Věstník č. 4/1995)

(47) Uděleno: 22.11.2001

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 16.01.2002
(Věstník č. 1/2002)

(86) PCT číslo: PCT/EP93/01253

(87) PCT číslo zveřejnění: WO 93/24550

(11) Číslo dokumentu:

289 430

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.[7]:
C 08 G 18/12
C 08 G 18/32
C 08 G 18/80
C 09 D 175/04

(73) Majitel patentu:
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, Leverkusen, DE;

(72) Původce vynálezu:
König Eberhard, Flörsheim, DE;
Pedain Josef, Köln, DE;

(74) Zástupce:
Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název vynálezu:

Vodná kompozice pojiv a její použití

(57) Anotace:

Vodná kompozice pojiv sestávající v podstatě z vodného roztoku a/nebo disperze, získatelná alespoň částečnou neutralizací a) nejméně jednoho prepolymeru NCO- s blokovanými izokyanátovými skupinami, obsahujícího urethanové a karboxylové skupiny, který je v přítomnosti složky b) rozpustný a/nebo dispergovatelný ve vodě, s b) polyaminovou složkou, sestávající nejméně z jednoho organického polyaminu s celkem nejméně dvěma primárními a/nebo sekundárními, alifaticky nebo cykloalifaticky vázanými aminoskupinami s molárním poměrem blokovaných izokyanátových skupin k primárním a/nebo sekundárním aminoskupinám 1 : 0,9 až 1 : 1,5 a její použití k výrobě povlaků na tepelně odolných substrátech a k výrobě ochranných povlaků spodních částí motorových vozidel a jako plniva odolná proti průrazu pro motorová vozidla.

CZ 289430 B6

Vodná kompozice pojiv a její použití

Oblast techniky

Vynález se týká vodné kompozice pojiv, sestávající v podstatě z vodného roztoku a/nebo disperze směsi sestávající z NCO– prepolymeru s blokovými izokyanátovými skupinami, rozpustným a/nebo dispergovatelným ve vodě, a polyaminové složky s primární a/nebo sekundární, (cyklo)–alifaticky vázanou aminoskupinou a použití této kompozice pojiv k výrobě povlaků na tepelně odolných substrátech.

Dosavadní stav techniky

Výroba vodných polyurethanových disperzí je známa a popisuje se příkladně v časopisovém článku J.W. Rosthausera a K. Nachtkampa „Waterborne Polyurethanes“ in Advances in Urethanes Science and Technology, sv. 10, 1987, str. 121 až 162. Stavu techniky, jak se případně popisuje v patentovém spise US 4 308 184, přitom odpovídá, že se vodné polyurethanové disperze před aplikací mísí s melaminformaldehydovými pryskyřicemi. Těmito opatřeními získá tepelně vytvrzený povlakový film zesíťovaný, duromerní charakter a stane se odolným vůči vodě a rozpouštědlům. Nevýhodné na této zesíťující metodě je skutečnost, odhlédneme–li od obtíží s manipulací s látkami uvolňujícími formaldehyd, že takto modifikované polyurethanové disperze se vyznačují omezenou životností před zpracováním „potlife“ a proto nejsou žádným jednosložkovým systémem.

Také pravá, tzn. prakticky neomezeně skladovatelná vodná jednosložková pojiva na bázi polyurethanů jsou již známá (DE–OS 3 345 448). Zde se jedná o směsi dvou vodných polyurethanových disperzí, přičemž jedna obsahuje hydroxylové skupiny, druhá obsahuje skupiny NCO–, blokované ε–kaprolaktanem. Nevýhodou těchto vodných jednosložkových pojiv je skutečnost, že pro tepelné zesíťování jsou potřebné velmi vysoké teploty až asi 170 °C.

Podstata vynálezu

Základním úkolem vynálezu proto bylo poskytnout disperzi vodné kompozice pojiv, stabilní při skladování při teplotě místnosti, která jsou tvrditelná při relativně nízkých zesíťovacích teplotách v rozsahu teplot od 120 do 150 °C a mohou se použít k výrobě povrchových vrstev s vysoce ceněnými lakařskými vlastnostmi.

Tento úkol byl vyřešen přípravou dále blíže popsaných vodných kompozic pojiv podle vynálezu.

Předmětem vynálezu je vodná kompozice pojiv, sestávající v podstatě z vodného roztoku nebo disperze, získatelná alespoň částečnou neutralizací

a) nejméně jednoho prepolymeru NCO– s blokovanými izokyanátovými skupinami, obsahujícího urethanové a karboxylové skupiny, který je v přítomnosti složky b) rozpustný nebo dispergovatelný ve vodě,

s

b) polyaminovou složkou, sestávající nejméně z jednoho organického polyaminu s celkem nejméně dvěma primárními a/nebo sekundárními, alifaticky nebo cykloalifaticky vázanými aminoskupinami,

přičemž molární poměr blokovaných izokyanátových skupin k primárním a/nebo sekundárním aminoskupinám činí 1 : 0,9 až 1 : 1,5.

Předmětem vynálezu je také použití této vodné kompozice pojiv v případně ve směsi s pomocnými činidly s přísadami obvyklými v lakařských technologiích k výrobě povlaků na tepelně odolných substrátech.

V případě pojivové složky a) podle vynálezu se jedná o hydrofilně modifikované prepolymery NCO– s blokovanými izokyanátovými skupinami, které obsahují urethanové skupiny a které jsou přinejmenším v přítomnosti složky b) rozpustné a/nebo dispergovatelné ve vodě.

Prepolymery NCO–, zvláště vhodné jako složka a) jsou takové, které

obsahují v molekule nejméně dvě blokované izokyanátové skupiny s obsahem blokovaných izokyanátových skupin (vypočteno jako NCO–) od 2 do 10, s výhodou 3 až 6 % hmotnostních,

obsahují v koncových a/nebo postranních polyetherových řetězcích vestavěné jednotky polyethylenoxidu (vypočteno jako C_2H_4O) v množství od 5 do 20 s výhodou od 8 do 15 % hmotnostních a

obsahují karboxylové skupiny nejméně částečně neutralizované reakcí se složkou b) v množství 10 až 60, s výhodou v množství 15 až 40 miliekvivalentů na 100 g pevné látky,

přičemž celkový obsah ethylenoxidových jednotek jmenovaného druhu a karboxylových případně karboxylátových skupin se musí stanovit tak, aby prepolymery byly nejméně v přítomnosti složky b) rozpustné a/nebo dispergovatelné ve vodě.

S výhodou se provádí při výrobě prepolymeru a) s ohledem na ionickou modifikaci pouze vestavba karboxylových skupin, které se ve vodné fázi vzájemným účinkem s polyaminy b) nejméně částečně neutralizují na silně hydrofilní karboxylátové skupiny, takže rozpustnost případně dispergovatelnost složky a) ve vodě může záviset na současné přítomnosti složky b), ale nemusí na ní záviset, jestliže totiž stupeň hydrofility složky a) je dostatečně vysoký, aby se zaručila rozpustnost případně dispergovatelnost složky a) ve vodě také v nepřítomnosti složky b).

K výrobě prepolymeru NCO– a) se použití 1) organické polyizokyanáty, 2) výšemolekulární polyhydroxysloučeniny, případně 3) nízkomolekulární prostředky k prodloužení řetězce, 4) hydrofilní stavební složky a 5) blokační prostředky pro izokyanátové skupiny.

Vhodné polyizokyanáty 1) jsou známé aromatické nebo (cyklo)alifatické polyizokyanáty, jaké jsou popsané příkladně v publikaci Houben Weyl, Methoden der organischen Chemie, sv. 14/2, str. 61 až 70 a v článku W. Siefkena v Justus Liebigs Annalen der Chemie 562, str. 75 až 136. Jako aromatické polyizokyanáty se použijí příkladně 2,4–diizokyanátotoulen, jeho technické směsi s až 35 % hmotnostních 2,6–diizokyanátotoluenu, vztaženo na směs 4,4–diizokyanátodifenylmethan, jeho technické směsi s až 50 % hmotnostních, s výhodou s až 40 % hmotnostních, vztaženo na směs, 2,4–diizokyanátodifenylmethanu, jakož i případně až do 5% hmotnostních 2,2–diizokyanátodifenylmethanu, vztaženo na směs, směsi jmenovaných izomerů diizokyantátodifenylmethanů s jejich vyššími homology, obsahujícími více jak 2 izokyanátové skupiny, přičemž tyto obecně obsahují nejméně 80 % hmotnostních jmenovaných izomerů diizokyanátodifenylmethanu, jakož i libovolné směsi případně jmenovaných polyizokyanátů. Jako alifatické polyizokyanáty lze příkladně uvést hexamethyldizokyanát (HDI), 2–methylpentamethylendiizokyanát, 2,2,4–trimethylhexamethylendiizokyanát (THDI), izoforondiizokyanát, (IPDI), 1,4–diizokyanáto–methylcyklohexan, tetramethylxylylendiizokyanát (TMXDI).

Také známé „lakařské polyizokyanáty“, obzvláště na bázi HDI a/nebo IPDI, obzvláště známé deriváty těchto diizokyanátů, obsahující biuretové, izokyanurátové a/nebo uretdionové skupiny se

mohou použít jako výchozí složky 1) k výrobě blokovaných polyizokyanátů. Také je možné použití libovolných směsí polyizokyanátů uvedených jako příklad.

V případě polyhydroxylových sloučenin 2) se jedná obzvláště o polyesterpolyoly a/nebo polyetherpolyoly, známé z chemie polyurethanů, které v molekule obsahují nejméně 2, s výhodou 2 až 4 hydroxylové skupiny a s molekulovou hmotností vypočtenou z obsahu OH–skupin a OH– funkcionality od 400 do 10 000, s výhodou od 500 do 3000. S výhodou se používají buď odpovídající polyesterpolyoly nebo směsi polyesterpolyolů a polyetherpolyolů.

Vhodnými polyesterpolyoly jsou také polylaktondioly, případně reakční produkty 1,6–hexandiolu s ε–kaprolaktonem zejména s molekulovou hmotností v rozmezí 500 až 1500.

Rovněž vhodnými polyesterpolyoly jsou polykarbonátdioly, obzvláště 1,6–hexandiol–polykarbonátdioly s molekulovou hmotností v rozmezí 500 až 2000, které je možné připravit známým způsobem kondenzací diolů, obzvláště 1,6–hexandiolu s difenylkarbonátem nebo dimethylkarbonátem.

Část polyesterpolyolů může také sestávat z těžko zmýdelnitelných oligoesterů karboxylových kyselin s dlouhým řetězcem, obsahujících hydroxylové skupiny. Jako příklad je možné uvést ricinový olej.

V případě polyhydroxypolyetherů se jedná o známé polyaditační produkty epoxidů, příkladně ethylenoxidu a/nebo propylenoxidu s nízkomolekulárními polyoly takového druhu, který byl již výše uveden jako výchozí materiál v souvislosti s polyesterpolyoly. Zvlášť výhodné jsou takové polyetherpolyoly, které odpovídají uvedeným údajům, týkajícím se molekulové hmotnosti a které se vyrobí známým způsobem propoxylací Bisfenolu A nebo trimethylolpropanu.

V případě prostředků 3), které se případně použijí pro prodloužení řetězce se jedná buď o jednoduché nízkomolekulární polyoly s molekulovou hmotností do 400, jako příkladně vícesytné, s výhodou dvousytné alkoholy uvedené jako výchozí materiály v souvislosti s výrobou polyesterpolyolů, a/nebo o sloučeniny obsahující aminoskupiny jako příkladně hydrazin případně hydrazinhydrát nebo organické aminy s molekulovou hmotností v rozsahu od 60 do 400, jako příkladně ethylendiamin, hexamethylendiamin, 4,4–diaminodicyklohexylmethan nebo 3,3–dimethyl–4,4–diaminodicyklohexalmethan. Nízkomolekulární prostředky pro prodloužení řetězce 3) se použijí, pokud k jejich použití dojde, v množství až do 10 % hmotnostních, vztaženo na hmotnost výšemolekulárních hydroxylových sloučenin 2).

Vhodnými hydrofilními stavebními složkami 4) jsou jednosytné polyetheralkoholy, obsahující ethylenoxidové jednotky, obzvláště s molekulovou hmotností v rozsahu 350 až 5000, které se známým způsobem mohou připravit adicí ethylenoxidu a případně dalších alkylenoxidů na monofunkční, výchozí molekuly příkladně methylalkoholu, n–propanolu, n–butanolu nebo butyldiglykolu. Pokud se při této alkoxylační reakci použijí vedle ethylenoxidu také další alkylenoxidy jako příkladně propylenoxid, je třeba dbát, aby podíl ethylenoxidu, vztaženo na celkové množství alkylenoxidu, činil nejméně 40, s výhodou nejméně 80 % hmotnostních. Pokud se použije více druhů alkylenoxidů, je možné je použít ve směsi a/nebo postupně je přidávat v průběhu alkoxylační reakce.

Dalšími hydrofilními stavebními složkami 4) jsou organické karboxylové kyseliny, které vedle karboxylové skupiny obsahují nejméně jednu, s výhodou dvě reaktivní skupiny, které mají vůči izokyanátovým skupinám vyšší reaktivnost než karboxylové skupiny. U těchto reaktivních skupin se s výhodou jedná o primární a/nebo sekundární aminové skupiny a obzvláště o alkoholické hydroxylové skupiny. Obzvláště vhodnými hydrofilními stavebními složkami tohoto druhu jsou α,α–dimethylolalkankarboxylové kyseliny s celkovým počtem 5 až 8 uhlíkových atomů, obzvláště kyselina dimethylolpropionová. Stejně tak vhodné jsou příkladné kyseliny

hydroxypivalová nebo adiční produkty diaminů (příkladně ethylendiaminu nebo izoforondiaminu) s kyselinou akrylovou, jak jsou popsané v DE–OS 2 034 479.

Při výrobě prepolymeru a) se s výhodou používají jak jednosytné alkoholy, obsahující ethylenoxidové jednotky příkladně uvedeného druhu, tak také aminokarboxylové nebo hydroxykarboxylové kyseliny uvedeného druhu v takovém množství, aby ethylenoxidové jednotky a karboxylové skupiny (případně v kombinaci se složkou b) byly v prepolymeru zastoupeny ve výše uvedeném rozmezí. V důsledku použití jednosytných polyetheralkoholů obsahujících ethylenoxidové jednotky jako součásti složky 4) jsou hydrofilní polyetherové řetězce umístěny v koncové nebo (v případě současného použití vícefunkčních stavebních složek, které způsobují rozvětvení řetězce) v boční poloze.

Jako blokační prostředky 5) se mohou použít fenoly, jako fenol, laktamy, jako ε–kaprolaktam, oximy, jako butanonoxim a sekundární aminy jako diizopropylamin, imidazol, pyrazol nebo 1,2,4–triazol. Výhodnými blokačními prostředky podle vynálezu jsou butanonoxim a diizopropylamin.

Při výrobě prepolymeru a) se použijí výšemolekulární polyhydroxylové sloučeniny 2) obecně v množství od 20 do 60, s výhodou 30 až 55 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost výchozích složek 1) až 5). Ekvivalentní poměr izokyanátových skupin složky 1) ke skupinám reaktivním s izokyanátovou skupinou složek 2) až 4) (bez zohlednění karboxylových skupin obsažených ve složce 4)) činí obecně 1,5 : 1 až 2,5 : 1. Množství blokačního prostředku 5) se obecně určí tak, aby ještě potom zbývající přebytek izokyanátových skupin zreagoval nejméně z 90 %, s výhodou ze 100 % s blokačním prostředkem. V zásadě možné, avšak v žádném případě výhodné je použití nepatrně menšího množství blokačního prostředku, takže prepolymer NCO– zprvu ještě obsahuje volné izokyanátové skupiny, které potom během dispergace zreagují s vodou nebo částí komponenty b).

V případě složky b), podstatné pro způsob podle vynálezu se jedná o (cyklo)alifatické polyaminy s celkem nejméně dvěma primárními a/nebo sekundárními aminoskupinami s molekulovou hmotností v rozmezí 60 až 400, s výhodou 100 až 250. Příkladně lze uvést ethylendiamin, hexamethylendiamin, diethylentriamin, 4,4–diaminodicyklohexylmethan, 1,4–diaminocyklohexan, 3,3,5–trimethyl–5–aminomethylcyklohexylamin (IPDA) nebo také perhydrogenované triaminodifenylmethany, které se podle DE–OS 3 417 683 používají k výrobě odpovídajících cykloalifatických triizokyanátů. Rovněž se mohou použít libovolné směsi polyaminů tohoto druhu. Výhodné je použití 3,3–dimethyl–4,4–diamino–di–cyklohexalmethanu.

Polyaminy b) se při výrobě kompozic pojiv podle vynálezu používají v takových množstvích, že molární poměr blokovaných izokyanátových skupin složky a) k primárním a/nebo sekundárním aminovým skupinám složky b) činí 1 : 0,9 až 1 : 1,5, s výhodou 1 : 1 až 1 : 1,1.

Výroba kompozice pojiv podle vynálezu se může příkladně provádět tak, že se výchozí polyizokyanát 1) po částech nebo najednou uvede do reakce s výchozími složkami 2) až 5) při teplotě 60 až 110 °C, dokud se nedosáhne teoretické hodnoty NCO– v reakční směsi (obecně úplného vymizení volných izokyanátových skupin). Následně se vmíchá složka b) a zředí se vodou na požadovaný obsah pevné látky, který obecně leží v rozsahu 35 až 55 % hmotnostních. Obecně reakce začíná v tavenině a podle potřeby se přidává rozpouštědlo ředitelné vodou, které je vůči izokyanátovým skupinám inertní a které se následně může oddělit destilací, příkladně aceton. Odstranění přidaného rozpouštědla se v případě potřeby může provádět destilací v návaznosti na přidání dispergační vody. Nakonec se získá kompozice pojiv podle vynálezu v podobě vodného roztoku případně disperze.

Ke kompozicím pojiv podle vynálezu se mohou přidávat pomocné prostředky a přísady obvyklé v lakařských technologiích, jako příkladně pigmenty, prostředky pro zlepšení rozlivu, UV–stabilizátory, antioxidanty, plniva, tixotropní prostředky nebo změkčovadla. Tímto způsobem

vznikají vodné prostředky pro vytváření povlaků připravené k použití, které jsou při teplotě místnosti prakticky neomezeně skladovatelné a které je možné vytvrzovat při relativně nízkých teplotách od 120 do 150 °C na lakové vrstvy s vynikajícími mechanickými vlastnostmi. Protože polyaminy b) mají v prostředcích pro vytváření povlaků podle vynálezu dvojí funkci a to vytvrzujícího činidla pro blokované NCO– prepolymery a neutralizačního prostředku pro vestavěné karboxylové skupiny, neodštěpují se při tepelném vytvrzování žádné terciální aminy, sloužící jako prostředky k neutralizaci, jinak obvyklé v chemii vodných polyurethanových disperzí. Neutralizační prostředek se daleko více uplatní při vestavbě do lakového filmu. Z tohoto důvodu se při vypalovacím procesu uvolňují jen relativně malá množství těkavých organických látek.

Kompozice pojiv podle vynálezu se obzvláště výhodně používají k výrobě ochranných povlaků spodních částí motorových vozidel a jako plniva odolná proti průrazu pro motorová vozidla.

V dále uvedených příkladech se veškeré procentní údaje vztahují na hmotnost.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

50% disperze pojiva podle vynálezu, založená na aromatické izokyanátové složce. Složka a), představující reakční produkt dříve jmenovaných šesti složek obsahuje 8,7 % hmotnostních ethylenoxidových jednotek vestavěných v koncových, případně bočně orientových polyetherových řetězcích a 30,4 miliekvivalentů karboxylových skupin na 100 g pevné látky.

Násada

323,0 g (0,380 Val)	polyesteru kyseliny adipové s 1,6–hexandiolem a neopentylglykolem s OH–číslem 66,
240,0 g (0,240 Val)	polyetherpolyolu s hydroxylovým číslem 56, vyrobeným propoxylací trimethylolpropanu,
90,0 g (0,040 Val)	jednosytného polyetherpolyolu s OH–číslem 25 (dispergační prostředek), vyrobeného ethoxylací n–butanolu,
42,0 g (0,626 Val)	kyseliny dimethylolpropionové,
63,8 g (0,734 Val)	butanonoximu,
271,0 g (2,020 Val)	typu MDI s asi 90 % hmotnostních dvoujaderného podílu, z něhož činí asi 10 % hmotnostních 2,4–difenylmethandiizokyanát a asi 10 % hmotnostních vícejaderných podílů, obsah NCO– asi 31,3 %,
96,0 g (0,800 Val)	bis–(4–amino–3–methyl–cyklohexyl)–methanu,
1126,0 g	vody (odpovídá 50 % pevné látky)
2251,8 g	disperze pojiva
	viskozita při teplotě 23 °C 1000 mPas

Provedení

Při teplotě místnosti se předloží MDI v asi 500 ml acetonu a za míchání se postupně vnáší polyester, oba polyethery v bezvodné formě, kyselina dimethylpropionová a butanonoxim. Reakční směs se pomalu zahřívá, přičemž MDI a butanonoxim reagují exotermě, až na teplotu zpětného toku asi 65 °C a reakce pokračuje při varu dalších asi 10 hodin. Po této reakční době je

možné většinou v infračerveném spektru zjistit jen malé pásy NCO–. V tomto případě se přidá ještě 10 ml butanonoximu a po 30 minutách se opět provede zkouška na případný obsah skupin NCO–. Pokud již nejsou v reakční směsi obsaženy skupiny NCO–, vmíchá se do chladnoucí násady diamin. Následně se za intenzivního míchání při teplotě asi 45 °C přidá voda. Vznikne mléčná, namodralá disperze, která ovšem ještě obsahuje aceton. Nakonec se při teplotě asi 45 °C v průběhu asi 4 hodin za sníženého tlaku (konečný stav asi 15 kPa) oddestiluje aceton. Získá se mléčná, namodralá jednozrnná 50% disperze o viskozitě asi 1000 mPas (při 20 °C).

Vlastnosti

Tato jednosložková disperze pojiva je stabilní při skladování, příkladně zůstává 6 měsíců při teplotě 50 °C nezměněna. Disperze se pigmentuje na šedo a aplikuje na zkušební plechy. Po odpaření vody a vypálení při teplotě 120 °C (po dobu 30 minut) se získá film o síle příkladně 364 μm. Přilnavost je dobrá. Povlak vzdoruje ataku šrotem (test Saablux) po dobu 2 minut a 40 sekund bez poškození, což představuje vynikající hodnotu.

Příklad 2

Kompozice pojiv podle vynálezu na bázi alifatického polyizokyanátu. Reakční produkt dříve jmenovaných sedmi výchozích složek, tvořící prepolymer NCO–, obsahuje 13,7 % hmotnostních vestavěných ethylenoxidových jednotek v koncových, případně bočně orientových polyetherových řetězcích a 15,2 miliekvivalentů karboxylových skupin na 100 g pevné látky.

Násada

336,0 g (0,30 Val)	polyesteru kyseliny adipové s 1,4–butandiolem s OH–číslem 50,
135,0 g (0,06 Val)	dispergačního činidla podle příkladu 1,
20,1 g (0,30 Val)	kyseliny dimethylolpropionové,
99,9 g (0,90 Val)	IPDI,
270,0 g (1,35 Val)	polyizokyanátu obsahujícího izokyanátové skupiny na bázi hexamethylendiizokyanátu (obsah NCO– 21 %),
117,6 g (1,23 Val)	butanonoximu,
10,0 g (0,40 Val)	hydrazinhydrátu,
114,7 g (1,35 Val)	IPDA,
1345,0 g	vody (odpovídá 45 % pevné látky)
2448,3 g	disperze pojiva

Provedení

Polyester a polyether se předloží a odvodňuje se za míchání při teplotě 110 °C a tlaku 1500 Pa po dobu asi 1 hodiny. Nechá se ochladnout na teplotu 60 °C a za míchání se najednou přidají obě izokyanátové složky a po částech kyselina dimethylolpropionová. Potom se přidávají menší množství butanonoximu, přičemž dochází k exotermní reakci. Reakční směs se ohřeje a reakce probíhá při teplotě 100 až 110 °C v tavenině, dokud vypočtený obsah NCO– nedosáhne asi po dvou hodinách hodnoty těsně pod 1,5 procenta. Ochladí se na asi 70 °C, rozpustí v 1000 ml acetonu a k prodloužení řetězce se přidá hydrazinhydrát. Roztok v acetonu se ještě míchá 3 hodiny při teplotě asi 50 °C, infračervené spektrum vykazuje minimální pásy NCO–, smísí se s IPDA a zbaví se acetonu stejným způsobem, jak bylo popsáno v příkladu 1. Získá se léčná,

namodralá jemnozrnná 45% disperze s viskozitou asi 2000 mPas při teplotě 23 °C. Tato jednosložková disperze pojiva je stabilní při skladování.

Příklad 3

Kompozice pojiv podle vynálezu na bázi alifatických polyizokyanátů. Prepolymer NCO–, tvořený reakčním produktem dříve jmenovaných sedmi výchozích složek, obsahuje 13,2 % hmotnostních vestavěných ethylenoxidových jednotek mezi koncovými, případně bočně orientovanými polyetherovými řetězci a 27,9 miliekvivalentů karboxylových skupin na 100 g pevné látky.

Násada

448,0 g (0,40 Val)	polyesteru kyseliny adipové s 1,4–butandiolem s OH–číslem 50,
180,0 g (0,08 Val)	dispergačního činidla podle příkladu 1,
133,2 g (1,20 Val)	IPDI,
360,0 g (1,80 Val)	polyizokyanátu podle příkladu 2,
26,8 g (0,40 Val)	kyseliny dimethylolpropionové,
165,6 g (1,64 Val)	diizopropylaminu,
120,0 g (0,40 Val)	aduktu 1 mol IPDA (170 g) na 1 mol kyseliny akrylové (72 g) ve vodě (242 g); 1 Val vestavitelné složky NH/NH_2 této aminokarboxylové kyseliny je 300 g,
153,0 g (1,80 Val)	IPDA,
1623,0 g	vody, odpovídá 45 % pevné látky
3209,6 g	disperze pojiva

Provedení

Polyester a polyether se odvodňují za míchání při teplotě 110 °C a tlaku 1500 Pa po dobu 1 hodiny. Ochladí se na teplotu asi 70 °C, zředí 120 g methylpyrrolidonu, najednou se přidají polyizokyanáty, po částech se vnese kyselina dimethylolpropionová a k násadě se za intenzivního míchání přikape diizopropylamin. Následně vystoupí teplota směsi na 100 °C. Po době reakce asi 1 hodiny se dosáhne nepatrně nižší hodnoty NCO– než je vypočtená hodnota ve výši 1,45 %. Nechá se ochladit na teplotu 60 °C, zředí se 1200 ml acetonu a vmíchá se vodný roztok aduktu IPDA – kyselina akrylová. Po asi 30 minutách při teplotě 40 °C již není v acetonovém roztoku prokazatelný obsah NCO– (infračervené spektrum). Přidá se IPDA a disperguje vodou. Potom se stejným způsobem, jak je uvedeno v příkladu 1, oddestiluje v průběhu 4 hodin aceton (45 °C/15 kP). Získá se mléčná, namodralá disperze s obsahem pevné látky 50%, podílem organických rozpouštědel 3,7 % a viskozitou 2000 mPas při teplotě 23 °C.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Vodná kompozice pojiv, sestávající v podstatě z vodného roztoku nebo disperze, získatelná alespoň částečnou neutralizací

a) nejméně jednoho prepolymeru NCO– s blokovanými izokyanátovými skupinami, obsahujícího urethanové a karboxylové skupiny, který je v přítomnosti složky b) rozpustný nebo dispergovatelný ve vodě,

s

b) polyaminovou složkou, sestávající nejméně z jednoho organického polyaminu s celkem nejméně dvěma primárními a/nebo sekundárními, alifaticky nebo cykloalifaticky vázanými aminoskupinami,

přičemž molární poměr blokovaných izokyanátových skupin k primárním a/nebo sekundárním aminoskupinám činí 1 : 0,9 až 1 : 1,5.

2. Vodná kompozice pojiv podle nároku 1, kde složka a)

obsahuje blokované izokyanátové skupiny, počítáno jako NCO–, v množství od 2 do 10 % hmotnostních,

obsahuje mezi koncovými a/nebo po straně vázanými polyetherovými řetězci vestavěné jednotky polyethylenoxidu, počítáno jako C_2H_4O, od 5 do 20 % hmotnostních a

obsahuje neutralizované karboxylové skupiny v množství 10 až 60 miliekvivalentů na 100 g pevné látky.

3. Použití vodné kompozice pojiv podle nároku 1 nebo 2, případně ve směsi s pomocnými prostředky a přísadami, obvyklými v lakařských technologiích, k výrobě povlaků na tepelně odolných substrátech.

4. Použití vodné kompozice pojiv podle nároku 1 nebo 2 k výrobě ochranných povlaků spodních částí motorových vozidel a jako plniva odolná proti průrazu pro motorová vozidla.

Konec dokumentu