

**Blokkolt poliizocianát térhálósítók és ezek alkalmazása
bevonatok előállítására**

KIVONAT

A találmány tárgya blokkolt poliizocianát térhálósító anyag, amely oldószerben vagy oldószerkeverékben van feloldva és tartalmaz

100 egyenérték %-ban	alifás és/vagy cikloalifás poliizocianát NCO csoportját,
80-95 egyenérték %-ban	CH-sav észter blokkoló anyagot,
5-20 egyenérték %-ban	alifás/cikloalifás diamin NH_2 csoportját és
5-40 mol %-ban	formaldehidet beépült formában.

A blokkolt poliizocianát térhálósító anyagot alkalmazni lehet bevonatok készítésére mind oldószer-tartalmú, mind vizes fázisból. Ezek különösen alkalmazhatók egykomponensű beégető lakként, különösen oldószer-tartalmú, vagy túlnyomórészt víz-alapú lágy tapintású műanyag bevonatban.

62



Blokkolt poliizocianát térhálósítók és ezek alkalmazása bevonatok előállítására

A jelen találmány tárgyai blokkolt poliizocianát térhálósítószerek és ezeknek alkalmazása egykomponensű beégető lakként, különösen oldószer-tartalmú, vagy túlnyomórészt víz-alapú lágy tapintású műanyag bevonatban.

A CH-savak használata poliizocianátokban blokkoló anyagként az irodalomban már régen ismert; lásd. S. Petersen összefoglaló munkáját [Liebigs Ann. Chem. 562 (1949) 205]. Ezeknek a blokkoló anyagoknak, mint például a dietil-malonát, vagy az etil-acetoacetát előnyük, hogy a bevonat készítéséhez használt keményedési hőmérséklettartomány alacsony, 80 – 120 °C. Ezért ezekből - más blokkolóanyagokkal ellentétben - nem képződnek veszélyes anyagok.

Ezeknek a blokkoló anyagoknak a hátrányai elsősorban a fokozott sárgulási hajlam a kikeményítési eljárás alatt és másodsorban a blokkolt poliizocianát térhálósító anyag kristályosodási hajlama. Például az 1,6-diizocianátohexán (HDI) alapú dietil-malonáttal blokkolt poliizocianát annak ellenére, hogy jelentős mennyiségű oldószer ellenére néhány nap alatt üvegszerű keverékké szilárdul meg, amely ha óvatosan is, de újra megolvasztható.

Ennek megfelelően ezeket a hátrányokat kiküszöbölő módszereket már publikáltak a szabadalmi irodalomban. A DE-A 19 748 587-es közzétételi iratban a dietil-malonát kizárólagos használata helyett dietil/diizopropil-malonát keverékét javasolták blokkoló anyagnak. Ezúton a kristályosodási hajlam ellensúlyozható.



A DE-A 19 813 352 közzétételi iratban ugyanebből a célból formaldehid beépítését írják le. Továbbá, a beépült formaldehid és bizonyos hidrazid és HALS amin tartalom gátolja a beégető lakk sárgulásának kialakulását hőmérséklet hatására. Úgy találták, hogy a DE-A 19 813 352 módszere szerinti bizonyos poliizocianát nem megfelelő arra, hogy megakadályozza a homályosodást és a kicsapódást (lásd 2. és 3. összehasonlító példa)

A találmányunk célja, hogy olyan poliizocianát térhálósítószerrel állítsunk elő, amelyet CH-sav észterekkel blokkolunk abból a célból, hogy biztosítsuk, hogy a térhálósító stabil legyen a tárolás alatt és a lehető legkisebb legyen a bevonás során bekövetkező sárgulás. Ez a cél a találmány szerinti blokkolt poliizocianát térhálósítóval vált elérhetővé.

A találmányunk olyan blokkolt poliizocianát térhálósítószere vonatkozik, amely oldószerben (oldószer-keverékben) van feloldva és tartalmaz:

100 egyenérték %-ban	alifás és/vagy cikloalifás poliizocianát NCO csoportját,
80-95 egyenérték %-ban	CH-sav észter blokkoló anyagot,
5-20 egyenérték %-ban	alifás/cikloalifás diamin NH_2 csoportját és
5-40 mol %-ban	formaldehidet beépült formában.

A jelen találmány vonatkozik a találmány szerinti blokkolt poliizocianát térhálósítószer alkalmazására is szerves poli-hidroxil vegyületek kikeményítésére poliuretán beégető lakkok-

ban, oldószer tartalmú vagy vizes fázisban. Ezeket például az autókban lágy-tapintású műanyag bevonatokhoz használják.

A fent említett, a találmány szempontjából nélkülözhetetlen összetevőkön kívül, a találmány szerinti blokkolt poliizocianát térhálósítószer tartalmazhat még hidrazidokat és HALS aminokat adalékanyagként, amelyek stabilizálják a hőmérséklet hatására bekövetkező sárgulással szemben, amint azt az EP-A 829 500 vagy a DE-A 19 856 968 számú közzétételi iratokban leírták.

Ezen kívül a találmány szerinti blokkolt poliizocianát térhálósítószer tartalmaz továbbá 5 – 50 tömeg%, előnyös esetben 15 – 30 tömeg% oldószert. Azok az oldószerek előnyösek, amelyek hajlamosak a vízzel való elegyedésre, úgymint például az 1-metoxi-2-propil-acetát, izobutanol, butil-glikol, N-metilpirrolidon, butil-diglikol, butil-diglikol-acetát.

A találmány szerinti poliizocianát térhálósítószer

- nem kristályos, tiszta termékek, amelyek stabilak a tárolás körülményei között,
- térhálósító komponensek, amelyet önmagukkal és az OH tartalmú összetevőkkel egyaránt reagálnak 80 és 120 °C között,
- reakciópartnerei mind a oldószer-bázisú, mind a víz-bázisú OH tartalmú összetevőknek.

A találmány szerinti poliizocianát térhálósítószer a következőképpen lehet előállítani:

A poliizocianát összetevőt, tetszés szerint kis oldószerral, mint például 1-metoxi-2-propil-acetáttal (MPA), hozzávetőleg 50 °C-on vezetjük be az elején; a CH-sav észtert, például

malonésztert mint keveréket adjuk hozzá, amely 2 – 3 %-ban tartalmazza 30 %-os Na-metilát oldatát és a reakciót 60 és 90 °C között játszadjuk le addig, amíg el nem érjük a meghatározott NCO tartalmat. Ezután hozzáadjuk a meghatározott mennyiségű diamint, mint például 1-amino-3,3,5-trimetil-5-amino-metilciklohexánt (IPDA) feloldva további MPA-ban és a reakciót 50 és 70 °C között folytatjuk, így az NCO csoportok többé már nem észlelhetők. Ezek után 40 és 50 °C között paraformaldehid tiszta oldatát - bázisként körülbelül 10 %-ban 30 %-os Na-metilát oldatot tartalmaz a paraformaldehid mennyiségére vonatkoztatva - és izopropanolt adunk a reakcióelegyhez, melyet ezután 1 – 2 óráig kevertetünk 40 és 50 °C között, aminek eredménye képen a formaldehid kémiaailag kötődik. Az észlelhető szabad formaldehid mennyiség kevesebb, mint 0.1 %. A találmány szerinti térhálósítószer speciális megjelenése érdekében, különösen a világos színű bevonóanyagok esetén, ezen a ponton stabilizátort keverhetünk a reakcióelegyhez, amely megakadályozza a hőmérséklet hatására bekövetkező sárgulást. Ilyenek lehetnek a fent említett, 2 mol propilén karbonátból és 1 mol hidrazinból és HALS aminből készült Tinuvin 770 DF® nevű termék (Ciba Speciality). Abból a célból, hogy beállítsuk a kívánt viszkozitást a < 10000 mPas-os tartományba, a reakcióelegyet további alkohollal - mint például izopropanollal és/vagy butil-glikollal - kell hígítani, ami után végül 0,5 – 2,5 % dibutil-foszfáttal kissé savas (pH 5,0 – 6,9) értékre állítjuk a pH-t.

A jelen találmány szerinti blokkolt poliizocianát térhálósítószer alapját képező poliizocianátok poliizocianát bevonóanyagok, amelyek alifásan és/vagy cikloalifásan kötött izocianát

csoportokat tartalmaznak, és az izocianát tartalmuk 7-30 tömeg%, előnyösen 12-25 tömeg%.

Előnyösen olyan, önmagukban ismert lakk-poliizocianátokat alkalmazunk, amelyek alapanyagai az 1,6-diizocianátohexán (HDI), 1-izocianáto-3,3,5-trimetil-5-izocianátometil-ciklohexán (IPDI) és/vagy bisz(4-izocianátociklohexil)metán (H_{12} MDI vagy Desmodur W[®] /Bayer AG), amelyek biuret, izocianurát, uretán, allofanát és/vagy uretdion csoportokat tartalmaznak. Az asszimetrikusan trimerizált poliizocianát bevonószer, amely izocianuárt csoport mellett imino-oxadiazin-dion csoportot is tartalmaz, és amely alapja az 1,6-diizocianátohexán, szintén használható poliizocianát komponensként, ezt például az EP-A 798 299-es számú iratban írják le.

Más izocianát alapú poliizocianátot is lehet használni, mint például a diizocianátobután-1,4, 2,4- vagy 2,6-diizocianáto-1-metilciklohexán, 2,5- és/vagy 2,6-bisz(2-izocianátoprop-2-il)benzol, 1,3-diizocianátometilbenzol, 1,3- vagy 1,4-bisz(izocianátometil)ciklohexán alapú anyagokat.

A leginkább előnyben részesített poliizocianát komponensek az 1,6-diizocianátohexán alapú izocianurát csoport tartalmú poliizocianátok.

Alkalmas blokkoló anyagok a CH-sav észterek, mint például a dietil-malonát, vagy etil-acetoacetát és/vagy ezeknek a metil, izopropil, izobutil, terc-butil származékai. A dietil-malonát a legelőnyösebb.

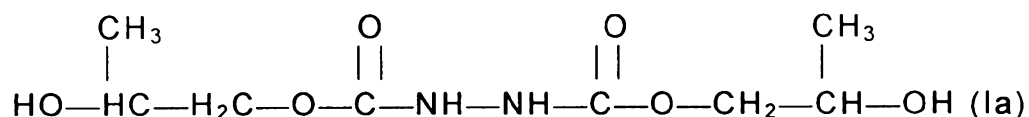
A találmány szerinti térhálósítószerben a beépült diamin komponens feladata, hogy enyhén reagáljon az NCO-blokkoló reakció után még megmaradt NCO csoportokkal és ezáltal hoz-

zárjóruljon a molekulák megnöveléséhez. Ebből a célból a 5 – 20 egyenérték%, előnyösen 7 – 10 egyenérték% NCO-csoport reagál a diamin mennyiségével és lehetőség szerint megakadályozza a kristályosodási hajlamot. Erre a célra alifás és cikloalifás diaminok alkalmasak. Példaként megemlíthetők az etilén-diamin és propilén-diamin, a 4,4'-diamino-diciklohexilmetán és az 1,4-diaminociklohexán. A javasolt anyag a 3,3,5-trimetil-5-aminometil-ciklohexilamin (IPDA).

A találmány szerinti térhálósítószerben formaldehid beépítésével elsősorban a kristályosodási hajlam - különösen a HDI alapú poliizocianátokban - jelentősen csökken, mint ahogy a beégető lakkok sárgulása is.

A 100 egyenérték% blokkolt és diaminnal hosszabbított poliizocianáthoz előnyösen 0,1 – 0,4 mól, azaz 10 – 40 egyenérték% paraformaldehidet adunk és reagáltatjuk a bázissal, mint például Na-metiláttal. Ez a mennyiség 0,5 – 5,0 tömeg% formaldehidet jelent, a találmány szerinti oldószer mentes térhálósítószerre vonatkoztatva.

Az EP-A 0 829 500-as számú közzétételi iratban bemutatott stabilizátorokat további stabilizátor komponensként lehet használni. A találmány szerinti előnyös stabilizátorok a (Ia) képletnek megfelelő hidrazid



(molekulatömeg 236)

ami könnyen megkapható hidrazin-hidrát és 2 mól propilén-karbonát addíciójával és a Tinuvin 770 DF® márkajelzésű HALS amin, amely a N atomon nem szubsztituált (Ciba-Specialty).

Előnyösen 3 – 6 tömeg%-ban az először megnevezett stabilizátort és előnyösen 0.5 – 1.5 tömeg%-ban a másodszor megnevezett stabilizátort használjuk a találmány szerinti oldószer mentes térhálósítószerre vonatkoztatva.

Oldószerként, vagy oldószer keverékként a poliuretán-kémiából ismert oldószerek használhatóak, melyek nem reagálnak az NCO csoportokkal. Például, 1-metoxi-2-propil-acetát, nafta 100 oldat, vagy butil-acetát, valamint például N-metil-pirrolidon és butil-diglikol-acetát. Amennyiben az NCO csoportok blokkoltak, akkor előnyösen alkoholokat használunk, mint például, butanolokat, mint izobutanolt, vagy butil-glikolt, abból a célból, hogy lehetővé tegyük a blokkolószer alkohol csoportjainak átésztereződését. Ha a találmány szerinti poliizocianát térhálósítószer víz OH csoport tartalmú összetevővel egyesítik, abból a célból, hogy vízalapú ragasztóanyagot készítsenek, akkor kiegészítésként 5 – 20 tömeg%-ban a poliizocianát térhálósítószerre vonatkoztatva N-metilpirrolidont.

A találmány szerinti poliizocianát térhálósítószer kielégítő stabilitással rendelkezik a tárolás alatt, azaz nincs kristályosodási hajlama, valamint csak kismértékben sárgul a hőmérséklet hatására és jó bevonat-tulajdonságok érhetők el vele.

A találmány szerinti térhálósítószerrel kapott bevonó filmmel tartósan lágy tapintású felület hozható létre, ami jól kötődik a felülethez (haptic quality). Ezek az anyagok ennek megfelelő-

en főleg műanyag felületek bevonására és lakkozására használhatók.

Példák

1. példa (találmány szerinti)

Az itt leírt blokkolt poliizocianát térhálósítószer 2.32 tömeg% IPDA-t és 2.46 tömeg% formaldehidet tartalmaz, a szilárdanyag tartalomra számítva.

Összetevők

196,0 g	(1,0 g egyenérték)	izocianurát tartalmú poliizocianát bevonóanyag, amelynek alapja 21,4 tömeg% NCO-csoport tartalmú, 23 °C-on 3000 mPas viszkozitású 1,6-diizocianátohexán (HDI).
152,0 g	(0,95 mól)	dietil-malonát
3,0 g		Na-metilát 30 %-os metanolos oldata
8,5 g	(0,10 g egyenérték)	3,3,5-trimetil-5-aminometil-ciklohexilamin (IPDA)
9,0 g	(0,30 mól)	paraformaldehid
0,9 g		Na-metilát 30 %-os metanolos oldata
40,6 g		N-metil-pirrolidon (NMP)
40,6 g		izobutanol (IB)
40,6 g		butil-glikol (BG)
4,8 g		dibutil-foszfát
496,0 g	(0.95 g egyenérték)	blokkolt NCO csoport
		szilárdanyag tartalom: 75 tömeg%

blokkolt NCO tartalom:	8,0 tömeg%
viszkozitás 23 °C-on:	hozzávetőleg 7200 mPas
homályossági színindex:	< 100
NCO egyenérték:	525 g

Előállítás

A poliizocianátot hozzávetőleg 50 °C-on betöltjük. Keverés közben hozzáadjuk a malonészter és Na-metilát keverékét aránylag nagy adagokban. A hozzáadást követően a keverést folyamatosan 2 – 3 óráig folytatjuk, amíg 0.6 – 0.8 %-os NCO csoport tartalmat állapítunk meg; a számított NCO tartalom 0.6 %. Ezután hozzáadjuk az IPDA és NMP oldatát és a keveréket 30 percig 60 °-on kevertetjük, amíg az NCO tartalom többé már nem kimutatható. A keveréket ezután hígítjuk BG-vel és hozzáadjuk a paraformaldehid, Na-metilát tiszta oldatát és az IB-t és a kevertetést hozzávetőleg 3 óráig folytattuk 50 °C-on. A keveréket ezután lehűtjük, dibutil-foszfáttal savanyítjuk és tároljuk. Ezúton elkészítettük a blokkolt poliizocianát térhálósítószer tiszta oldatát, amely a tárolás során hónapokig stabil és a megfelelő tulajdonságokkal rendelkezik.

2. Példa (összehasonlító példa)

A térhálósítószer az 1. példában bemutatott módon állítjuk elő a következő különbségekkel: 0.1 egyenérték% IPDA-t elhagytuk és malonészterrel helyettesítettük. Ez a térhálósítószer homályos lett 7 napos szobahőmérsékletű tárolás után, de folyadék állapotban maradt.

3. Példa (összehasonlító példa)

A térhálósítószer a 2. példában bemutatott módon állítjuk elő a következő különbségekkel: a formaldehidet elhagytuk. Tehát az 1. példával összehasonlítva az IPDA és formaldehid is hiányzik.

3 napos tárolás után szobahőmérsékleten a térhálósítószer megszilárdult és üvegszerű anyag keletkezett.

4. Példa (a találmány szerint)

Ebben a példában az 1. példa alapján készült térhálósítószer alkalmazását írjuk le, egykomponensű vizes fázisú lágytá-pintású bevonat előállítására. Itt az a meglepő, hogy az 1. példában említett nagyon reaktív oldószer tartalmú térhálósítószer típus homogénen elkeverhető a gyanta komponensekkel, amelyek túlnyomórészt vízben oszlatnak el. Az is meglepő, hogy ezek a bevonatok stabilak és feldolgozhatók legalább 2 hétig, ami nagyon szokatlan a vizes fázisú malonészterrel blokkolt izocianátok esetében.

Bevonószer összetevők

	Tömegrész
Bayhydrol® VP LS 2244/1 (Bayer AG, OH-poliészter gyanta 80% NMP-ben), a kereskedelmi anyag OH tartalma 1,44%, OH egyenérték 1180 g)	50,0
Bayhydrol® PR 240 (Bayer AG, nem funkciós PU 40 %-os vizes diszperziója)	100,0

Habzásgátló adalék, DNE (K. Obermayer, Bad Berleburg)	0,6
Tego Wet® KL-245, 50%-os vizes oldat (Tegochemie, Essen)	1,1
Aquacer® 535 (Byk Chemie, Wesel)	4,5
Byk 348 (Byk Chemie, Wesel)	1,5
Sillitin® Z 86 (Hoffmann & Söhne, Neuburg)	10,6
Pergopak® M3 (Martinswerk, Bergheim)	15,8
Talkum IT Extra (Norwegian Talc, Frankfurt)	5,3
Bayferrox® 318 M	42,3
Terítőszer OK 412 (Degussa, Frankfurt)	5,3
Desztillált víz	71,5
Összesen	308,5
Az 1. példa szerinti térhálósítószer (NCO/OH arány 1.5)	34,3
Vizes effektlakk	342,8

Ezt a bevonóanyagot 1,4 mm-es szórófejből 3 báros légnyomással egy műanyag lapra (Bayblend T 65 MN) permetezzük és 45 percig 80 °C-on majd 45 percig 100 °C-on szárítjuk.

A bevonat értékelése

A hőre keményedő (80 °C – 100 °C) matt fekete bevonatnak kellemes, gumiszerű tapintása lesz, ha megdörzsöljük.

Az ingával mért keménység, az oldószerekkel szemben tanúsított ellenállás és a Crockmeter teszt jó eredményeket adott, amelyek összehasonlíthatóak voltak a vízben diszpergált blokkolatlan poliizocianát tartalmú kétkomponensű rendszer által szolgáltatott eredményekkel.

5. Példa (a találmány szerint)

Ennek a térhálósítószernek az összetétele ugyanolyan, mint az amit az 1. példában leírtunk. De ez további stabilizátorokat tartalmaz, nevezetesen, a fentiekben említett adalékból, amely 2 mól propilén-karbonátból és 1 mól hidrazinból áll és a molttömege $M = 236$, 11.8 g-ot (0,05 mól), továbbá 3,7 g Tinuvin 770 DF[®]-ot (Ciba Specialty) és 5,2 g izobutanolt.

Ez a térhálósítószer a következő jellemző tulajdonságokkal rendelkezik:

516,7 g (0,95 g egyenérték) blokkolt NCO csoport

Szilárd anyag tartalom: 75 tömeg%

Blokkolt NCO tartalom: 7,7 tömeg%

(Blokkolt) NCO egyenérték: 545 g

6. Példa (a találmány szerint)

Az 1. és az 5. példában leírt térhálósítókkal szintelen lakkot (Klarlack) állítunk elő. A túlfűtés okozta sárgulás összehasonlítható ennek a lakknak a segítségével.

Lakk 1	1. példa szerinti térhálósítószer 525 g	Bayhydrol® VP LS 2058 ^{*)} 850 g
Lakk 2	5. példa szerinti térhálósítószer 545 g	Bayhydrol® VP LS 2058 ^{*)} 850 g

^{*)} A Bayhydrol® VP LS 2058-as (Bayer AG) egy OH tartalmú PES – PAC diszperzió, amely túlnyomórészt vízben van eloszlatva együtt egy kis butilén-glikollal. A kereskedelmi forgalomban lévő termék OH tartalma 2 % és az OH egyenérték pedig 850 g.

A színtelen lakkot úgy állíthatjuk elő, hogy a térhálósítószer és az OH gyantát összekeverjük egymással az egyenérték tömegek arányában (NCO : OH = 1 : 1) egy üvegbot segítségével, ahogy azt a fentiekben leírtuk. Aztán egy hozzávetőleg 15 perces szellőztetés után, a bevonatok feldolgozhatók.

A színtelen lakkfilmet (a száraz film vastagsága 40-50 µm) üveglapon készítjük, egy légnyomással működő szórópisztollyal (a szórófej átmérője 1,4 mm, a nyomás 2,5 bar), majd 3 percig szellőztetjük szobahőmérsékleten és 30 percig 100 °C-on hőkezeljük. A b értéket (a sárgaság értéke) a CIELab módszerrel határoztuk meg. A víztiszta filmet ezután túlfűtöttük 30 percig 160 °C-on és a b értéket ezután újra meghatároztuk. A két b érték közötti eltérés, a Δb érték, ami a bevonat túlfűtés ellenállóságának mértéke.

Δb értékek amelyeket a CIELab módszerrel határoztunk meg (30 perc 100 °C és 30 perc 160 °C között)	Lakk 1	Lakk 2
	2,1	0,7

Látható, hogy a 2. lakk, amely pótlólagosan stabilizált térhálósítószer tartalmaz, 0,7-es Δb értékkel rendelkezik, ami kisebb, mint az 1. bevonat esetében, ugyanolyan túlfűtés esetén, tehát ez a bevonat jelentősen kisebb mértékben sárgul, mint az 1. bevonat.

7. Példa (a találmány szerinti)

Ez a példa egy Desmodur® W alapú találmány szerinti térhálósítószer előállítását, egy szintelen lakk formulálását és annak tulajdonságait írja le.

a) Térhálósítószer

Kiindulási összetevők

246,0 g (1.0 g egyenérték)	részlegesen trimerizált Desmodur® W 80 %-os diglikol-acetátos poliizocianát ol- dat, amely 17.1 tömeg%-ban tartalmaz NCO csoportot. ¹⁾
160,0 g (1.0 g egyenérték)	dietil-malonát (MDE)
3,5 g	Na-metilát 30 %-os metanolos oldatát
8,5 g (0,1 g egyenérték)	3,3,5-trimetil-5-aminometilciklohexilamin (IPDA)
3,0 g (0,1 g egyenérték)	paraformaldehid (Pafo)
3,7 g	Tinuvin® 770 DF ²⁾
7,5 g	hidrazin addukt ³⁾

78,5 g	butil-glikol-acetát (BDGA)
39,3 g	izobutanol (IB)
39,3 g	N-metilpirrolidon (NMP)
11,7 g	dibutil-foszfát (DPP)

601,0 g (1.0 g egyenérték) blokkolt NCO csoport

Számított szilárdanyag tartalom: hozzávetőleg 65 %

Viszkozitás 23°C-on: hozzávetőleg 9800 mPas

pH: hozzávetőleg 5,3

Tiszta, majdnem színtelen oldat: homályosság 60-80

Számított blokkolt NCO tartalom: 7,0 tömeg%

- 1) 15,0 g egyenérték Desmodur® W = 1965,0 g NCO tartalom:
32,06 %
5,25 g egyenérték trimerizált 10 %-os Triton B oldattal n-butanolban
85 – 95 °C-on

9,75 g egyenérték NCO csoport= 1965,0 g NCO tartalom: 20.8 % (mért)

BDGA (80%) = 491,3 g

9,75 g egyenérték NCO csoport = 2456,3 g NCO tartalom: 17,1 % (mért)

1,0 g egyenérték részlegesen trimerizált Desmodur® W = 246,0 g

A Desmodur® W trimerizációját (izocianurát keletkezése) a hagyományos lépésekkel hajtjuk végre: vákuumot alkalmazunk és a feloldott CO₂-ot eltávolítottuk; a keveréket kevertetve 80 °C-ra melegítettük és a katalizátor oldatot csepegtetve hozzáadtuk a reakcióelegyhez, amíg a trimerizációs

reakció exotermé vált. A reakció hőmérsékletét ezután 85 – 95 °C-on tartottuk a katalizátor oldat szabályos időközönkénti adagolásával. (8-12 ml katalizátor oldat fogy a fenti reakcióban hozzávetőleg egy 5 órás időtartam alatt) Amikor a keverék NCO tartalma eléri a kívánt értéket, a keveréket BFGA-ban feloldjuk és a reakciót ezáltal leállítjuk.

- 2) Beszerezhető a Ciba Specialitytől
- 3) 2 mól propilén-karbonátnak (102) és 1 mól hidrazin-hidrátnak (50) reakcióterméke, például úgy, hogy ezeket a kiindulási termékeket toluolban refluxáltatjuk és utána ki-desztilláljuk belőle a toluolt és a vizet és egy színtelen olaj marad, amelynek a molekulatömege 236.

Előállítás (blokkolt izocianát előállítása)

A blokkolási eljárásra részlegesen trimerizált Desmodur® W-t kevertetünk a dietil-malonát kétharmad részében és a keveréket előfűtjük hozzávetőleg 50 °C-ra. A dietil-malonát maradék egyharmadát összekeverjük 3,2 g Na-metilát oldatával, hogy elkészítsük a katalizátor keveréket. Ezt a katalizátor oldatot adagokban vezetjük be, ami az előfeltétele annak, hogy a hőmérséklet 70 – 75 °C-ra emelkedjen. Amikor a katalizátor teljes mennyiségét hozzáadtuk a keverést még 5 órán át 70 °C-on folytatjuk. A keveréknek ezután még mindig van 0,3 – 0,8 % NCO tartalma. A keveréket feloldjuk BDGA-ban és a maradék NCO csoportok elreagálnak az IDPA-val. Ezután az NCO csoportok tovább már nem észlelhetők. 50 °C-on paraformaldehid, 0,3 g Na-metilát és IB tiszta oldatát adjuk a keverékhez és ezt követően még 2 órát kevertetjük 50 °C-on.

Ezután Tinuvin® 770 DF-t, hidrazin adduktot és NMP-t adunk a keverékhez és ezt követően még 1 órán át 50 °C-on kevertetjük. Végül DBP-t adunk hozzá és 5 órán át 50 °C-on kevertetjük. Ez a tárolás során stabil, nem gázkibocsátó (CO₂) oldata a malonészterrel blokkolt poliizocianátnak a kezdetben említett tulajdonságokkal rendelkezik.

a) Színtelen lakk kialakítása

Tömegrész

46,00 (0,054 g egyenérték)	Bayhydrol® VP LS 2058, 42 %-os vizes oldata
0,27	Byk 346
0,49	ByK 380
0,17	Syrfinol® SE/F
0,17 (0,053 g egyenérték)	7a) példa szerinti térhálósítószer
21,17	víz

100,0

A lakk összesített összetétele

A lakk összetétele %-ban:

kötőanyag:	hozzávetőleg 40,0
víz:	hozzávetőleg 49,0
szerves oldószer:	hozzávetőleg 10,0
adalékok:	hozzávetőleg 1,0

100,0

Ez a lakk stabil marad 5 napos 40 °C-os tárolás alatt.

A lakk tulajdonságai:

NCO/OH arány: 1,0
 kifolyási idő (DIN 4 pohár): hozzávetőleg 30 sec
 pH: hozzávetőleg 7,5

Az előállítás és felhasználás részletei

Az összetevőket a fent említett sorrendben oldószerben eloszlatjuk, ahogy azt a 4. példában ismertettük, és műanyag felületre permetezzük majd 30 percig 90 °C-on, ezután 30 percig 100 °C-on szárítjuk.

b) A lakk tulajdonságai

Oldószerállóság	30 percig 90 °C-on	
Egy perces behatás után	0024	
(xilol/metoxipropil-acetát/etil-acetát/aceton)	30 percig 100 °C-on	
[0 = változatlan, 5 = a bevonat lehámlott]	0002	
König szerinti keménység	30 percig	30 percig
	90 °C-on	100 °C-on
	132	156
A lakk külső megjelenése		
(Szemrevételezéssel)		O. K.

8. Példa (összehasonlító)

A Duranate® MF-K (Ashai/J) egy HDI trimer dietil-malonáttal blokkolva. Tartalmaz toluolt, etil-acetátot és n-butanol oldószert.

Ellentétben a találmány 1. és 7. példája szerinti térhálósítószerrel a Duranate® MF-K-ből nem lehet hasonló módon vizes fázisú lakkot készíteni. Ezen kívül ez a

térhálósítószer nem stabil a tárolás alatt és 40 °C-on intenzív gáz (CO₂) fejlődik belőle.

Szabadalmi igénypontok

1. Blokkolt poliizocianát térhálósító anyag, amely oldószerben vagy oldószerkeverékben van feloldva és tartalmaz

100 egyenérték %-ban	alifás és/vagy cikloalifás poliizocianát NCO csoportját,
80-95 egyenérték %-ban	CH-sav észter blokkoló anyagot,
5-20 egyenérték %-ban	alifás/cikloalifás diamin NH_2 csoportját és
5-40 mol %-ban	formaldehidet beépült formában.

2. Az 1. igénypont szerinti blokkolt poliizocianát térhálósító anyag alkalmazása bevonatok készítésére mind oldószer-tartalmú, mind vizes fázisból.

20 oldal + rajz melléklet
62

A meghatalmazott:

**Danubia Szabadalmi és
Védjegy Iroda Kft.**


Ravadits Imre

szabadalmi ügyvivőjelölt