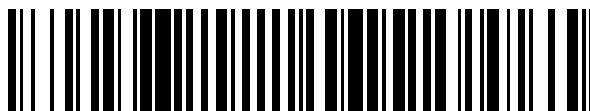


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 402 430**

51 Int. Cl.:

C07D 207/416 (2006.01)

C08G 18/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.01.2005** **E 05705941 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2013** **EP 1708995**

54 Título: **Aspartatos útiles como componentes en composiciones de recubrimiento y su preparación**

30 Prioridad:

21.01.2004 US 761643

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.05.2013

73 Titular/es:

BAYER MATERIALSCIENCE LLC (50.0%)
100 BAYER ROAD
PITTSBURGH, PA 15205-9741, US y
BAYER MATERIALSCIENCE AG (50.0%)

72 Inventor/es:

DANIELMEIER, KARSTEN;
GAMBINO, CHARLES, A.;
GERTZMANN, ROLF;
ROESLER, RICHARD, R.;
WAYT, TERRELL, D.;
VARGO, MICHELE, E.;
SQUILLER, EDWARD, P. y
HENDERSON, KAREN, M.

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 402 430 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).

DESCRIPCION

Aspartatos útiles como componentes en composiciones de recubrimiento y su preparación

Antecedentes de la invención

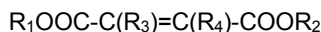
La presente invención se refiere a nuevos aspartatos, a un procedimiento para la preparación de los mismos a partir de aminas primarias y maleatos y a su uso como componentes reactivos para poliisocianatos en composiciones de recubrimiento de poliuretano de dos componentes y para la preparación de prepolímeros de poliuretano.

Son conocidas las composiciones de recubrimiento de dos componentes que contienen, como aglomerante, un componente de poliisocianato combinado con uno o más componentes reactivos con isocianato. Estas son adecuadas para la preparación de recubrimientos de alta calidad que son duros, elásticos, resistentes a la abrasión, resistentes a disolventes y resistentes a la intemperie.

Las poliaminas secundarias que contienen grupos éster están ya establecidas en la industria de recubrimiento superficial de dos componentes. Estas son particularmente adecuadas, en combinación con lacas de poliisocianato, como aglomerantes en composiciones de recubrimiento de bajo contenido en disolvente o exentas de disolvente, con alto contenido en sólidos, debido a que proporcionan un rápido curado de los recubrimientos a bajas temperaturas.

Estas poliaminas secundarias son poliaspartatos y se encuentran descritas, por ejemplo, en las Patentes de EE.UU. 5.126.170, 5.214.086, 5.236.741, 5.243.012, 5.364.955, 5.412.056, 5.623.045, 5.736.604, 6.183.870, 8.355.829, 6.458.293 y 6.482.333 y la Solicitud de Patente Europea publicada 667.362. Además, son igualmente conocidos los aspartatos que contienen grupos aldimina (véanse Patentes de EE.UU. 6.489.704, 5.559.204 y 5.847.195). Son igualmente conocidos los ésteres amida de ácido aspártico secundarias (véase Patente de EE.UU. 6.005.062). Su uso como el único componente reactivo con isocianato o mezclado con otros componentes reactivos con isocianato en composiciones de recubrimiento de dos componentes se encuentra igualmente descrito en las patentes anteriormente identificadas.

El procedimiento para la preparación de estos poliaspartatos es la reacción de las poliaminas primarias correspondientes con maleatos o fumaratos que corresponden a la fórmula



en la que R_1 , R_2 , R_3 y R_4 son grupos orgánicos idénticos o diferentes, dando como resultado la formación de poliaminas secundarias. Debido a efectos esteéricos, estructurales y electrónicos, estos grupos amino secundarios tienen reactividad suficientemente reducida frente a grupos isocianato como para ser mezclables con poliisocianatos de una manera fiable y fácil.

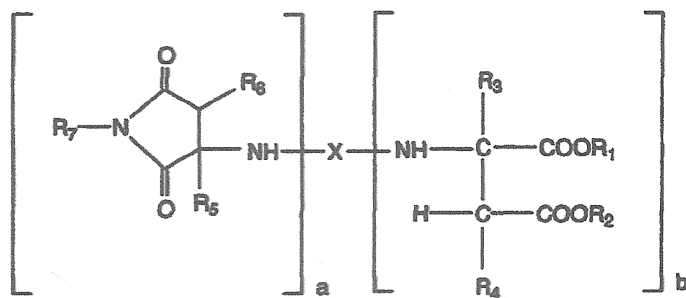
La reacción que se usa para preparar poliaspartatos es la adición de aminas primarias al doble enlace C-C activado en compuestos vinil carbonilo, los cuales han sido descritos en la literatura (véanse *Chem. Ber.*, vol. 38, pág. 83, (1946); *Houben Weyl, Meth. d. Org. Chem.*, vol. 11, n° 1, pág. 272, (1957); *Usp. Chimil*, vol. 38, pág. 1933, (1969)). Sin embargo, se ha encontrado que esta reacción no se desarrolla hasta completarse durante el transcurso del procedimiento de síntesis real (por ejemplo, 24 horas con agitación a 60°C). La extensión real de la reacción depende del tipo de poliamina primaria. En consecuencia, el grado de conversión (medido mediante la concentración de maleato y fumarato no convertido, libre, en el cual se transforma el maleato en la presencia de catalizadores básicos) después de 1 día con 1,6-hexanodiamina es aproximadamente del 90 al 93%. El grado de conversión después de 1 día con una poliamina cicloalifática que tiene grupos amino primarios estéricamente impedidos, es decir, 4,4'-diamino-3,3'-dimetildiciclohexilmetano es únicamente del 77%. La conversión completa o esencialmente completa se logra únicamente después de varios días o, en el caso del 4,4'-diamino-3,3'-dimetildiciclohexilmetano, únicamente después de varios meses.

En una producción comercial típica, la reacción se desarrolla durante dieciséis horas cuando la conversión se ha completado alrededor de entre un 75 a 95%, dependiendo de la amina usada. El material "sin acabar" se introduce en tambores y se mantiene almacenada hasta que se ha completado la reacción. Típicamente, esto tarda en cualquier caso desde dos semanas hasta seis meses. La Patente de EE.UU. 5.821.326 describe el uso de ciertos compuestos de anillo aromáticos de cinco átomos como catalizador para acelerar la preparación de los aspartatos.

Los aspartatos convencionales son capaces de una transformación adicional (después del curado con un isocianato) para formar una estructura de anillo de hidantoína. Esta formación de hidantoína podría conducir a una contracción del recubrimiento y a la formación no deseada de alcohol. Igualmente, sería deseable preparar un aspartato que fuera menos propenso a la formación de hidantoína.

Descripción de la invención

La presente invención está dirigida a nuevos aspartatos de la fórmula



en la que

X representa un grupo hidrocarburo divalente obtenido mediante la separación de los grupos amino procedentes de 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetil-ciclohexano (isoforona diamina o IPDA), bis-(4-aminociclohexil)-metano, bis-(4-amino-3-metilciclohexil)-metano, 1,6-diamino-hexano, 2-metil pentametileno diamina, etileno diamina o 3,3'-[1,2-etanodiilbis(oxi)]bis (1-propanoamina). R₃ y R₄ pueden ser idénticos o diferentes y representan hidrógeno o grupos orgánicos los cuales son inertes frente a grupos isocianato a una temperatura de 100°C o inferior (preferiblemente ambos son hidrógeno), R₁ y R₂ pueden ser idénticos o diferentes y representan grupos orgánicos los cuales son inertes frente a grupos isocianato a una temperatura de 100°C o inferior (preferiblemente un alquilo de C₁ a C₈ y lo más preferiblemente metilo o etilo), R₅ y R₆ pueden ser el mismo o diferentes y representan restos seleccionados entre el grupo que consiste en i) hidrógeno, ii) grupos alquilo de C₁ a C₈ lineales o ramificados, los cuales pueden estar substituidos con hasta tres grupos alilo conteniendo desde 6 hasta 10 átomos de carbono, iii) grupos arilo de C₆ a C₁₀, los cuales pueden estar substituidos con hasta tres grupos alquilo conteniendo desde 1 hasta 3 átomos de carbono, y iv) conjuntamente formar un grupo cicloalquilo de seis átomos, estando dicho grupo cicloalquilo substituido con desde 0 hasta 3 grupos alquilo conteniendo desde 1 hasta 3 átomos de carbono, R₇ representa un resto seleccionado entre el grupo que consiste en i) hidrógeno, ii) grupos alquilo de C₁ a C₈ lineales o ramificados, los cuales pueden estar substituidos con hasta tres grupos arilo conteniendo desde 6 hasta 10 átomos de carbono, y iii) grupos arilo de C₆ a C₁₀, los cuales pueden estar substituidos con hasta tres grupos alquilo conteniendo desde 1 hasta 3 átomos de carbono, a y b representan números enteros de desde 1 hasta 5, siempre y cuando que la suma de a y b sea desde 2 hasta 6.

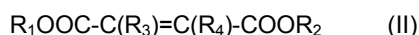
Los productos de la presente invención, cuando se combinan con un poliisocianato, tienen vidas en crisol más largas y proporcionan recubrimientos más duros que los aspartatos de la técnica anterior. Además, los productos tienen una tendencia menor a la formación de anillos de hidantoína,

La presente invención se refiere igualmente a un procedimiento para la preparación de aspartatos de la fórmula anterior que comprende

A) hacer reaccionar a una temperatura de 0 a 100°C, en solución o en la ausencia de un disolvente y a una relación equivalente de grupos amino primarios en el componente a) a dobles enlaces C=C en el componente b) de desde aproximadamente 1,1:1 hasta aproximadamente 3,0:1

a) di- o poliaminas seleccionadas entre el grupo que consiste en 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexano (isoforona diamina o IPDA), bis-(4-aminociclohexil)-metano, bis-(4-amino-3-metilciclohexil)-metano, 1,6-diaminohexano, 2-metil pentametileno diamina, etileno diamina y 3,3'-[1,2-etanodiilbis(oxi)]bis (1-propanoamina).

b) compuestos que corresponden a la fórmula (II)



en la que

R₁, R₂, R₃ y R₄ son tal como se han definido anteriormente y,

B) hacer reaccionar el producto resultante con una maleimida.

La presente invención se refiere igualmente a una composición de recubrimiento de dos componentes que contiene, como aglomerante,

a) un componente de poliisocianato y

b) un componente reactivo con isocianato que contiene

b1) un compuesto que corresponde a la fórmula (I) y

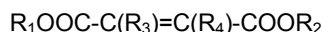
b2) opcionalmente otros compuestos reactivos con isocianato.

en el que la relación equivalente de grupos de isocianato a grupos reactivos con el isocianato es desde aproximadamente 0,8:1 hasta aproximadamente 2:1, y opcionalmente aditivos conocidos en la tecnología de recubrimientos de superficies.

Finalmente, la presente invención se refiere igualmente a prepolímeros que contienen urea, uretano, alofanato y/o estructuras biuret, los cuales están basadas en el producto de reacción de poliisocianatos con los aspartatos de la invención, opcionalmente mezclados con uno o más compuestos reactivos con isocianato.

Las poliaminas útiles en la presente invención son 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexano (isoforona diamina o IPDA), bis-(4-aminociclohexil)-metano, bis-(4-amino-3-metilciclohexil)-metano, 1,6-diaminohexano, 2-metil penta-metileno diamina, etileno diamina y 3,3'-[1,2-etanodiilbis(oxi)]bis (1-propanoamina).

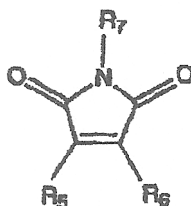
Los ésteres de ácido maleico o fumárico opcionalmente substituidos adecuados para uso en la preparación de los aspartatos son que corresponden a la fórmula



en la que R_3 , R_4 , R_5 y R_6 son tal como previamente se han definido. Los ejemplos incluyen los ésteres dimetilo, dietilo, di-n-butilo y alquilo mezclados de ácido maleico y ácido fumárico y los ésteres de ácido maléico y fumárico correspondientes substituidos por metilo en la posición 2 y/o 3. Los maleatos o fumaratos adecuados para la preparación de los aspartatos de la presente invención incluyen maleatos de dimetilo, dietilo, di-n-propilo, di-isopropilo, di-n-butilo y di-2-etilhexilo, metiletilmaleato o los fumaratos correspondientes.

Los aspartatos de la presente invención se preparan haciendo reaccionar en primer lugar el componente Aa) con el componente Ab) a temperaturas de 0 y 100°C, preferiblemente de 20 a 80°C y más preferiblemente de 20 a 60°C, en la que (i) la relación equivalente de grupos amino primarios en el componente a) a dobles enlaces C=C equivalentes en el componente b) es desde aproximadamente 1,1:1 hasta aproximadamente 3,0:1, preferiblemente desde aproximadamente 1,1:1 hasta aproximadamente 2,0:1. El tiempo de reacción puede variar desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 4 horas, dependiendo del tipo de poliamina y de la concentración residual máxima deseada de reactantes en la mezcla de reacción. A continuación, el producto resultante se hace reaccionar con una malimida.

Las malimidas útiles son las de la estructura:



en la que R_5 , R_6 , y R_7 son tal como se han definido anteriormente. Las maleimidas específicamente útiles incluyen N-metil maleimida, N-etil maleimida, N-propil maleimida, N-isopropil maleimida, N-isobutil maleimida, N-butyl maleimida, N-amil maleimida, N-etilamil maleimida, N-metilisoamil maleimida, N-metilhexil maleimida, N-fenil maleimida, N-etil-2-metil maleimida, N-2,3-trimetil maleimida, 3-metil-N-fenil maleimida, N-fenil-3,4,5,6-tetrahydroftalimida y 3-fenil-N-fenil maleimida.

Esta segunda reacción se lleva a cabo típicamente a una temperatura de desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 100°C, durante tiempos que varían desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 4 horas. La relación de reactantes se elige de manera tal que al menos un mol de malimida está presente por cada grupo amina sin reaccionar. A continuación, el exceso de maleimida puede eliminarse para proporcionar un producto 100% resinoso, o puede dejarse y puede servir como un disolvente.

El procedimiento para preparar los aspartatos de la presente invención puede llevarse a cabo o bien en solución o bien en la ausencia de un disolvente. Igualmente, el disolvente puede agregarse después del procedimiento de síntesis, por ejemplo, para reducir la viscosidad. Los disolventes adecuados incluyen cualquier disolvente orgánico, preferiblemente los conocidos a partir de la tecnología de recubrimiento de superficies. Los ejemplos incluyen aceto-

na, metil etil cetona, metil isobutil cetona, acetato de n-butilo, acetato de metoxipropilo, tolueno, xileno y disolventes aromáticos superiores (tales como los disolventes Solvesso de Exxon).

Los aspartatos preparados de acuerdo con la invención pueden usarse directamente como componentes reactivos para poliisocianatos después de la conclusión del procedimiento de síntesis.

- 5 Uno uso de los aspartatos de la presente invención es para preparar recubrimientos a partir de composiciones de recubrimiento de dos componentes que contienen, como aglomerante,

a) un componente poliisocianato y

b) un componente reactivo con isocianato que contiene

b1) los aspartatos de la invención y

- 10 b2) opcionalmente otros componentes reactivos con isocianato conocidos.

Los componentes poliisocianato adecuados a) son conocidos e incluyen poliisocianatos conocidos a partir de la química de poliuretano, por ejemplo, poliisocianatos de bajo peso molecular y lacas de poliisocianatos preparadas a partir de estos poliisocianatos de bajo peso molecular. Los preferidos son lacas de poliisocianatos, los cuales son conocidos a partir de la tecnología de recubrimiento de superficies. Estas lacas de poliisocianatos contienen grupos biuret, grupos isocianurato, grupos alofanato, grupo uretdiona, grupos carbodiimida y/o grupos uretano y, preferiblemente, preparados a partir de poliisocianatos (ciclo)alifáticos.

Los poliisocianatos de bajo peso molecular adecuados para uso de acuerdo con la presente invención o para la preparación de lacas de poliisocianatos son aquellos que tienen un peso molecular de 140 a 300, tales como diisocianato de 1,4-tetrametileno, diisocianato de 1,6-hexametileno (HDI), diisocianato de 2,2,4- y/o 2,4,4-trimetil-hexametilo, diisocianato de dodecametileno, 2-metil-1,5-diisocianatopentano, 1,4-diisocianatohexano, 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianato-metilciclohexano (IPDI); 2,4- y/o 4,4'-diisocianato-diciclohexil-etano, 1-isocianato-1-metil-3(4)-isocianatometil-ciclohexano (IMCI), diisocianato de 2,4- y/o 2,6-hexahidrotoluileno (H₆TDI), 2,4- y/o 4,4'-diisocianatodifenilmetano o mezclas de estos isómeros con sus homólogos (los cuales pueden obtenerse de una manera conocida mediante la fosgenación de condensados de anilina/formaldehído), 2,4- y/o 2,6-diisocianato-tolueno, y mezclas de los mismos. El uso de los propios poliisocianatos de bajo peso molecular no es preferido. Igualmente, son menos preferidas las lacas de poliisocianatos preparadas a partir de poliisocianatos aromáticos, tales como 2,4- y/o 2,6-diisocianatotolueno. Las lacas de poliisocianato que contienen grupos uretano están basadas preferiblemente en compuestos polihidroxilo de bajo peso molecular que tienen pesos moleculares de 62 a 300, tales como etileno glicol, propileno glicol y/o trimetilolpropano.

- 30 Las lacas de poliisocianatos preferidas para uso como componente a) son las basadas en diisocianato de 1,6-hexametileno y que tienen un contenido en NCO de 16 a 24% en peso y una viscosidad máxima a 23°C de 10.000, preferiblemente de 3.000 mPa.s.

El componente b1) está seleccionado entre los aspartatos de la presente invención. Preferiblemente, X representa un grupo hidrocarburo divalente obtenido mediante la separación de los grupos amino procedentes de 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetil-ciclohexano (isoforona diamina o IPDA), bis-(4-aminociclohexil)-metano, bis-(4-amino-3-metilciclohexil)-metano, 1,6-diaminohexano, 2-metil pentametileno diamina, etileno diamina y 3,3'-[1,2-etanodiil-bis(oxi)]bis (1-propanoamina).

Los componentes b1) de partida particularmente preferidos incluyen los aspartatos en los cuales R₁ y R₂ representan grupos alquilo de C₁ a C₈ tales como metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo o 2-etilhexilo.

- 40 Los componentes b2) de partida opcionales son compuestos conocidos que contienen al menos dos grupos reactivos con el isocianato, incluyendo grupos que reaccionan con grupos isocianato bajo el efecto o bien la humedad y/o bien el calor. Los ejemplos incluyen poliácrilatos hidroxifuncionales y poliésterpolioles. Igualmente, pueden usarse mezclas de estos compuestos.

En los aglomerantes usados de acuerdo con la invención, las cantidades de componentes a), b1) y (opcionalmente) b2) están seleccionados de manera tal que la relación equivalente de grupos isocianato a grupos reactivos con el isocianato es desde aproximadamente 0,8:1 hasta aproximadamente 2,0:1, y preferiblemente desde aproximadamente 0,8:1 hasta aproximadamente 1,2:1.

Los aglomerantes de acuerdo con la invención se preparan mezclando los componentes individuales o bien en la ausencia de un disolvente o bien en la presencia de los disolventes convencionalmente usados en la tecnología del recubrimiento de superficies. Los disolventes adecuados incluyen acetato de etilo, acetato de butilo, acetato de metoxipropilo, metil isobutil cetona, metil etil cetona, xileno, N-metilpirrolidona, espíritu de petróleo, clorobenceno, disolvente Solvesso o mezclas de los mismos.

Preferiblemente, la relación en peso de componentes aglomerantes a) y b) al disolvente en las composiciones de recubrimiento de acuerdo con la invención es desde aproximadamente 40:60 hasta aproximadamente 100:0, más preferiblemente desde aproximadamente 60:40 hasta aproximadamente 100:0.

- 5 Las composiciones de recubrimiento pueden contener igualmente los aditivos conocidos de la tecnología de recubrimiento de superficies. Estos incluyen pigmentos, cargas, agente para el control del flujo, catalizadores y agentes anti-sedimentación.

Las propiedades de los recubrimientos obtenidos a partir de las composiciones de recubrimiento de acuerdo con la invención pueden ajustarse mediante la apropiada selección del tipo y relaciones de los componentes de partida a), b1) y b2.

- 10 Las composiciones de recubrimiento pueden aplicarse a cualquier sustrato en una única capa o en varias capas mediante procedimientos conocidos, por ejemplo, mediante pulverización, pintado, inmersión, inundación o mediante el uso de rodillos o extendedores. Las composiciones de recubrimiento de acuerdo con la invención son adecuadas para la preparación de recubrimientos sobre sustratos, tales como metales, plásticos, madera o vidrio. Las composiciones de recubrimiento son especialmente adecuadas para el recubrimiento de laminados de acero, los cuales se usan para la producción de carrocerías de vehículos, máquinas, paneles para revestimiento, envases y recipientes.
- 15 Los sustratos pueden proporcionarse con capas de imprimación adecuadas antes de la aplicación de las composiciones de recubrimiento de acuerdo con la invención. El secado de los recubrimientos puede llevarse a cabo a una temperatura de aproximadamente 0 hasta 160°C.

- 20 El procedimiento para la producción de recubrimientos usando los aspartatos de la presente invención puede igualmente usarse para la producción de prepolímeros que contienen urea, uretano, alofanato y/o estructuras biuret.

- Los aspartatos de la presente invención pueden usarse directamente después de completarse el procedimiento de síntesis dado que, al contrario de los aspartatos de la técnica anterior, se logra un grado de conversión aproximadamente completo. Como un resultado de la baja concentración de maleatos, fumaratos y grupos amino primarios, estos productos son toxicológicamente y fisiológicamente inocuos. Igualmente, muestran una razonable, así como
- 25 opuesta a una reactividad, vigorosa, frente a isocianatos. Debido a su baja viscosidad, son una alternativa más que adecuada, como diluyentes reactivos, a los disolventes orgánicos medioambientalmente contaminantes previamente usados y, en consecuencia, pueden usarse en composiciones de recubrimiento de dos componentes, de alta calidad, bajo contenido en disolvente o incluso exento de disolvente, con alto contenido en sólidos.

Todas las partes y porcentajes en los ejemplos que siguen son en peso, salvo que se indique lo contrario.

30 **Ejemplo 1**

- A un matraz de fondo redondo provisto con agitador, manta de calefacción, entrada de nitrógeno, termopar y embudo de adición, se agregaron 58 partes (1,0 eq.) de 2-metil-1,5-pentanodiamina a temperatura ambiente. Se agregaron 137,7 partes (0,8 eq.) de maleato de dietilo a través del embudo de adición durante un período de sesenta minutos. La temperatura del matraz subió a 35°C. La reacción se calentó a 60°C y se mantuvo durante siete horas, al
- 35 cabo de cuyo tiempo una valoración yodométrica mostró que la reacción se había completado. La mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente. Se agregaron 25,02 partes (0,2 eq.) de N-metilmaleimida. La temperatura se mantuvo a 25°C durante ocho horas hasta que la reacción se completó. El producto final casi incoloro, transparente, tenía una viscosidad de 260 cps y un índice de amina de 251 (índice teórico de amina: 253).

Ejemplo 2

- 40 A un matraz de fondo redondo provisto con agitador, manta de calefacción, entrada de nitrógeno, termopar y embudo de adición, se agregaron 105 partes (1,0 eq.) de bis-(paraaminociclohexil)metano a temperatura ambiente. Se agregaron 129 partes (0,75 eq.) de maleato de dietilo a través del embudo de adición durante un período de sesenta minutos. La temperatura del matraz subió a 33°C. La reacción se calentó a 60°C y se mantuvo durante diez horas, al
- 45 cabo de cuyo tiempo una valoración yodométrica mostró que la reacción se había completado. La mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente. Se agregaron 31,28 partes (0,25 eq.) de N-metilmaleimida. La temperatura se mantuvo a 25°C durante ocho horas, al cabo de cuyo tiempo la reacción se completó. El producto final casi incoloro, transparente, tenía una viscosidad de 6300 cps y un índice de amina de 209 (índice teórico de amina: 211).

Ejemplo 3

- 50 A un matraz de fondo redondo provisto con agitador, manta de calefacción, entrada de nitrógeno, termopar y embudo de adición, se agregaron 85 partes (1,0 eq.) de 5-amino-1,3,3-trimetilciclohexanometilamina ("isoforona diamina") a temperatura ambiente. Se agregaron 133,7 partes (0,80 eq.) de maleato de dietilo a través del embudo de adición durante un período de sesenta minutos. La temperatura del matraz subió a 33°C. La reacción se calentó a 60°C y se mantuvo durante diez horas, al cabo de cuyo tiempo una valoración yodométrica mostró que la reacción se había completado. La mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente. Se agregaron 25,1 partes (0,20 eq.) de N-metilmaleimida. La temperatura se mantuvo a 25°C durante ocho horas, al cabo de cuyo tiempo la reacción se com-
- 55

pletó. El producto final casi incoloro, transparente, tenía una viscosidad de 2070 cps y un índice de amina de 223 (índice teórico de amina: 227).

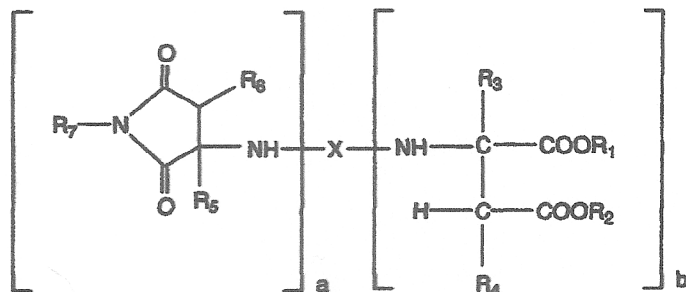
- 5 Las muestras procedentes de los Ejemplos se mezclaron manualmente con Desmodur N-3300 (un diisocianato de hexano trimerizado con un contenido en NCO del 21,8% y un peso equivalente de 192), a una relación equivalente de NCO a NH de 1. La viscosidad se midió sobre un Viscosímetro Brookfield. El tiempo de secado de la muestra se midió extendiendo la muestra mezclada sobre un vidrio. Las muestras se extendieron con un espesor de 0,254 mm en húmedo. A intervalos de 2 minutos, se presionó una bola de algodón sobre las extensiones a fin de comprobar el curado de la película. La película de muestra estaba completamente curada cuando la bola de algodón no dejó impresión. La dureza Shore D se midió vertiendo la muestra mezclada dentro de una copa de aluminio y ensayando su dureza 3 días después con un Durómetro Shore tipo D-2, según ASTM D2240. Los resultados están reportados en
- 10 la tabla siguiente:

	Tiempo de secado, min.	Vida en crisol, min.	Shore D	Aspecto de la película
Ejemplo 1	<2	<2	79	Transparente
Ejemplo 2	10	8	75	Transparente
Ejemplo 3	25	20	75	Transparente

(Dureza Shore D - 3 días después de la mezcla)

REIVINDICACIONES

1. Un aspartato de la fórmula:



en la que

5 X representa un grupo hidrocarburo divalente obtenido mediante la separación de los grupos amino procedentes de 1-amino-3-aminometil-8,5,5-trimetilciclohexano (isoforona diamina o IPDA), bis-(4-aminociclohexil)-metano, bis-(4-amino-3-metilciclohexil)metano, 1,6-diaminohexano, 2-metil pentametileno diamina, etileno diamina ó 3,3'-[1,2-etanodiilbis(oxi)]bis (1-propanoamina). R₃ y R₄ pueden ser idénticos o diferentes y representan hidrógeno o grupos orgánicos los cuales son inertes frente a grupos isocianato a una temperatura de 100°C o inferior, R₁ y R₂ pueden ser idénticos o diferentes y representan grupos orgánicos los cuales son inertes frente a grupos isocianato a una temperatura de 100°C o inferior, R₅ y R₆ pueden ser iguales o diferentes y representan restos seleccionados entre el grupo que consiste en i) hidrógeno, ii) grupos alquilo de C₁ a C₈ lineales o ramificados, los cuales pueden estar substituidos con hasta tres grupos arilo conteniendo desde 6 hasta 10 átomos de carbono, iii) grupos arilo de C₆ a C₁₀, los cuales pueden estar substituidos con hasta tres grupos alquilo conteniendo desde 1 hasta 3 átomos de carbono, y iv) conjuntamente formar un grupo cicloalquilo de seis átomos, estando dicho grupo cicloalquilo substituido con desde 0 hasta 3 grupos alquilo conteniendo desde 1 hasta 3 átomos de carbono, R₇ representa un resto seleccionado entre el grupo que consiste en i) hidrógeno, ii) grupos alquilo de C₁ a C₈ lineales o ramificados, los cuales pueden estar substituidos con hasta tres grupos arilo conteniendo desde 6 hasta 10 átomos de carbono, y iii) grupos arilo de C₆ a C₁₀, los cuales pueden estar substituidos con hasta tres grupos alquilo conteniendo de 1 hasta 3 átomos de carbono, a y b representan números enteros de 1 hasta 5, a condición de que la suma de a y b sea desde 2 hasta 6.

2. El aspartato de la reivindicación 1, en el que R₃ y R₄ son hidrógeno.

3. El aspartato de la reivindicación 1, en el que R₁ y R₂ son cada uno grupos alquilo que tienen de 1 hasta 8 átomos de carbono.

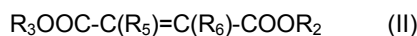
4. Un procedimiento para la preparación de un aspartato de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende

A) hacer reaccionar a una temperatura de 0 a 100°C, en solución o en la ausencia de un disolvente y a una relación equivalente de grupos amino primarios en el componente a) a dobles enlaces C=C en el componente b) de desde aproximadamente 1,1:1 hasta aproximadamente 3,0:1

30 a) di- o poliaminas seleccionadas entre el grupo que consiste en 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexano (isoforona diamina o IPDA), bis-(4-aminociclohexil)-metano, bis-(4-amino-3-metilciclohexil)-metano, 1,6-diaminohexano, 2-metil pentametileno diamina, etileno diamina y 3,3'-[1,2-etanodiilbis(oxi)]bis (1-propanoamina),

con

35 b) compuestos que corresponden a la fórmula (II)



en la que

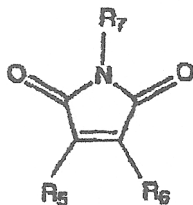
R₁, R₂, R₃ y R₄ son tal como se han definido anteriormente y,

B) hacer reaccionar el producto resultante con una maleimida.

5. El procedimiento de la reivindicación 4, en el que R_3 y R_4 son hidrógeno.

6. El procedimiento de la reivindicación 4, en el que R_1 y R_2 son cada uno grupos alquilo que tienen de 1 hasta 8 átomos de carbono.

7. El procedimiento de la reivindicación 4, en el que dicha maleimida es de la fórmula:



5

en la que R_5 , R_6 y R_7 son como se han definido en la reivindicación 4.

8. Un procedimiento de recubrimiento de dos componentes que comprende, como aglomerante,

a) un componente poliisocianato y

b) un componente reactivo con el isocianato que contiene

10

b1) el aspartato de la reivindicación 1,

b2) opcionalmente otros componentes reactivos con el isocianato,

en el que la relación equivalente de grupos isocianato a grupos reactivos con el isocianato es de aproximadamente 0,8:1 hasta aproximadamente 2,0:1,

15

9. Un prepolímero que contiene urea, uretano, alofanato y/o estructuras biuret que comprende el producto de reacción de un poliisocianato con el aspartato de la reivindicación 1.