



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101679585 B

(45) 授权公告日 2012. 09. 05

(21) 申请号 200880016170. 1

第 10 栏第 3 段 .

(22) 申请日 2008. 05. 07

EP 0427028 A1, 1991. 05. 15, 第 2 页第 8 段
至第 8 页第 1 段 .

(30) 优先权数据

102007023319. 3 2007. 05. 16 DE

US 5569707 A, 1996. 10. 29, 第 1 栏第 7 段至
第 16 栏第 4 段 .

(85) PCT 申请进入国家阶段日

2009. 11. 16

US 5710209 A, 1998. 01. 20, 第 1 栏第 6 段至
第 13 栏第 5 段 .

(86) PCT 申请的申请数据

PCT/EP2008/003634 2008. 05. 07

审查员 梁振方

(87) PCT 申请的公布数据

W02008/138518 DE 2008. 11. 20

(73) 专利权人 拜耳材料科学股份公司

地址 德国莱沃库森

(72) 发明人 H·布卢姆 H·米勒

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 石克虎 李连涛

(51) Int. Cl.

C08G 18/34 (2006. 01)

C09D 175/06 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 3607800 , 1971. 09. 21, 第 1 栏第 1 段至

权利要求书 1 页 说明书 12 页

(54) 发明名称

酸化的聚酯聚氨酯分散体

(57) 摘要

本发明涉及新的酸化的羟基官能聚酯聚氨酯分散体、其的制备方法和它们与交联剂树脂组合用于制备漆、涂料和粘合剂的用途。

1. 包含以下组分的反应产物的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体：
 - a) 至少一种至少二官能的多元醇，
 - b) 至少一种具有至少一个酸基和至少一个能与异氰酸酯基团反应的基团的离子化合物或潜性离子化合物，其选自二、三或单羟基羧酸、羟基磺酸、氨基磺酸或氨基羧酸，
 - c) 至少一种酸酐，和
 - d) 至少一种至少二官能的多异氰酸酯组分。
2. 根据权利要求 1 的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体，特征在于其另外包含：
 - e) 至少一种至少单羟基官能的聚环氧乙烷组分作为构成组分。
3. 根据权利要求 1 的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体，特征在于多元醇 a) 由至少 75 重量%的聚酯多元醇和不超过 25 重量%的聚醚多元醇和 / 或聚碳酸酯多元醇和 / 或不同于第一种聚酯多元醇的第二种聚酯多元醇组成。
4. 根据权利要求 1 的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体，特征在于所述组分 b) 是二羟甲基丙酸和 / 或羟基新戊酸。
5. 根据权利要求 1 的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体，特征在于组分 c) 是苯偏三酸酐。
6. 用于制备根据权利要求 1 的聚酯聚氨酯分散体的方法，特征在于：在第一步骤中，使所述多元醇组分 a) 和酸组分 b) 与多异氰酸酯组分 d) 反应直到达到 0% 的 NCO 值，在第二步骤中使该反应产物与酐组分 c) 在 80-180℃ 下反应直到通过 IR 光谱不再检测到酐谱带，然后加入中和剂和任选的有机溶剂和 / 或辅助物质，并且通过将水加入聚合物中或者通过将聚合物加入水中进行分散。
7. 用于制备根据权利要求 2 的聚酯聚氨酯分散体的方法，特征在于：在第一步骤中，使所述多元醇组分 a)、所述酸组分 b) 和羟基官能的聚环氧乙烷组分 e) 与多异氰酸酯组分 d) 反应直到达到 0% 的 NCO 值，在第二步骤中使该反应产物与所述酐组分 c) 在 80-180℃ 下反应直到通过 IR 光谱不再检测到酐谱带，然后加入中和剂和任选的有机溶剂和 / 或辅助物质，并且通过将水加入聚合物中或者通过将聚合物加入水中进行分散。
8. 根据权利要求 6 或 7 的方法，特征在于在第一步骤中使多元醇组分 a) 总量的一部分量与酸组分 b) 和多异氰酸酯组分 d) 反应，和在第二步骤中加入剩余量的多元醇组分 a)，其中在第一反应步骤中使用组分 a) 总量的 15-75 重量%。
9. 包含根据权利要求 1 的聚酯聚氨酯分散体的涂覆剂。
10. 涂覆剂，其包含：
 - A) 根据权利要求 1-5 之一的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体，
 - B) 封端的多异氰酸酯和 / 或含有游离异氰酸酯基团的多异氰酸酯和 / 或氨基交联剂树脂，其中所述多异氰酸酯可以任选地经亲水性改性。
11. 含水的反应性双组分涂覆剂，其包含：
 - A) 60-98 重量%的根据权利要求 1-5 之一的聚酯聚氨酯分散体，
 - B) 2-40 重量%的含有游离异氰酸酯基团的多异氰酸酯，其可以任选地经亲水性改性。
12. 根据权利要求 1 的聚酯聚氨酯分散体用于制备漆、涂料、粘合剂或密封剂的用途。
13. 根据权利要求 1 的聚酯聚氨酯分散体用于制备烘干填料漆料、单涂层涂料、碎石冲击防护底漆和有色罩面漆的用途。

酸化的聚酯聚氨酯分散体

[0001] 本发明涉及新的酸化的羟基官能聚酯聚氨酯分散体、其的制备方法和它们与交联剂树脂组合用于制备漆、涂料和粘合剂的用途。

[0002] 水可稀释的聚酯通过使羟基官能聚酯与酸酐反应,由此将羧基端基引入聚酯中获得,该羧基端基在中和后转化成具有亲水性作用的盐基团。这类产品描述于例如 EP-A 0330139 和 DE-A 37, 39, 332 中。由于以该方式引入的羧基展现出增加的皂化趋势,在水溶液或分散体中提高 pH 值,因此这些产品溶于相对大量的有机溶剂中并且直到在制备或施加漆料之前短时间内才分散在水中。以该方式,使基于它们皂化敏感性的可能的问题最小化。然而,这在非常高的有机溶剂含量成本下实现,这不再符合目前对低释放涂料的要求。此外,随后的分散步骤相对费力并且复杂。

[0003] 含水聚酯分散体通常通过使羟基官能聚酯与羟基羧酸和多异氰酸酯反应制备。以该方式,通过水解稳定的氨基甲酸酯基团实现将亲水改性所需的酸基引入聚合物中。这类产品描述于例如 EP-A0498156、EP-A 0496205、DE-A 39, 36, 288 或 DE-A 33, 45, 618 中。就储存稳定性和机械或光学薄膜 (filmoptisch) 性能而言,这些含氨基甲酸酯基团的聚酯分散体通常展现出好的性能水平。然而,不利的是为了制备这些含氨基甲酸酯基团的聚酯分散体,通常需要相对大量的溶剂,其然后必须被再次蒸馏出。另外,产品具有比纯的聚酯显著更高的分子量,这可能导致与纯的聚酯相比在颜料润湿、光学薄膜性能以及对苛刻 (kritisch) 基底的粘合性中的缺陷。

[0004] 仍然存在对可简单制备、不需要不常见的聚酯原料、展现出非常好的着色能力并且使得能够制备具有非常好的流动性、可变化调节的硬度 / 弹性水平和耐受性能以及好的碎石冲击防护性能 (Steinschlagschutzeigenschaft) 和抗腐蚀性能的高质量透明漆、漆料和涂料的需要。当在 40°C 下与各种交联剂树脂结合储存时该分散体也将是稳定的,其中不允许大的粘度变化或者甚至出现沉淀。这通常发生在当分散体和交联剂不充分相容或者出现缓慢交联反应时。

[0005] 令人惊奇地,发现特定的用酸酐酸化的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体非常好地符合提出的要求和当与交联剂树脂例如蜜胺树脂和 / 或多异氰酸酯结合时可以固化形成具有所需性能水平的漆和涂层。

[0006] 本发明提供了包含以下组分的反应产物的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体:

[0007] a) 至少一种至少二官能的多元醇,

[0008] b) 至少一种具有至少一个酸基和至少一个能与异氰酸酯基团反应的基团的 (潜在) 离子化合物,其选自二、三或单羟基羧酸、羟基磺酸、氨基磺酸或氨基羧酸,

[0009] c) 至少一种酸酐,和

[0010] d) 至少一种至少二官能的多异氰酸酯组分。

[0011] 在根据本发明的聚酯聚氨酯分散体的另一个实施方案中,这些另外包含:

[0012] e) 至少一种至少单羟基官能的聚环氧乙烷组分作为构成组分 (Aufbaukomponent)。

[0013] 根据本发明的聚酯聚氨酯分散体可以还任选地含有其他组分 f)。

[0014] 根据本发明的聚酯聚氨酯分散体优选为以下组分的反应产物：

[0015] 70-93 重量%，优选 75-90 重量%的组分 a)，

[0016] 0.1-3 重量%，优选 0.5-1.5 重量%的组分 b)，

[0017] 2-12 重量%，优选 3-7.5 重量%的组分 c)，

[0018] 2-12 重量%，优选 3-7 重量%的组分 d)，

[0019] 0.1-5 重量%，优选 0.25-3.5 重量%的组分 e)，和

[0020] 0-20 重量%，优选 0-10 重量%的组分 f)，

[0021] 组分 a)-f) 的百分比数据合计为 100 重量%。

[0022] 合适的多元醇 a) 是羟基官能的聚酯、聚碳酸酯、聚醚、聚酯酰胺、聚酯酰亚胺、聚醚酰胺、聚醚酰亚胺、聚碳酸酯聚醚、聚醚酯和 / 或聚碳酸酯聚酯。合适的多元醇 a) 具有 1.5-4 的官能度。

[0023] 多元醇组分 a) 优选由至少两种多元醇的混合物组成，其中该多元醇选自具有 800-6000g/mol，优选 650-2500g/mol 平均分子量和 2-3.5，优选 1.8-2.5 官能度的羟基官能的聚酯、聚碳酸酯、聚醚、聚碳酸酯聚醚、聚醚酯和 / 或聚碳酸酯聚酯，并且至少一种多元醇为聚酯。优选的聚醚多元醇具有 344-2500g/mol 的分子量和 2-3 的平均官能度。

[0024] 特别优选的多元醇 a) 由至少 75 重量%的聚酯多元醇和不超过 25 重量%的聚醚多元醇和 / 或聚碳酸酯多元醇和 / 或不同于第一种聚酯多元醇的第二种聚酯多元醇组成。

[0025] 聚酯多元醇的理论官能度根据下式确定：

[0026] $\text{当量 [OH]} - \text{当量 [COOH]} / (\text{摩尔 [COOH]} + \text{摩尔 [OH]}) - \text{当量 [COOH]}$

[0027] 通过计算确定，用作组分 a) 的聚酯多元醇具有 500-5000g/mol，优选 750-4000g/mol 的理论分子量。

[0028] 聚酯的理论分子量根据下式确定：

[0029] $\text{初始料的质量 [g]} / (\text{摩尔 [COOH]} + \text{摩尔 [OH]}) - \text{当量 [COOH]}$

[0030] 用作多元醇 a) 的优选聚酯是以下组分的反应产物：

[0031] a1) 30-70 重量%的二羧酸，

[0032] a2) 20-60 重量%的二元醇，

[0033] a3) 0-50 重量%的三元醇和 / 或四元醇，和

[0034] a4) 0-50 重量%的单羧酸。

[0035] 合适的聚酯原料 a1) 是例如邻苯二甲酸酐、间苯二甲酸、对苯二甲酸、己二酸、癸二酸、辛二酸、琥珀酸、马来酸酐、富马酸、二聚脂肪酸、四氢邻苯二甲酸酐、六氢邻苯二甲酸酐、环己烷二羧酸或苯偏三酸酐，和它们的混合物。优选的组分 a1) 是己二酸、邻苯二甲酸酐、四氢邻苯二甲酸酐或间苯二甲酸。

[0036] 合适的聚酯原料 a2) 是例如 1,2- 乙二醇、二甘醇、三甘醇、四甘醇、1,2- 丙二醇、二丙二醇、三丙二醇、1,3- 丙二醇、1,3- 丁二醇、1,4- 丁二醇、1,6- 己二醇、新戊二醇、1,4- 环己烷二甲醇、1,4- 环己二醇、丁烯二醇、丁炔二醇、氢化双酚、三甲基戊二醇、1,8- 辛二醇或十三烷二甲醇，和它们的混合物。优选的组分 a2) 是 1,4- 丁二醇、新戊二醇、1,2- 丙二醇、乙二醇、二甘醇或 1,6- 己二醇。

[0037] 合适的聚酯原料 a3) 是例如三羟甲基丙烷、乙氧基化的三羟甲基丙烷、丙氧基化的三羟甲基丙烷、丙氧基化的甘油、乙氧基化的甘油、甘油、季戊四醇、蓖麻油或它们的混合

物。优选的组分 a3) 是三羟甲基丙烷、甘油、蓖麻油或季戊四醇。

[0038] 合适的聚酯原料 a4) 是例如 C_8-C_{22} 脂肪酸, 例如 2- 乙基己酸、硬脂酸、油酸、大豆油脂肪酸、花生油脂肪酸、其他不饱和脂肪酸、氢化脂肪酸、苯甲酸或其的混合物。

[0039] 优选的聚酯多元醇 a) 具有 900-2500g/mol 的平均分子量和 2-3.5 的平均官能度以及 120-170, 优选 130-160mg KOH/g 的 OH 值。

[0040] 组分 b) 是具有至少一个酸基和至少一个能与异氰酸酯基团反应的基团的 (潜性) 离子化合物。合适的酸基是例如羧基和磺酸基。合适的能与异氰酸酯基团反应的基团是例如羟基和 / 或氨基。

[0041] 合适的化合物 b) 是例如二或三或单羟基羧酸、羟基磺酸、氨基磺酸或氨基羧酸, 例如 2,2- 双 (羟基甲基) 烷烃羧酸例如二羟甲基乙酸、2,2- 二甲基丁酸或 2,2- 二羟甲基戊酸、二羟基琥珀酸、丙烯酸在胺例如异佛尔酮二胺或 1,6- 己二胺上的 Michael 加成产物, 或者这些酸的混合物, 和 / 或二羟甲基丙酸和 / 或羟基新戊酸。使用描述于 US-A 4108814 中类型的任选含有醚基的磺酸二醇或者 2- 氨基乙基氨基乙烷磺酸也是可能的。

[0042] 组分 b) 优选是具有一个或两个羟基和 / 或氨基的羧酸。特别优选地, 使用二羟甲基丙酸和 / 或羟基新戊酸作为组分 b)。

[0043] 根据本发明的聚酯聚氨酯分散体通过组分 b) 引入的酸值小于 17.0mg KOH/g 物质, 优选小于 7.0mg KOH/g 物质。

[0044] 组分 c) 由至少一种酸酐例如邻苯二甲酸酐、四氢邻苯二甲酸酐、六氢邻苯二甲酸酐、马来酸酐、苯偏三酸酐或苯均四酸酐组成。优选苯偏三酸酐。

[0045] 根据本发明的聚酯聚氨酯分散体通过组分 c) 引入的酸值为 1-69mg KOH/g 物质, 优选 17-45mg KOH/g 物质, 并且特别优选 28-36mg KOH/g 物质。

[0046] 组分 b) 和 c) 的游离酸基代表“潜性离子”基团, 而通过用中和剂中和得到的盐类基团, 也即羧酸盐或磺酸盐基团是“离子”基团。

[0047] 合适的组分 d) 包含至少一种至少二官能的多异氰酸酯。这些可以是例如二、三或任选更多官能的脂族异氰酸酯, 例如 1,6- 己二异氰酸酯、丁烷二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、1- 甲基 -2,4(2,6)- 二异氰酸根合环己烷、降冰片烷二异氰酸酯、四甲基亚二甲苯基二异氰酸酯、六氢亚二甲苯基二异氰酸酯、壬烷三异氰酸酯、4,4'- 二异氰酸根合二环己基甲烷。同样合适的是芳族异氰酸酯, 例如 2,4(2,6)- 二异氰酸根合甲苯或者 2,4- 或 4,4'- 二异氰酸根合二苯基甲烷以及基于上述异氰酸酯的 336-1500 分子量范围的更高分子量或低聚的多异氰酸酯。也可以使用这些异氰酸酯的混合物。

[0048] 优选使用异佛尔酮二异氰酸酯和 / 或 1,6- 己二异氰酸酯和 / 或 2,4(2,6)- 二异氰酸根合甲苯。

[0049] 合适的单羟基官能聚环氧乙烷组分 e) 是环氧乙烷的聚合物或者环氧乙烷与环氧丙烷的共聚物或嵌段共聚物, 例如单羟基官能环氧乙烷聚醚、单羟基官能环氧丙烷 / 环氧乙烷共聚醚或者单羟基官能环氧丙烷 / 环氧乙烷嵌段聚醚, 甲醇、丁醇、乙醇、甲氧基丙醇、丁基乙二醇或二甘醇单烷基醚是合适的引发剂分子 (Startermoleküle) 的例子。组分 e) 具有 350-2500g/mol, 优选 500-2300g/mol 的分子量。

[0050] 优选的组分 e) 是单羟基官能聚环氧乙烷组分, 例如聚醚 LB 25 [丁氧基聚乙二醇; 分子量 2250g/mol; Bayer MaterialScience AG, 德国] 或具有 500-1500g/mol 分子量的甲

氧基聚乙二醇 [例如 MPEG 750, DOW Chemical Company, USA]。

[0051] 合适的组分 f) 可以是单胺、二胺、多胺、氨基醇、二醇、三醇、四醇、一元醇、二或三官能聚醚、二官能聚碳酸酯多元醇例如肼(水合物)、己二酸二酰肼、乙二胺、异佛尔酮二胺、二亚乙基三胺、乙二醇、丙二醇、新戊二醇、丁二醇、己二醇、三羟甲基丙烷、丁基乙二醇、丁基二甘醇或甲氧基丙醇、2-乙基己醇、硬脂醇、苜醇、聚环氧丙烷二醇或三醇或聚-THF 二醇或者分子量为 600-3000g/mol 的脂族聚碳酸酯二醇,或者上述或其他组分 f) 的混合物。

[0052] 为了制备根据本发明的聚酯聚氨酯分散体,原则上可以使用各种方法。

[0053] 本发明提供一种制备根据本发明的聚酯聚氨酯分散体的方法(I),特征在于在第一步骤中,使多元醇组分 a) 和酸组分 b) 与多异氰酸酯组分 d) 反应直到达到 0% 的 NCO 值,在第二步骤中使该反应产物与酞组分 c) 在 80°C -180°C 下反应直到通过 IR 光谱不再检测到酞谱带,然后加入中和剂和任选的有机溶剂和 / 或辅助物质,并且通过将水加入聚合物中或者通过将聚合物加入水中进行分散。

[0054] 在使用羟基官能的聚环氧乙烷组分 e) 或任选的组分 f) 的情况下,在根据本发明的方法(I) 的第一步骤中使这些与组分 a)、b) 和 d) 反应。

[0055] 在根据本发明的方法(I) 中,在第一步骤中可以任选地已经存在有机溶剂或者加入合适的催化剂。随后可以通过蒸馏全部或部分分离出过量的溶剂。

[0056] 在根据本发明的方法(I) 的另一个实施方案中,在第一步骤中使多元醇组分 a) 总量的一部分量与酸组分 b) 和多异氰酸酯组分 d) 反应,和在第二步骤中加入剩余量的多元醇组分 a),在第一反应步骤中使用组分 a) 总量的 15-75 重量%,优选 25-60 重量%。优选该操作方式。

[0057] 本发明还提供一种制备根据本发明的聚酯聚氨酯分散体的方法(II),特征在于在第一步骤中使多元醇组分 a) 与酞组分 c) 在 80°C -180°C 下反应直到通过 IR 光谱不再检测到酞谱带,在第二步骤中使反应产物与酸组分 b) 和多异氰酸酯组分 d) 反应直到达到 0% 的 NCO 值,然后加入中和剂和任选的有机溶剂和 / 或辅助物质,并且通过将水加入该聚合物中或者通过将该聚合物加入水中进行分散。

[0058] 在使用羟基官能的聚环氧乙烷组分 e) 或组分 f) 的情况下,在根据本发明的方法(II) 的第二步骤中,使这些与组分 b) 和 d) 反应。

[0059] 在根据本发明的方法(II) 中,在第二步骤中可以任选地已经存在有机溶剂或中和剂,或者加入合适的催化剂。随后可以通过蒸馏全部或部分分离出过量的溶剂。

[0060] 在根据本发明的方法(II) 的另一个实施方案中,在第一步骤中使多元醇组分 a) 总量的一部分量与酞组分 c) 反应,和在第二步骤中加入剩余量的多元醇组分 a),在第一反应步骤中使用组分 a) 总量的 15-75 重量%,优选 25-60 重量%。该操作方式也优选用于方法(II)。

[0061] 合适的催化剂是例如二月桂酸二丁基锡、2-辛酸锡(II)、二丁基锡氧化物(Dibutyl)、二氮杂双环壬烷、二氮杂双环十一烯、锌或铋盐、叔胺例如三乙胺、二甲基环己胺或乙基二异丙胺。

[0062] 合适的中和剂是例如三乙胺、N-甲基吗啉、二甲基异丙胺、乙基二异丙胺、二甲基乙醇胺、甲基二乙醇胺、三乙醇胺、二乙醇胺、乙醇胺、2-氨基-2-甲基-1-丙醇、氨、二甲基环己胺、吗啉、氢氧化钾或氢氧化钠或其的混合物。

[0063] 总的来说,加入一定量的中和剂使得基于引入的酸基的中和度为 40-150%,优选 60-100%。中和度特别优选被选择为使得根据本发明的分散体的 pH 为 6.7-7.3。

[0064] 用于制备根据本发明的聚酯聚氨酯分散体的合适溶剂原则上是不与异氰酸酯反应的所有溶剂,例如 N-乙基吡咯烷酮、N-甲基吡咯烷酮、二甘醇二烷基醚、乙酸甲氧基丙酯、Solvent Naphta[®]、丙酮或甲乙酮。在与酸酐反应后,也可以加入其他的溶剂例如丁基乙二醇、甲氧基丙醇、二甘醇或丁基二甘醇。过量的溶剂可以通过蒸馏除去,期间可以在分散期间或之后在蒸馏水中 / 用蒸馏水在例如 20-80°C 下在减压下进行过量溶剂的除去。然而,优选仅加入一定数量的溶剂使得所得的根据本发明的分散体含有不超过 5 重量%的有机溶剂。

[0065] 根据本发明的聚酯聚氨酯分散体的固含量为 30-55 重量%,优选 35-45 重量%。

[0066] 通过 LKS 测量确定,根据本发明的聚酯聚氨酯分散体具有 10-300nm,优选 15-60nm,优选 15-40nm 的粒径。

[0067] 也可以将根据本发明的聚酯聚氨酯分散体与其他离子或非离子分散体一起混合并且联合使用以下组分,例如原则上合适的是:聚乙酸乙烯酯、聚乙烯、聚苯乙烯、聚丁二烯、聚氯乙烯、聚氨酯、其他聚酯、聚丙烯酸酯和 / 或共聚物分散体。

[0068] 本发明还提供了包含根据本发明的聚酯聚氨酯分散体的涂覆剂 (Beschichtungsmittel)。

[0069] 该涂覆剂可以含有传统的辅助物质和添加剂。这些包括例如交联剂 (Vernetzungsmittel) 例如碳二亚胺、多异氰酸酯、封端的多异氰酸酯以及氨基交联剂树脂例如部分或全部醚化的蜜胺树脂或脲-甲醛缩合产物或者交联的氨基塑料树脂 (Aminoplastharz)、有机或无机颜料或者基于铝箔的金属颜料;填料例如炭黑、硅石 (Kieselsäure)、滑石、高岭土、粉末或纤维形式的玻璃、纤维素和它的混合物或者漆、涂料和粘合剂制备中常用的其他添加剂,例如表面活性物质、乳化剂、稳定剂、抗沉淀剂、UV 稳定剂、消泡剂、抗氧化剂、抗结皮剂、流动促进剂、增稠剂或杀菌剂。

[0070] 本发明还提供了根据本发明的聚酯聚氨酯分散体用于制备漆、涂料、粘合剂或密封剂的应用。

[0071] 本发明还提供了包含以下组分的涂覆剂:

[0072] A) 根据本发明的羟基官能的聚酯聚氨酯分散体,

[0073] B) 封端的多异氰酸酯或含有游离异氰酸酯基团的多异氰酸酯或者氨基交联剂树脂,其中所述多异氰酸酯可以任选地被亲水改性。

[0074] 合适的封端多异氰酸酯例如是二官能异氰酸酯 (例如异佛尔酮二异氰酸酯、1,6-己二异氰酸酯、2,4-或 2,6-二异氰酸根合甲苯、4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯或者它们的更高分子量三聚物、缩二脲 (Biuret)、氨基甲酸酯或脲基甲酸酯) 与封端剂 (例如甲醇、乙醇、丁醇、己醇、辛醇、丙酮肟、丁酮肟、己内酰胺、苯酚、丙二酸二甲酯、丙二酸二乙酯、二甲基吡唑、三唑、二甲基三唑、乙酰基乙酸乙酯、二异丙胺、二丁胺、叔丁基苄胺、环己酮羧乙酯、二环己胺或叔丁基异丙胺) 的反应产物。

[0075] 也可以通过引入亲水基团例如羧酸盐、磺酸盐和 / 或聚环氧乙烷结构而使上述封端多异氰酸酯转化成可水分散形式,并且以该方式与根据本发明的聚酯聚氨酯分散体组合使用。也可以结合使用羟基或氨基官能的以及更高分子量组分,例如二醇、三醇、氨基醇、聚

酯、聚醚、聚碳酸酯和上述或其他原料的混合物制备上述封端的多异氰酸酯。

[0076] 根据本发明的聚酯聚氨酯分散体可用于制备在 80℃ -230℃ 温度下固化的烘漆和烘焙涂料。优选的应用领域是烘烤填料涂料 (Einbrennfüllerlackierung)、单涂层涂料 (Einschichtlacke)、碎石冲击防护底漆 (Steinschlagschutzgrundierung) 和有色罩面漆 (pigmentiert Decklacke)。

[0077] 根据本发明的聚酯聚氨酯分散体也可用于制备反应性含水双组分 (2K) 聚氨酯漆和涂料。

[0078] 优选包含以下组分的含水反应性双组分涂覆剂：

[0079] A) 60-98 重量%的根据本发明的聚酯聚氨酯分散体，

[0080] B) 2-40 重量%的含有游离异氰酸酯基团的多异氰酸酯，其可以任选地被亲水改性。

[0081] 根据本发明的聚酯聚氨酯分散体原则上适用于涂覆 (Beschichtung)、涂漆 (Lackierung)、粘结、处理和密封广泛种类的基材，特别是金属、木材、陶瓷、石材、混凝土、沥青、硬质纤维 (Hartfaser)、玻璃、瓷器、塑料、皮革或许多不同类型的织物。

[0082] 含有根据本发明的聚酯聚氨酯分散体的涂覆剂特点在于非常好的可加工性并且提供了展现出有益的薄膜外观和流动性、非常低的成坑趋势 (Krateranfälligkeit)、好的电阻性能和平衡的硬度 / 弹性水平的涂料。

[0083] 如果将根据本发明的聚酯聚氨酯分散体单独涂覆在基材上，则获得具有非常好的流动性、没有缺陷或坑的透明涂层并且使得非常高的膜厚度是可能的。

实施例

[0084] 聚酯多元醇 PES1)

[0085] 在具有搅拌器、回流冷凝器、蒸馏头和气体导入管的 5l 反应器中，在 190℃ 下在 2g 催化剂 **Fascat**[®] 4100 (锡催化剂, Arkema Inc., USA) 的存在下将 2486g 邻苯二甲酸酐、563g 三羟甲基丙烷、874g 新戊二醇和 890g 二甘醇酯化，直到达到 2.4 的酸值。聚酯 PES1) 具有 148mg KOH/g 物质的 OH 值。

[0086] 聚酯多元醇 PES2)

[0087] 在具有搅拌器、回流冷凝器、蒸馏头和气体导入管的 5l 反应器中，在 190℃ 下在 2g 催化剂 **Fascat**[®] 4100 (锡催化剂, Arkema Inc., USA) 的存在下将 1743g 间苯二甲酸、563g 三羟甲基丙烷、1747g 新戊二醇和 920g 己二酸酯化，直到达到 2.4 的酸值。聚酯 PES2) 具有 146mg KOH/g 物质的 OH 值。

[0088] 聚酯多元醇 PES3)

[0089] 在具有搅拌器、回流冷凝器、蒸馏头和气体导入管的 5l 反应器中，在 190℃ 下在 2g 催化剂 **Fascat**[®] 4100 (锡催化剂, Arkema Inc., USA) 的存在下将 932g 邻苯二甲酸酐、549g 三羟甲基丙烷、1765g 二甘醇和 1743g 间苯二甲酸酯化，直到达到 2.1 的酸值。聚酯 PES3) 具有 136mg KOH/g 物质的 OH 值。

[0090] 聚酯多元醇 PES4)

[0091] 在具有搅拌器、回流冷凝器、蒸馏头和气体导入管的 15l 反应器中，在 190℃ 下在

2g 催化剂Fascat[®] 4100 (锡催化剂, Arkema Inc., USA) 的存在下将 7104g 邻苯二甲酸酐、1568g 三羟甲基丙烷、5043g 二甘醇和 856g 蓖麻油酯化,直到达到 2.2 的酸值。聚酯 PES4) 具有 150mg KOH/g 物质的 OH 值。

[0092] 酸化的羟基官能 PES-PUR 分散体 1)

[0093] 将 444g 聚酯多元醇 PES4)、10g 二羟甲基丙酸和 15.5g 聚醚 LB25 (单羟基官能聚环氧乙烷,分子量 2250g/mol ;Bayer MaterialScienceAG,德国) 称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口 (Stickstoffüberleitung) 的 4l 反应容器中,并且在 100°C 下均化。然后加入 12.8g 异佛尔酮二异氰酸酯和 38.6g 1,6-己二异氰酸酯的混合物,在 120°C 下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后加入 57.3g 苯偏三酸酐和另外的 444g 聚酯多元醇 PES4),加热至 160°C 并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 113g 丁基乙二醇,将混合物冷却至 80°C,用 52g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1246g 蒸馏水分散。

[0094] 得到具有 41.2% 固含量、6.8 的 pH 值和 27nm 平均粒径 (mittler Teichengröße) 的 PES-PUR 分散体 1)。

[0095] 酸化的羟基官能的 PES-PUR 分散体 2)

[0096] 将 443g 聚酯多元醇 PES2)、10g 二羟甲基丙酸和 7.7g 聚醚 LB 25 (单羟基官能聚环氧乙烷,分子量 2250g/mol ;Bayer MaterialScienceAG,德国) 称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 4l 反应容器中,并且在 100°C 下均化。然后加入 12.8g 异佛尔酮二异氰酸酯和 38.6g 1,6-己二异氰酸酯的混合物,随后是 56g N-乙基吡咯烷酮,在 120°C 下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后加入 57.3g 苯偏三酸酐、另外的 442g 聚酯多元醇 PES4) 和 28g N-乙基吡咯烷酮,加热至 160°C 并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 28g 丁基乙二醇,将混合物冷却至 80°C,用 55g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1230g 蒸馏水分散。

[0097] 得到具有 43.2% 固含量、7.3 的 pH 值和 19nm 平均粒径的 PES-PUR 分散体 2)。

[0098] 酸化的羟基官能的 PES-PUR 分散体 3)

[0099] 将 437g 聚酯多元醇 PES1)、10g 二羟甲基丙酸和 7.8g 聚醚 LB 25 (单羟基官能聚环氧乙烷,分子量 2250g/mol ;Bayer MaterialScienceAG,德国) 称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 4l 反应容器中,并且在 100°C 下均化。然后加入 12.8g 异佛尔酮二异氰酸酯和 38.6g 1,6-己二异氰酸酯的混合物,随后是 55g N-乙基吡咯烷酮,在 120°C 下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后加入 57.3g 苯偏三酸酐和另外的 436g 聚酯多元醇 PES1),加热至 160°C 并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 55g 丁基乙二醇,将混合物冷却至 80°C,用 55g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1217g 蒸馏水分散。

[0100] 得到具有 41.1% 固含量、7.3 的 pH 值和 24nm 平均粒径的 PES-PUR 分散体 3)。

[0101] 酸化的羟基官能的 PES-PUR 分散体 4)

[0102] 将 476g 聚酯多元醇 PES3)、10g 二羟甲基丙酸和 7.8g 聚醚 LB 25 (单羟基官能聚环氧乙烷,分子量 2250g/mol ;Bayer MaterialScienceAG,德国) 称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 4l 反应容器中,并且在 100°C 下均化。然后加入 31.9g 异佛尔酮二异氰酸酯和 24.2g 1,6-己二异氰酸酯的混合物,随后是 57g N-乙基吡咯烷酮,在 120°C 下搅拌

直到 NCO 含量为 0%。随后加入 57.3g 苯偏三酸酐和另外的 475g 聚酯多元醇 PES3), 加热至 160℃ 并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 63g 丁基乙二醇, 将混合物冷却至 80℃, 用 54g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1320g 蒸馏水分散。

[0103] 得到具有 40.2% 固含量、6.8 的 pH 值和 21nm 平均粒径的 PES-PUR 分散体 4)。

[0104] 酸化的羟基官能的 PES-PUR 分散体 5)

[0105] 将 402g 聚酯多元醇 PES4)、69g 具有 66g/mol 的 OH 值的己二酸 / 己二醇 / 新戊二醇聚酯和 11.3g 二羟甲基丙酸称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 41 反应容器中, 并且在 100℃ 下均化。然后加入 37.3g 异佛尔酮二异氰酸酯和 18.8g 1,6-己二异氰酸酯的混合物, 在 120℃ 下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后加入 57.4g 苯偏三酸酐和另外的 433g 聚酯多元醇 PES4), 加热至 160℃ 并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 114g 丁基乙二醇, 将混合物冷却至 80℃, 用 53g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1253g 蒸馏水分散。

[0106] 得到具有 43.0% 固含量、6.7 的 pH 值和 23nm 平均粒径的 PES-PUR 分散体 5)。

[0107] 酸化的羟基官能的 PES-PUR 分散体 6)

[0108] 将 261g 聚酯多元醇 PES4) 和 6.8g 二羟甲基丙酸称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 41 反应容器中, 并且在 100℃ 下均化。然后加入 37.5g 异佛尔酮二异氰酸酯, 在 120℃ 下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后加入 34.1g 苯偏三酸酐和另外的 261g 聚酯多元醇 PES4), 加热至 160℃ 并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 66g 丁基乙二醇, 将混合物冷却至 80℃, 用 31g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 635g 蒸馏水分散。

[0109] 得到具有 44.3% 固含量、6.7 的 pH 值和 25nm 平均粒径的 PES-PUR 分散体 6)。

[0110] 应用试验结果:

[0111] 倾倒试验:

[0112] 将 PES-PUR 分散体 1)、2)、3)、4)、5) 和 6) 各自通过加入 20% 水稀释, 并且将这些稀释的溶液各自以使得溶液可以流走的方式倒在干净的玻璃板上。然后进行视觉评价流动性 (评价: 好 = i. 0. 并且不好 = n. i. 0.) 和成坑趋势 (评价: m = 坑的数量 / 从 (m1 = 没有坑或非常偶然的坑) 到 (m5 = 非常多的坑), 以及 g = 坑的尺寸, 从 (g1 = 没有坑) 或非常小的坑到 (g5 = 非常大的坑))。

[0113] 倾倒试验 PES-PUR 分散体 1) 坑: m1/g1; 流动: i. 0.

[0114] 倾倒试验 PES-PUR 分散体 2) 坑: m1/g1; 流动: i. 0.

[0115] 倾倒试验 PES-PUR 分散体 3) 坑: m1/g1; 流动: i. 0.

[0116] 倾倒试验 PES-PUR 分散体 4) 坑: m1/g1; 流动: i. 0.

[0117] 倾倒试验 PES-PUR 分散体 5) 坑: m1/g1; 流动: i. 0.

[0118] 倾倒试验 PES-PUR 分散体 6) 坑: m1/g2; 流动: i. 0.

[0119] 由聚酯聚氨酯分散体制备透明漆:

[0120] 得自 PES-PUR 分散体 1) 的透明漆:

[0121] 组分是: 207g PES-PUR 分散体 1)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904 (蜜胺树脂, Ineos Melamins GmbH, Frankfurt, 德国); 1.7g **Additol**[®] XW395 (润湿添加剂, Cytec Surface

Specialities ;USA)、1.7g**Surfynol**[®] 104E(表面活性剂,Air Products Chemicals Europe B. V., 荷兰)、4.5g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 58g 蒸馏水。

[0122] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。漆具有 35%的固含量和根据 ISO 5 为 38s 的流动时间(Auslaufzeit)。即使在 40℃下 10 天储存后,流动时间保持稳定。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、根据 DIN 53157 为 113s 的摆锤硬度和 0123* 的初始溶解性(Anlösbarkeit)的漆膜。

[0123] * 初始溶解度试验:固化的漆膜暴露在 4 种不同溶剂下,每种 1 分钟

[0124] 评价:0 = 没有检测到反常,1 = 些微软化(可逆),2 = 中等软化(可逆)、3 = 显著软化、4 = 漆些微损坏、5 = 漆剥离。

[0125] 得自 PES-PUR 分散体 2) 的透明漆:组分是:197g PES-PUR 分散体 2)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904 ;1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、3.9g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 20g 蒸馏水。

[0126] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。漆具有 42%的固含量和根据 ISO 5 为 40s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、168s 的摆锤硬度和 2222 的初始溶解性的漆膜。

[0127] 得自 PES-PUR 分散体 3) 的透明漆:组分是:207g PES-PUR 分散体 3)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904 ;1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、4.5g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 35g 蒸馏水。

[0128] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。漆具有 38%的固含量和根据 ISO 5 为 32s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、224s 的摆锤硬度和 0124 的初始溶解性的漆膜。

[0129] 在固化 144 小时后,根据 DIN 53167 的漆在钢板上的盐雾试验导致漆膜中仅仅 13mm 的切口裂隙腐蚀。

[0130] 得自 PES-PUR 分散体 4) 的透明漆:组分是:211.4g PES-PUR 分散体 4)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904 ;1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、5.2g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 34g 蒸馏水。

[0131] 得自 PES-PUR 分散体 5) 的透明漆:组分是:198g PES-PUR 分散体 5)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904 ;1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、5.2g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 52g 蒸馏水。

[0132] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。漆具有 37%的固含量和根据 ISO 5 为 41s 的流动时间。即使在 40℃下 10 天储存后,流动时间保持几乎不变(37s)。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、104s 的摆锤硬度和 0134 的初始溶解性的漆膜。

[0133] 具有蜜胺作为交联剂的得自 PES-PUR 分散体 6) 的透明漆:组分是 170.5g PES-PUR 分散体 6)、29.4g **Cymel**[®] 328(蜜胺交联剂树脂,Cytec Industries,USA)、1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、4.1g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 53g 蒸馏水。

[0134] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。

漆具有 39% 的固含量和根据 ISO 5 为 41s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、198s 的摆锤硬度和 0000 的初始溶解性的漆膜。

[0135] 具有封端的异氰酸酯作为交联剂的得自 PES-PUR 分散体 6) 的透明漆:组分是 100g PES-PUR 分散体 6)、97.1g **Bayhydur**[®] BL 5140 (具有封端的多异氰酸酯基团的分散体, Bayer MaterialScience, Leverkusen, 德国)、1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、4.1g 10% 二甲基乙醇胺水溶液和 53g 蒸馏水。

[0136] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃ 下将其烘烤 30 分钟。漆具有 36% 的固含量和根据 ISO 5 为 40s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、171s 的摆锤硬度和 0333 的初始溶解性的高度弹性漆膜。

[0137] 盐雾试验 144 小时导致漆膜中 18mm 的切口裂隙腐蚀。

[0138] 得自 PES-PUR 分散体 1) 的有色漆(着色度 100%):组分是:99.5g 颜料糊剂、119g PES-PUR 分散体 1)、9.5g **Maprenal**[®] MF 904、1.8g 10% 二甲基乙醇胺水溶液和 32g 蒸馏水,将其在珠磨机中研磨。

[0139] 然后施加漆膜并且在室温下固化 8 分钟、在 80℃ 下固化 10 分钟和然后在 165℃ 下固化 22 分钟。漆具有 49% 的固含量和根据 ISO 5 为 40s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、140s 的摆锤硬度和 1122 的初始溶解性的漆膜。Gardner 光泽度值为 78% (60°)。Erichsen 杯突深度为 9.5mm,冲击试验的值为 > 80 / > 80 (进 / 出)、根据 DIN 53151 的划格试验 (0 = 最有利的值,5 = 最逊色的值) = 0。

[0140] 钢上的盐雾试验 144 小时导致漆膜中 13mm 的擦痕裂隙腐蚀。

[0141] 在由阳极电泳底漆涂装 (KTL) 层、根据基于 PES-PUR 分散体 1) 的上述有色漆的填料、亮黑底涂层和透明漆组成的完整漆体系上进行碎石冲击试验,具有非常好的结果:

[0142] 根据 DIN 55996-1/B (2x500g ; 2 巴, 45°) 的 VDA 轰击:

[0143] 轰击度 (评价 0-5 ; 0 = 最有利的值) = 1.5 ; 主分离程度 (Haupttrenneben) = KTL

[0144] 根据 DIN 55996-2 (3 巴, -20℃) 的 BMW 楔:

[0145] 剥落尺寸 (mm) = 2.1 ; 主分离程度 = KTL

[0146] 根据 DIN 55996-3 的 DC 轰击 (250km/h ; -20℃) :

[0147] 剥落尺寸 (mm) : 2 ; 主分离程度 = 金属片

[0148] 聚酯多元醇 PES5) :

[0149] 在具有搅拌器、回流冷凝器、蒸馏头和气体导入管的 5l 反应器中,在 190℃ 下在 2g 催化剂 **Fascat**[®] 4100 (锡催化剂, Arkema Inc., USA) 的存在下将 1570g 间苯二甲酸、576g 三羟甲基丙烷、1789g 新戊二醇和 1146g 己二酸酯化,直到达到 2.0 的酸值。聚酯 PES5) 具有 155mg KOH/g 物质的 OH 值。

[0150] 聚酯多元醇 PES6) :

[0151] 在具有搅拌器、回流冷凝器、蒸馏头和气体导入管的 5l 反应器中,在 190℃ 下在 2g 催化剂 **Fascat**[®] 4100 (锡催化剂, Arkema Inc., USA) 的存在下将 2279g 邻苯二甲酸酐、590g 三羟甲基丙烷、698g 新戊二醇、1166g 二甘醇和 321g 己二酸酯化,直到达到 2.4 的酸值。聚酯 PES6) 具有 149mg KOH/g 物质的 OH 值。

[0152] 酸化的羟基官能的 PES-PUR 分散体 7)

[0153] 将 448g 聚酯多元醇 PES5)、7.8g 聚醚 LB 25、10g 二羟甲基丙酸和 55.8g N-乙基吡咯烷酮称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 41 反应容器中,并且在 100℃下均化。然后加入 48.3g 1,6-己二异氰酸酯,在 120℃下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后加入 57.3g 苯偏三酸酐和另外的 448g 聚酯多元醇 PES5),加热至 160℃并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 55g 丁基乙二醇,将混合物冷却至 80℃,用 50.8g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1190g 蒸馏水分散。

[0154] 得到具有 42.7%固含量、7.2 的 pH 值和 23nm 平均粒径的 PES-PUR 分散体 7)。

[0155] 酸化的羟基官能的 PES-PUR 分散体 8)

[0156] 将 448g 聚酯多元醇 PES6)、7.8g 聚醚 LB 25、6.8g 二羟甲基丙酸和 55.8g N-乙基吡咯烷酮称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 41 反应容器中,并且在 100℃下均化。然后加入 48.3g 1,6-己二异氰酸酯,在 120℃下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后加入 57.3g 苯偏三酸酐和另外的 448g 聚酯多元醇 PES6),加热至 160℃并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 55g 丁基乙二醇,将混合物冷却至 80℃,用 54g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1290g 蒸馏水分散。

[0157] 得到具有 41.7%固含量、7.1 的 pH 值和 25nm 平均粒径的分散体 8)。

[0158] 得自 PES-PUR 分散体 7) 的透明漆:组分是:199g 分散体 7)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904;1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、5.1g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 26g 蒸馏水。

[0159] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。漆具有 40%的固含量和根据 ISO 5 为 41s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、88s 的摆锤硬度和 2224 的初始溶解性的漆膜。

[0160] 盐雾试验 144 小时导致漆膜中 20mm 的擦痕裂隙腐蚀。

[0161] 得自 PES-PUR 分散体 8) 的透明漆:组分是:204g 分散体 8)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904;1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、4.5g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 46g 蒸馏水。

[0162] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。漆具有 37%的固含量和根据 ISO 5 为 40s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、162s 的摆锤硬度和 1124 的初始溶解性的漆膜。

[0163] 盐雾试验 144 小时导致漆膜中 10mm 的擦痕裂隙腐蚀。

[0164] 酸化的羟基官能的 PES-PUR 分散体 9)

[0165] 将 581g 聚酯多元醇 PES5)、7.8g 聚醚 LB 25、10g 二羟甲基丙酸和 24g **Proglide**[®] DMM(乙二醇醚溶剂,DOW,UK)称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 41 反应容器中,并且在 100℃下均化。然后加入 48.3g 1,6-己二异氰酸酯,在 120℃下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后加入 57.3g 苯偏三酸酐和另外的 315g 聚酯多元醇 PES5),加热至 160℃并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后伴随着搅拌加入 95g 丁基乙二醇,将混合物冷却至 80℃,用 51g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1190g 蒸馏水分散。

[0166] 得到具有 42%固含量、7.1 的 pH 值和 25nm 平均粒径的分散体 9)。

[0167] 酸化的羟基官能 PES-PUR 分散体 10)

[0168] 将 448g 聚酯多元醇 PES5) 和 57.3g 苯偏三酸酐称量到具有搅拌器、回流冷凝器和氮气入口的 4l 反应容器中,加热至 160℃并且搅拌直到通过红外 (IR) 光谱不再能检测到酐谱带。随后将混合物冷却至 110℃并且称量加入 24.5g **Solvesso**[®] 100 (烃混合物, Exxon Mobile, USA)、448g 聚酯多元醇 PES5)、7.8g 聚醚 LB 25 和 10g 二羟甲基丙酸,并且均化。随后加入 63.8g 异佛尔酮二异氰酸酯,在 135℃下搅拌直到 NCO 含量为 0%。随后伴随着搅拌加入 96.4g 丁基乙二醇,将混合物冷却至 80℃,用 52g 二甲基乙醇胺中和并且通过加入 1200g 蒸馏水分散。

[0169] 得到具有 42%固含量、7.3 的 pH 值和 25nm 平均粒径的分散体 10)。

[0170] 得自 PES-PUR 分散体 9) 的透明漆:组分是:202g PES-PUR 分散体 9)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904 ;1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、6.3g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 29g 蒸馏水。

[0171] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。漆具有 39%的固含量和根据 ISO 5 为 37s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、132s 的摆锤硬度和 2244 的初始溶解性的漆膜。

[0172] 盐雾试验 144 小时导致漆膜中 12mm 的擦痕裂隙腐蚀。与封端的多异氰酸酯交联剂 (**Bayhydur**[®] BL 5140) 组合,获得当在 40℃下储存时也稳定的漆以及具有非常好的流动性、非常好的薄膜外观以及 135s 的摆锤硬度和 > 9mm 的 Erichsen 杯突深度的漆膜。

[0173] 得自 PES-PUR 分散体 10) 的透明漆:组分是:202g PES-PUR 分散体 10)、15.5g **Maprenal**[®] MF 904 ;1.7g **Additol**[®] XW 395、1.7g **Surfynol**[®] 104E、3.2g 10%二甲基乙醇胺水溶液和 24g 蒸馏水。

[0174] 将组分均化,施加漆膜并且在室温下晾干 10 分钟后,在 140℃下将其烘烤 30 分钟。漆具有 40%的固含量和根据 ISO 5 为 42s 的流动时间。在烘烤后,得到具有非常好的流动性和薄膜外观、173s 的摆锤硬度和 2244 的初始溶解性的漆膜。

[0175] 盐雾试验 144 小时导致漆膜中 17mm 的擦痕裂隙腐蚀。与封端的多异氰酸酯固化剂 (**Bayhydur**[®] BL 5140) 组合,获得当在 40℃下储存时也稳定的漆以及具有非常好的流动性、非常好的薄膜外观和 195s 的非常高的摆锤硬度的膜。

[0176] 总的认为,根据本发明的 PES-PUR 分散体廉价,简单制得当与各种交联剂树脂结合时即使当在 40℃下储存时也稳定的分散体,并且在施加和烘烤后得到具有非常好的流动性、非常好的薄膜外观和可变化调节的硬度 / 弹性比例的漆和涂料。溶剂抗性也可在宽的范围内变化,并且该分散体适用于例如制备高质量烘烤填料或碎石冲击防护涂料。