



H U 0 0 0 2 1 4 6 3 6 B

(19) Országkód

HU

MAGYAR
KÖZTÁRSASÁGMAGYAR
SZABADALMI
HIVATALSZABADALMI
LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

214 636 B

(21) A bejelentés ügyszáma: P 93 00304

(22) A bejelentés napja: 1993. 02. 05.

(30) Elsőbbségi adatok:

P 42 03 510.4 1992. 02. 07. DE

(51) Int. Cl.⁶

C 08 G 18/08

C 08 G 18/62

C 09 D 175/04

(40) A közzététel napja: 1994. 07. 28.

(45) A megadás meghirdetésének a dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1998. 04. 28.

(72) Feltalálók:

dr. Kubitza, Werner, Leverkusen (DE)

dr. Reiff, Helmut, Leverkusen (DE)

dr. Schwindt, Jürgen, Leverkusen (DE)

(73) Szabadalmas:

Bayer AG., Leverkusen (DE)

(74) Képvisező:

DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54)

Vizes, kétkomponensű rétegezőszer és eljárás előállítására

KIVONAT

A találmány szerinti vizes, kétkomponensű rétegezőszer kötőanyaga az alábbi összetételből áll:

a) vízben oldott és/vagy diszpergált poliol komponens, amelynek hidroxilszáma 15–200 mg KOH/g, és amely

a1) legalább egy nagymolekulájú, kationosan módosított, hidroxilcsoportot tartalmazó lakk-gyantából, és adott esetben

a2) az a1)-re vonatkoztatva legfeljebb 15 tömeg% vízben oldódó reaktív hígítóból áll,

és

b) az a) komponens vizes oldatában és/vagy diszperziójában emulgeált poliizocianát komponens, ahol a b) komponens izocianát csoportjának ekvivalens aránya az a) szerves komponens aktív hidrogénatomjára vonatkoztatva (0,5:1)–(5:1), ahol az a1) komponens ké-

miallag beépített N^{\oplus} ammóniumcsoportot tartalmaz

8–450 miliekvivalens mennyiségben 100 g szilárd anyagra vonatkoztatva.

A találmány új, vizes rétegezőszerre vonatkozik, amely vízben oldott és/vagy diszpergált, kationosan módosított polioli komponensen alapszik, amely lényegében egy nagymolekulájú poliaddíciós, polikondenzációs vagy polimerizációs gyantából, és adott esetben reaktív hígítóból áll, és amelyben poliizocianát komponens van emulgeálva. A találmány kiterjed az ilyen rétegezőszer előállítására is.

A vizes lakk-rendszerek fontossága gazdasági és ökológiai okokból fokozatosan növekszik. A szokásos lakk-rendszerek helyettesítése azonban lassabban halad, mint ezt kezdetben várták.

Ennek számos oka van. Így például a vizes diszperziók gyakran hátrányosabbak a feldolgozás vonatkozásában, mint a szerves, oldott lakk-rendszerek. A vizes oldatokkal kapcsolatban gyakran merül fel probléma a kielégítő vízdékonyság vonatkozásában, valamint az ebből levezethető csekély vízállóság vonatkozásában a szokásos oldott lakk-rendszerekhez viszonyítva. Emellett, gyakran lépnek fel feldolgozási nehézségek, amelyek egyrészt a nagy viszkozitásból, másrészt a viszkozitás anomáliákból adódnak, és amit eddig szerves segédoldószer alkalmazásával kerültek meg. Az alkalmazott segédoldószer mennyisége azonban korlátozott, mivel ellenkező esetben elveszne a vizes rendszerek ökológiai előnye.

Ebből az okból melamin-gyantával térhálósított kötőanyag rendszerben javasolták vízzel hígítható, reaktív hígító alkalmazását (4 031 052, 4 171 294 és 4 276 210 számú USA-beli szabadalmi leírás, valamint 2 446 760 és 2 847 532 számú német közrebo-csátási irat), amely egyrészt kedvezően befolyásolja a polimerrendszer oldékonysági tulajdonságait, másrészt a melamin-gyantával kialakított térhálón keresztül beépül a bevonatba. Másrészt azonban egyes vizes melamingyanták reakcióképessége olyan alacsony, hogy gyakran olyan magas térhálósítási hőmérsékletre van szükség, amelyen a reaktív hígító már a térhálósítás előtt eltávozik a bevonatból.

Ismertek továbbá olyan vizes, kétkomponensű poliuretán rendszerek (3 829 587 számú német közrebo-csátási irat), amelyek kötőanyaga vízben oldott vagy diszpergált poliakrilát gyantából és ezzel kombinált, a diszperzióban vagy oldatban emulgeált, és szabad izocianát-csoportokat tartalmazó poliizocianátból áll. Ezek lényegében oldószermentes rendszerek, ami már abból a körülményből is látható, hogy a polimerizált gyanta előállításához alkalmazott oldószert a vizes készítmény előállítása előtt eltávolítják. A technika állásából ismert rendszerek lehetővé teszik értékes bevonatok előállítását, amelyek lakk-technikai tulajdonságaik vonatkozásában az analóg felépített, oldószertartalmú rétegezőszerből vannak előállítva.

Meglepő módon azt találtuk, hogy az olyan vizes, kétkomponensű poliuretán lakk, amelynek polioli komponensét nem anionosan, hanem kationosan módosítjuk, lényegesen hosszabb feldolgozási idővel rendelkezik, és az anionosan módosított polihidroxil-vegyületeken alapuló analóg rendszerekhez hasonlóan értékes lakk-bevonatok előállítására alkalmazhatók. A talá-

mány szerinti rétegezőszer feldolgozási ideje jóval hosszabb, mint 8 óra, és gyakran több napra kiterjed.

A találmány tárgya tehát vizes, kétkomponensű rétegezőszer, amely adott esetben a szokásos segédanyagokat és adalékanyagokat tartalmazza, ahol a kötőanyag az alábbi összetételből áll:

- a) egy vízben oldott és/vagy diszpergált polioli komponens, amelynek átlagos hidroxilszáma 15–200 mg KOH/g, és amely az alábbi komponensekből áll:
 - a1) nagymolekulájú polioli komponens, amely legalább egy, ionosan módosított, vízben hígítható és hidroxilcsoportokat tartalmazó poliaddíciós, polimerizációs és/vagy polikondenzációs gyantából áll, amelynek móltömege legalább 500, és
 - a2) adott esetben az a1) komponens tömegére vonatkoztatva legfeljebb 10 tömeg% mennyiségben egy reaktív hígító, amely legalább egy, vízben oldódó vegyületből áll, amelynek móltömege legfeljebb 500, és amely legalább egy, izocianátcsoporttal szemben reakcióképes csoportot tartalmaz, és
 - b) az a) polioli komponens vizes oldatában és/vagy diszperziójában emulgeált poliizocianát komponens, amelynek NCO-tartalma 5–25 tömeg%, ahol a b) komponens izocianátcsoportjának az a) komponens aktív hidrogénatomjára vonatkoztatott ekvivalens aránya (0,5:1)–(5:1), amelynél az a1) komponens kémiaiilag beépített ammónium csoportokat tartalmazó komponenseket tartalmaz, ahol az a1) komponensen belül a kémiaiilag beépített N^{\oplus} ammóniumcsoportok mennyisége 8–450 miliekvivalens 100 g szilárd anyagra vonatkoztatva.
- 35 A találmány tárgya továbbá eljárás a fenti rétegezőszer előállítására, amelynek során valamely a) polioli komponens vizes oldatát vagy diszperzióját, amelynek hidroxilszáma 15–200 mg KOH/g, és amely az alábbi komponensekből áll:
 - 40 a1) legalább egy, vízben hígítható, hidroxilcsoportokat tartalmazó, ionosan módosított poliaddíciós, polimerizációs vagy polikondenzációs gyanta, amelynek móltömege legalább 500, valamint
 - 45 a2) adott esetben az a1) komponensre vonatkoztatva legfeljebb 10 tömeg% reaktív hígító, amely legalább egy, vízben oldódó vegyületből áll, amelynek móltömege legfeljebb 500, és amely legalább egy, izocianátcsoportra reakcióképes csoportot tartalmaz,
 - 50 valamely b) poliizocianát komponenssel keverünk, amelynek NCO-tartalma 5–25 tömeg%, és a poliizocianát komponens az a) polioli komponens vizes oldatában vagy diszperziójában emulgeáljuk, ahol az egyes komponensek tömegarányának beállításával az izocianátcsoport ekvivalens arányát az a) szerves komponens izocianátcsoporttal szemben reakcióképes csoportjára vonatkoztatva (0,5:1)–(5:1) értékre állítjuk, és ahol az adott esetben alkalmazott segédanyagokat és adalékanyagokat a b) poliizocianát hozzáadása előtt adagoljuk a rendszerhez, amelynél olyan a) polioli komponens

alkalmazunk, amelynek a1) komponense kémiailag beépített N^{\oplus} ammóniumcsoportot tartalmaz 8–450

miliiekvivalens mennyiségben 100 g szilárd anyagra vonatkoztatva.

A találmány szerinti rétegezőszerben a vízben oldott és/vagy diszpergált a) poliol komponens átlagos hidroxilszáma 15–200 mg KOH/g, előnyösen 40–160 mg KOH/g, és átlagos hidroxil-funkcionalitása legalább 2,5, előnyösen legalább 3. Ez a komponens egy a1) nagymolekulájú poliol komponensből áll, amelynek móltömege legalább 500, illetve egy ilyen a1) komponens és erre vonatkoztatva legfeljebb 10 tömeg% vízben oldódó reaktív hígító kombinációjából áll, ahol a reaktív hígító olyan szerves vegyületet tartalmaz, amelynek móltömege legfeljebb 500, és amely legalább egy, izocianátcsoporttal szemben reakcióképes csoportot tartalmaz.

Az a) komponens vizes oldata és/vagy diszperziója előnyösen 100 tömegrész szerves, izocianátcsoporttal szemben reakcióképes a1) vegyületre és adott esetben a2) vegyületre vonatkoztatva 65–400 tömegrész, előnyösen 100–240 tömegrész vizet tartalmaz.

A találmány szerinti a1) komponens legalább egy hidroxilcsoportot tartalmazó poliaddíciós, polikondenzációs és/vagy polimerizációs gyantából áll, amelynek móltömege legalább 500, előnyösen 1500–5000, és hidroxil funkcionalitása legalább 2, előnyösen legalább 3. Az a) komponens legalább részben, előnyösen teljes egészében ilyen nagymolekulájú a1) komponensből áll, amely a komponens vízben történő oldékonyságát vagy

diszpergálhatóságát befolyásoló beépített N^{\oplus} ammóniumcsoportokat tartalmaz. Elvileg lehetséges, de általában nem előnyös a1) komponensként olyan keverék alkalmazása, amely nagymolekulájú polihidroxil-vegyületként kationosan módosított poliolt, valamint nemionosan módosított poliolt tartalmaz, feltételezve, hogy a kationosan módosított poliol aránya kielégítően magas, az összkeverék diszpergálhatóságának, illetve oldékonyságának biztosításához. A nagymolekulájú a1) poliol komponens

a kémiailag beépített N^{\oplus} ammóniumcsoportot általában 8–450 miliiekvivalens, előnyösen 25–250 miliiekvivalens mennyiségben tartalmazza 100 g szilárd anyagra vonatkoztatva.

Móltömegként (5000 alatti móltömegek esetén) a gőznyomás ozmometriásan dioxánban és acetonban meghatározott móltömeget értjük, amikoris különböző értékek esetén az alacsonyabb értéket tekintjük korrektnek, míg 5000 feletti móltömegek esetén a membrán ozmometriásan acetonban meghatározott értéket értjük.

Az a1) komponensként szolgáló nagymolekulájú polihidroxil-vegyület kationos módosítását általában tercier nitrogénatom beépítésével végezzük, amit ezután savval történő semlegesítéssel, vagy valamely kva-

ternerizálószerrel történő kvaternerizálással ammóniumcsoporttá alakítunk.

Az a1) komponensként vagy legalábbis annak részeként szolgáló nagymolekulájú polihidroxil-vegyület lehet például valamely poliaddíciós, polikondenzációs és/vagy polimerizációs termék, amely a fenti definícióknak megfelel. Ezek a vegyületek gyakran tartalmaznak olyan szegmenseket is, amelyek poliaddíciós reakcióval, polikondenzációs reakcióval, illetve polimerizációs reakcióval keletkeznek.

Az a1) komponensként vagy annak részeként alkalmazható vagy egyszerű semlegesítéssel vagy kvaternerizálással ilyen vegyülettől alakítható vegyületekre példaként említhetők a következők:

- i) Beépített tercier nitrogénatomot tartalmazó poliéter poliolo, amelyek amin nitrogént tartalmazó starter molekulák propoxilezésével és/vagy etoxilezésével állíthatók elő. Az ilyen poliéter polioloakra példaként említhetők az ammónia, etanol-amin, trietanol-amin, etilén-diamin vagy az ilyen aminok keverékének propoxilezési és/vagy etoxilezési termékei.
- ii) A fenti ismertetésnek megfelelő, tercier nitrogénatomot tartalmazó poliészter vagy poliamid gyanták, amelyek többértékű kiindulási komponensek és adott esetben egyértékű kiindulási komponensek polikondenzálásával az alkoholok és karbonsavak polikondenzálásához szokásos módon, például a Römpp Kémiai Lexikon, 1. kötet, 202. oldal, Frankh'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart, 1966, vagy D.H. Solomon: The Chemistry of Organic Filmformers, 75–101. oldal, John Wiley and Sons Inc., New York, 1967 irodalmakban leírt módon állíthatók elő.

A polikondenzációs gyanták előállításához kiindulási anyagként alkalmazhatók például a következők:

- 1–6-értékű, előnyösen 2–4-értékű alkoholok, amelynek móltömege 32–500, előnyösen 62–250, így az etilén-glikol, propilén-glikol, butándiol, neopentil-glikol, ciklohexán-dimetanol, 2-etil-propándiol-1,3, hexándiol, éteralkoholok, így di- és trietilén-glikol, oxetilezett biszfenol, perhidrogénezett biszfenol, valamint trimetilol-etán, trimetilol-propán, glicerin, pentaeritrit, dipentaeritrit, mannit és szorbit, egyértékű lánctörő alkoholok, így metanol, propanol, butanol, ciklohexanol és benzil-alkohol;
- többértékű karbonsavak vagy karbonsavanhidridek, amelynek móltömege 100–300, így ftálsav, ftálsavanhidrid, izoftálsav, tereftálsav, tetrahydroftálsav, hexahydroftálsav, trimellitsavanhidrid, pirromellitánhidrid, maleinsavanhidrid, adipinsav vagy borostyánkósavanhidrid;
- aromás vagy telített alifás monokarbonsavak, így benzoésav, hexahidrobzenoesav, butil-benzoésav, kókuszszírsav, vagy α -etil-hexánsav;
- kettős kötést tartalmazó zsírsavak és származékai, így lenolaj-, szójaolaj-, faolaj-, saffrololaj-, ricinusolaj-, gyapotmagolaj-, földimogyoróolaj- vagy tallolaj-zsírsav, szintetikus, kettős kötést tartalmazó 12–22 szénatomos zsírsav, valamint

- ilyen telítetlen zsírsavak konjugálásával, izomerizálásával vagy dimerizálásával előállítható származékok;
- a fent említett természetes zsírsavaknak megfelelő olajok, vagyis lenolaj, szójaolaj, faolaj, saffrol-olaj, ricinusolaj, gyapotmagolaj, földimogyoróolaj és tallolaj;
 - tercier nitrogénatomot tartalmazó aminos és/vagy alkoholok, így N-metil-dietanol-amin, N-metil-dipropanol-amin, N-butil-dietanol-amin, N-butil-dipropanol-amin, N-sztearil-dietanol-amin, N-sztearil-propanol-amin, trietanol-amin, tripropanol-amin, hidroxil-etil-morfolin, 2-hidroxil-propil-morfolin, hidroxil-etil-piperazin, 2-hidroxil-propil-piperazin, valamint ezek egyszerű alkoxilezett termékei, 3000 alatti móltömeggel.
- iii) Tercier nitrogénatomot tartalmazó, a fenti leírásnak megfelelő, uretáncsoportot tartalmazó poliolkok, amelyek a poliuretánkémia szokásos kiindulási anyagaiból ismert módon előállíthatók.
- Az ilyen típusú poliuretánok előállításához alkalmazhatók például a fent nevezett, előnyösen legalább difunkcionális, kismolekulájú kiindulási anyagok, amelyek tercier nitrogénatomot és izocianátcsoporttal szemben reakcióképes csoportot tartalmaznak; az adott esetben beépített tercier nitrogénatomot tartalmazó poliészter poliolkok, amelyek móltömege 250–10000, előnyösen 1000–5000; a hasonló móltömegű, adott esetben beépített nitrogénatomot tartalmazó poliéter poliolkok, a fent példaként említett, 62–250 móltömegű egyszerű többértékű alkoholok, vagy az ilyen polihidroxil-vegyületek tetszőleges elegyei, amit a sztöchiometrikusnál kevesebb izocianát alkalmazása mellett szerves poliizocianáttal reagáltatunk, amelynek során a reakciós partnereket és ezek tömegarányát úgy választjuk meg, hogy uretán-módosított polihidroxil-vegyületek keletkezzenek, amelyek a fenti feltételeknek megfelelnek a tercier nitrogéntartalom, a móltömeg és a hidroxilszám vonatkozásában.
- Az ilyen típusú gyanták előállításához alkalmazhatók a poliuretánkémia poliizocianátjai, például hexametilén-diizocianát, izoforon-diizocianát, 4,4'-diizocianáto-diciklohexil-metán, 2,4- és/vagy 2,6-diizocianáto-toluol és/vagy a difenil-metán sorozat izomer, illetve homológ poliizocianátjai vagy poliizocianát elegyei.
- iv) A fenti ismertetésnek megfelelnek olyan polihidroxil-poliakrilátok, amelyek a kettős kötést tartalmazó monomerek ismert kopolimerizálásával előállíthatók, alkoholos hidroxilcsoportot tartalmazó monomerek, valamint beépített tercier nitrogénatomot tartalmazó monomerek alkalmazásával. Az ilyen poliakrilát gyanták előállításához alkalmazható monomerekre példaként említhető az 1–8 szénatomos, előnyösen 1–2 szénatomos alkil-metakrilát, így a metil- vagy etil-metakrilát; sztirol; (1–8 szénatomos alkil)-akrilát, így metil-, etil-, n-propil-, izopropil-, n-butil-, n-hexil- vagy n-oktil-akrilát; (2–8 szénatomos hidroxil-alkil)-(met)akrilát, így hidroxil-etil-

-(met)akrilát, hidroxil-propil-(met)akrilát (propilén-oxidnak (met)akrilsavra történő ráakódásával előállított izomerelegy), 4-hidroxil-butil-(met)akrilát, vagy ezek tetszőleges elegyei; vinil-toluol; vinil-észter, így vinil-acetát; valamint a tercier nitrogénatomot tartalmazó monomerekre példaként említhető az akrilsav vagy metakrilsav tercier nitrogénatomot tartalmazó alkoholokkal, így N,N-dimetil-amino-etanolal, N-(2-hidroxil-etil)-morfollinnal vagy N-(2-hidroxil-etil)-piperidinnel készített észterei.

A tercier nitrogénatomot tartalmazó poliakrilát poliolkok előállíthatók továbbá a példaként említett kiindulási anyagokból származó nitrogénatom mentes poliakrilát poliolkok és a példaként említett, tercier nitrogénatomot tartalmazó alkoholok reakciójával uretánképzés során, vagyis a poliakrilát poliolk hidroxilcsoportjainak egy részét tercier nitrogénatomot tartalmazó izocianáto-uretánnal reagáltatjuk, amit például az említett, tercier nitrogénatomot tartalmazó egyértékű alkoholok és nagy feleslegű diizocianát reakciójával és a reagálatlan diizocianát felesleg desztillációs eltávolításával állítunk elő.

a1) komponensként alkalmazható a példaként említett nagymolekulájú polihidroxil vegyületek tetszőleges elegye is, amennyiben kielégítik az ammóniumcsoport mennyiségével kapcsolatos követelményeket. A beépített tercier nitrogénatom ammóniumionná történő átalakítását, mint fent említettük, semlegesítéssel vagy kvaternizálással végezzük.

A beépített bázikus tercier nitrogénatom legalább részleges semlegesítéséhez (protonálásához) előnyösen alkalmazhatók az alifás savak, például hangyasav, ecetsav, propionsav, tejsav, malonsav, almasav, borkősav, glioxálsav, metánszulfonsav, oxálsav, fumársav, borsótyánkősav vagy adipinsav, amelyeket vizes oldatként vagy vízmentes formában (például metánszulfonsav) alkalmazunk.

A semlegesítés megvalósítható például magában az anyagban, vizes közegben vagy szerves fázisban. Az a1) komponens vizes oldatának vagy diszperziójának előállításához gyakran elegendő, ha a tercier nitrogénatomot tartalmazó polihidroxil vegyületet a semlegesítéshez alkalmazott sav vizes oldatával elkeverjük. Vízmentes, vízben oldódó vagy diszpergálódó a) polihidroxil komponens előállításához a semlegesítést előnyösen vízmentes savval, például metánszulfonsavval végezzük, amikor is vízmentes só keletkezik, amely egy tetszőleges későbbi időpontban vízzel egyszerűen elkeverve oldható, illetve diszpergálható. Lehetőség van továbbá arra, hogy a semlegesítés során vízzel elegyedő oldószert, például acetont is alkalmazzunk. A legalább részben semlegesített polihidroxil vegyület acetonos oldata vízzel egyszerűen elkeverhető, majd az acetont kívánt esetben desztillációs úton eltávolítható.

Alkilezőszerként a szokásos vegyületeket alkalmazunk. Példaként említhető a metil-klorid, metil-bromid, metil-jodid, dimetil-szulfát, dietil-szulfát, p-toluolszulfonsav-metil-észter vagy klór-acetamid. Az alkilezési reakció megvalósítható például segédoldószert, így ace-

ton, acetonitril, terc-butanol vagy etil-acetát jelenlétében 20–100 °C közötti hőmérsékleten, amikor is a segédoldószert a reakció után eltávolítjuk. Az alkilezés előnyösen megvalósítható továbbá csekély mennyiségű poláros, magas forráspontú oldószert jelenlétében, amit azután nem távolítunk el, és adott esetben koaleszcens szerként alkalmazunk. Ezekre példaként említhető az N-metil-pirrolidon, propilén-glikol-diacetát, glicerin-triacetát, propilén-glikol-n-butil-éter-acetát vagy propilén-glikol-metil-éter-acetát.

Az adott esetben alkalmazott a2) poliold komponens, vagyis a reaktív hígító legalább egy, az izocianát addíciós reakció vonatkozásában legalább monofunkcionális, előnyösen di- – tetrafunkcionális, vízben oldódó vegyületből áll, amelynek móltömege legfeljebb 500, előnyösen legfeljebb 300.

Monofunkcionális vegyületekre példaként említhető az n-hexanol, n-oktanol, valamint az amidok, például ϵ -kapolaktám. a2) komponensként előnyösen azonban vízben oldódó, legalább kétértékű vegyületet alkalmazunk, amelynek móltömege legfeljebb 500, előnyösen legfeljebb 300. Az ilyenekre példaként említhető az etilén-glikol, propilén-glikol, az izomer butándiolok, pentándiolok, hexándiolok, oktándiolok, a megadott móltömegtartományba eső polietilén-glikolok vagy polipropilén-glikolok, glicerin, trimetilol-propán, pentaeritrit, szorbit, mannit vagy az említett többfunkciós alkoholoknak a megadott móltömeg tartományba eső etoxilezett, illetve propoxilezett termékei.

Ugyancsak alkalmazhatók a példaként említett vegyületek tetszőleges elegyei.

Az adott esetben alkalmazott a2) komponens mennyisége a találmány szerinti rétegezőszerben legfeljebb 10 tömeg%, előnyösen legfeljebb 5 tömeg% az a1) komponens tömegére vonatkoztatva, amelynek során az a1) és a2) komponensek típusát és tömegarányát úgy választjuk meg, hogy a hidroxilszám és a hidroxil funkcionális vonatkozásában a fenti követelményeket kielégítő a) elegyet kapjunk.

A b) poliizocianát komponensként tetszőleges szerves, adott esetben nemionos hidroxil vagy kationos módon módosított poliizocianátok alkalmazhatók, amelyek alifásan, cikloalifásan, aralifásan és/vagy aromásan kötött szabad izocianát csoportokat tartalmaznak, és szobahőmérsékleten előnyösen folyékonyak. Elvileg szilárd poliizocianát gyanták is alkalmazhatók, ilyen esetben azonban kis mennyiségben oldószert, például toluolt, etil-acetátot, szolvent naftát, propilén-glikol-éter-acetátot, propilén-glikol-diacetátot, dipropilén-glikol-diacetátot, N-metil-pirrolidont, vagy etilén-glikol-dimetil-étert kell alkalmazni.

A b) poliizocianát komponens viszkozitása 23 °C hőmérsékleten általában 50–10 000 mPa.s, előnyösen 50–1 000 mPa.s. Különösen előnyösen alkalmazhatók azok a poliizocianát elegyek, amelyek kizárólag alifásan és/vagy cikloalifásan kötött izocianát csoportot tartalmaznak, és átlagos NCO funkcionálisuk 2,2–5,0, 23 °C hőmérsékleten mért viszkozitásuk 50–5 000 mPa.s.

b) komponensként előnyösen alkalmazhatók továbbá az úgynevezett „lakk-poliizocianátok”, amelyek

aromásan vagy (ciklo)alifásan kötött izocianát csoportot tartalmaznak, amelyen belül előnyösek az alifás poliizocianátok.

Lakk-poliizocianátokként előnyösen alkalmazhatók azok, amelyek alapját képezi a hexametilén-diizocianát, az 1-izocianáto-3,3,5-trimetil-5-izocianáto-metil-ciklohexán (IPDI) és/vagy a 4,4'-bisz(izocianáto-ciklohexil)-metán, ezen belül elsősorban a hexametilén-diizocianát. Az ilyen diizocianátokon alapuló lakk-poliizocianátokra példaként említhetők a diizocianátok ismert biuret csoportot, uretánc csoportot, uretdion csoportot és/vagy izocianurát csoportot tartalmazó származékai, amelyeknél az ismert módon történő előállítás után a felesleges kiindulási diizocianátot előnyösen desztillációval legfeljebb 0,5 tömeg% értékre állítjuk. Az előnyös, a találmány szerint alkalmazandó alifás poliizocianátokra példaként említhetők a fenti kritériumokat kielégítő, biuret csoportot tartalmazó poliizocianátok, amelyek hexametilén-diizocianáton alapulnak (3 124 605, 3 358 010, 3 903 126, 3 903 127 és 3 976 622 számú USA-beli szabadalmi leírások), valamint azok, amelyek N,N',N''-tris(6-izocianáto-hexil)-biuret és kisebb mennyiségben ennek magasabb homológjai elegyből állnak, továbbá az említett kritériumoknak megfelelő ciklikus hexametilén-diizocianát-trimerizátumok (4 324 879 számú USA-beli szabadalmi leírás), és az N,N',N''-tris(6-izocianáto-hexil)-izocianurát és kisebb mennyiségben ennek magasabb homológjai elegye. Különösen előnyösen alkalmazhatók a fenti kritériumoknak megfelelő azon elegyek, amelyek hexametilén-diizocianáton alapuló, és uretdion csoportot és/vagy izocianát csoportot tartalmazó poliizocianátok, amelyek a hexametil-diizocianát trialkil-foszfinok jelenlétében végzett katalitikus oligomerizálásával állíthatók elő. Ezen belül különösen előnyösek azok az elegyek, amelyek viszkozitása 23 °C hőmérsékleten 50–500 mPa.s, és NCO funkcionálisuk 2,2–5,0.

A találmány értelmében alkalmazhatók, bár kevésbé előnyösek az aromás poliizocianátok, amelyekre példaként említhetők a 2,4-diizocianáto-toluolon vagy ennek 2,6-diizocianáto-toluollal képzett technikai elegyén, továbbá a 4,4'-diizocianáto-difenil-metánon, illetve ennek izomerjeivel és/vagy magasabb homológjaival képzett elegyein alapuló „lakk-poliizocianátok”. Az ilyen aromás lakk-poliizocianátokra példaként említhetők az uretánc csoportot tartalmazó izocianátok, amelyek felesleges mennyiségű 2,4-diizocianáto-toluol és többértékű alkoholok, így trimetilol-propán reakciójával és az átalakulatlan diizocianát felesleg desztillációs eltávolításával állíthatók elő. Az aromás lakk-poliizocianátokra további példaként említhetők a példaként megadott monomer diizocianátok trimetizátumai, vagyis a megfelelő izocianáto-izocianurátok, amelyek előállítás után a felesleges monomer diizocianátot előnyösen desztillációval eltávolítjuk.

Különösen előnyösek, elsősorban azért, mert emulgeáló hatással is rendelkeznek, a hidrofil módosított poliizocianátok, amelyek b) komponensként, vagy annak egy részeként alkalmazhatók. A poliizocianátok

ilyenfajta hidrofílezése megvalósítható például úgy, hogy az izocianátcsoportok egy részét egyértékű, etilén-oxid egységeket tartalmazó poliéter-alkohollal, például az egyszerű alkanolok etoxilezett termékével reagáltatjuk, amely utóbbi molekulánként előnyösen 5–100 etilén-oxid egységet tartalmaz. Ilyen poliéter-alkoholokat, illetve ezek előállítását ismerteti a 3 521 618 számú német közrebocsátási irat. A poliizocianátok kationos módosítása megvalósítható például úgy, hogy a poliizocianátot a sztöchiometrikusnál kisebb mennyiségben legalább egy tercier aminocsoportot tartalmazó aminoalkohollal reagáltatjuk, amit azután megfelelő savval, például vízmentes metánszulfonsavval vagy kvaternerizálással ammóniumcsoporttá alakítunk. Különösen előnyös b) poliizocianátok azok, amelyek 5–30 tömeg% NCO tartalom és 2,2–5,0 NCO funkcionalitás mellett

100 g-onként 10–250 miliekvivalens beépített N^{\oplus} am-

móniumcsoportot tartalmaznak. Az ilyen kationosan módosított poliizocianátok alkalmazása különösen előnyös, mert ekkor mind az a) polioli komponens, mind a b) poliizocianát komponens beépített kationokat tartalmaz, ami bizonyos szinergikus hatást vált ki olyan értelemben, hogy ilyen esetekben azonos kation összkoncentráció mellett az egész rendszerrel jobb emulgeálhatóság figyelhető meg. Lehetőség van továbbá a b) poliizocianát komponens nemionos hidrofí, valamint kationos módosítására. Ugyancsak lehetőség van hidrofób poliizocianátok alkalmazására minden további hidrofílmódosítás nélkül, mivel az összrendszerben az ilyen poliizocianátok is emulgeálódnak, hiszen az a) polioli komponens emulgeátor hatását az ilyen poliizocianátokra is kifejti.

A találmány szerinti rétegezőszerben az a1), a2) és b) komponensek mellett a lakktechnológiában szükséges segédanyagok és adalékanyagok is alkalmazhatók. Az ilyenekre példaként említhetők a pigmentek, habosodásgátló szerek, futtatószerke, a pigmentek eloszlását elősegítő diszpergáló segédanyagok, vastagítószerke, szárítóanyagok, töltőanyagok, az izocianát addíciós reakciót elősegítő katalizátorok, továbbá, bár kevésbé előnyös módon, segédoldószerke, amelyek nem épülnek be a filmbe.

A felhasználásra kész rétegezőszer előállításához a b) poliizocianát komponens az a1) komponens vizes oldatában vagy diszperziójában emulgeáljuk, amikor is az a2) komponens a b) poliizocianát komponens hozzáadása előtt vagy után keverjük hozzá a rendszerhez. Az elegyítés megvalósítható szobahőmérsékleten végzett egyszerű összekeveréssel. A b) poliizocianát komponens mennyiségét úgy határozzuk meg, hogy a b) komponens izocianátcsoportjának ekvivalens arányát az a1) és a2) szerves komponensek izocianátcsoporttal szemben reakcióképes csoportjára vonatkoztatva (0,5:2)–(5:1) előnyösen (0,8:1)–(3:1) értékre állítjuk. Egyéb szempontból az a) és b) szerves komponensek fajtáját és mennyiségi arányát a megadott kitanításon belül úgy választjuk meg, hogy a komponensek átlagos funkcionalitása az

izocianát addíciós reakció vonatkozásában legalább 2,5 legyen.

A fenti típusba tartozó emulgeálható poliizocianátok alkalmazása esetén eljárhatunk úgy is, hogy a poliizocianátot vízben emulgeáljuk, majd elkeverjük a kationos polihidroxil vegyülettel és adott esetben utolsó lépésként a reaktív hígítóval.

Az adott esetben alkalmazott segédanyagokat és adalékanyagokat előnyösen a b) poliizocianát komponens adagolása előtt keverjük a rendszerhez.

A találmány szerinti megoldás először teszi lehetővé vizes, kationos 2-K-poliuretán lakkrendszerek előállítását amelyek értékes térhálóított réteggé keményednek ki. Ez arra vezethető vissza, hogy az a) és b) kötőanyag komponensek lényegében elágazó anyagokból állnak, amelyek egyrészt nagymértékben térhálóított rendszerre keményednek ki, másrészt teljesen ki-reagált állapotban vízben nem oldódnak és nem diszpergálódnak. Ennek az a következménye, hogy a találmány szerinti rétegezős rendszer csak korlátozott reakcióidővel bír, és túl hosszú állás során gélesedik. A találmány szerinti rendszer lényeges előnye azonban a megfelelő, anionosan módosított rendszerekkel szemben, hogy a reakcióidő, mint fent említettük, lényegesen hosszabb. Az új lakkrendszer különleges ökológiai előnyei, és a kedvezőbb feldolgozási viszkozitás és folyási tulajdonságok technikai előnyei mellett a szakember számára fennáll az a további lehetőség is, hogy a lakk tulajdonságait a reaktív hígító kiválasztásával tetszőlegesen befolyásolja. Így az önmagában durva rétegek rugalmasságot biztosító reaktív hígítóval rugalmassá tehető. A területen jártas szakember számára ismert, hogy például a hosszuláncú diolok alkalmazhatók rugalmasságot biztosító adalékanyagként.

Másrészt, a viszonylag kismértékű térhálóítási sűrűséggel rendelkező kötőanyagrendszerek tri- vagy polifunkcionális reaktív hígítóval keményebb és ellenállóképebb bevonattá alakíthatók.

A bevonat kikeményítését előnyösen szobahőmérsékleten végezzük, de megvalósítható a szokásos beégetési körülmények között is. Ennek során a reaktív hígító beépülése a poliizocianát és/vagy a katalizátor reaktivitásától, másrészt, az alkalmazott keményítési körülményektől függ. Így az illékonyabb reaktív hígítót előnyösen szobahőmérsékleten vagy enyhén megemelt hőmérsékleten keményítjük ki. A magasabb beégetési hőmérsékletet és a hosszabb térhálóítási időt a kevésbé illékony reaktív hígítóknál alkalmazzuk.

A találmány szerinti vizes kötőanyagrendszer tetszőleges vízálló szubsztrátumok bevonására alkalmazható, ezen belül elsősorban fán, betonon, falazaton vagy fém szubsztrátumon kialakított levegőn vagy hőre száradó rétegek előállításához. Felhasználható továbbá például kézzel rozsdátlanított acél korrózióvédelmére, valamint lakk-ként az autópárbán, elsősorban kationos primeren.

A találmány tárgyát közelebbről az alábbi példákkal világítjuk meg anélkül, hogy az oltalmi kör a példákra korlátozódna.

Polihidroxil-vegyületek

1. számú poliészter:

poli(neopentilglikol-adipát), móltömege 1000.

2. számú poliészter:

poli(1,6-hexándiol-neopentilglikol-adipát), móltömege 1700 (a diol tömegaránya 3:2).

3. számú poliészter:

Poli(etilenglikol-adipát), móltömege 1750.

1 számú poliéter:

Egyértékű poliéter-alkohol, móltömege 2150, n-butanol etilén-oxid/propilén-oxid 4:1 molarányú eleggyel végzett alkoxilezésével előállítva.

2. számú poliéter:

3-Etil-3-hidroxi-metil-oxetánon indított monofunkcionális etilén-oxid-poliéter, móltömege 1210.

Poliizocianátok

1. számú poliizocianát:

250 g 70%-os, Solvesso 100 oldószerben felvett izoforon-diizocianát trimerizátumhoz 50 °C hőmérsékleten, kevertetés közben 15 g 2. számú poliétert és 15 g hidroxietil-morfolint adunk, 100 °C hőmérsékletre melegítjük, és 2 órán keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk. Ezután 80 °C hőmérsékletre hűtjük, 3 csepp ön-oktoáttal katalizáljuk, 30 percen keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk, és 61,6 g 60 tömeg%-os metoxi-propil-acetátban oldjuk. 50 °C hőmérsékleten ezután 10,15 g dimetil-szulfát 90 g metoxi-propil-acetátban felvett elegyével alkilezzük. 1 óra elteltével szobahőmérsékletre hígítjuk.

Ennek során egy vízben diszpergálható kationos poliizocianát gyanta 50 tömeg%-os oldatát kapjuk, amelynek NCO-tartalma 10,2 tömeg%.

2. számú poliizocianát:

300 g 50 tömeg%-os, propilenglikol-diacetátban felvett izoforon-diizocianát trimerizátumhoz 50 °C hőmérsékleten kevertetés közben 37,5 g 2. számú poliétert adunk, 100 °C hőmérsékletre melegítjük, és 2 órán keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk. Ezután 80 °C hőmérsékletre hűtjük, 3,4 g propilenglikol-diacetátban oldott egy csepp ön-oktoáttal katalizáljuk. 2 órán keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk, majd szobahőmérsékletre hűtjük.

Ennek során egy vízben diszpergálható poliizocianát gyantát kapunk 55 tömeg%-os oldat formájában, amelynek NCO-tartalma 13,0 tömeg%, viszkozitása 370 mPa.s/23 °C.

3. számú poliizocianát:

Megismételjük a 2. számú poliizocianát előállítását, azonban csak annyi propilenglikol-diacetátot alkalmazunk, hogy végtermékként 60 tömeg%-os oldatot kapjunk, amelynek NCO-tartalma 13,0 tömeg%, viszkozitása 780 mPa.s/23 °C.

4. számú poliizocianát:

750 g hexametilén-diizocianát trimerizátumhoz, amelynek NCO-tartalma 21,5 tömeg%, kevertetés közben 132 g metilenglikolon indított, 350 móltömegű poli(etilén-oxid)-alkoholt adagolunk. Az elegyet 110 °C hőmérsékletre melegítjük, és 2,5 órán keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk. Lehűlés után szintelen gyantát kapunk, amelynek NCO-tartalma 16,7 tömeg%.

5. számú poliizocianát:

21,6 tömeg% NCO-tartalmú hexametilén-diizocianát trimerizátumon alapuló hidrofíli módosított poliizocianát, amelynek NCO-tartalma 18,4 tömeg%, és a 4 663 377 számú USA-beli szabadalmi leírás 1. példája szerint előállított etoxilezett n-butanol, amelynek móltömege 1145.

Kationosan módosított polihidroxil-vegyületek a1) vizes diszperziójának előállítása

1. példa

157,5 g (0,157 mol) 1. számú poliészterhez és 18,74 g (0,157 mol) N-metil-dietanol-aminhoz 50 °C hőmérsékleten 123,8 g (0,472 mol) 4,4'-diizocianátodidiciklohexil-metánt (technikai izomerelegy) adunk, 100 °C hőmérsékletre melegítjük, és 2 órán keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk. Ezután 253 ml acetanban oldjuk, és meghatározzuk az NCO-tartalmat. 30 °C hőmérsékleten 29,6 g (0,281 mol) dietanol-aminnal elegyítjük, 10 percen keresztül kevertetjük, majd 11,34 g (0,126 mol) DL-tejsavval reagáltatjuk. 5 perc elteltével 775 ml vízben diszpergáljuk, majd az oldószeret vákuumban eltávolítjuk.

Így finoman elosztatott diszperziót kapunk, amelynek szilárdanyag-tartalma 30 tömeg%, pH-értéke 5, a szilárdanyag OH-száma 87 és ammónium-nitrogéntartalma 41 miliekvivalens/100 g.

2. példa

165,2 g (0,165 mol) 1. számú poliészterhez és 19,7 g (0,165 mol) N-metil-dietanol-aminhoz 50 °C hőmérsékleten 115,1 g (0,439 mol) 4,4'-diizocianátodidiciklohexil-metánt (technikai izomerelegy) adunk, 100 °C hőmérsékletre melegítjük, és 2 órán keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk. Ezután 253 ml acetanban oldjuk, és meghatározzuk az NCO-tartalmat. 30 °C hőmérsékleten 17,9 g (0,170 mol) dietanol-taminnal és 1,6 g (0,001 mol) izoforon-diaminnal elegyítjük, 10 percen keresztül kevertetjük, majd 12 g (0,104 mol) 85 tömeg%-os foszforsavval reagáltatjuk. 5 perc elteltével 780 ml vízben diszpergáljuk, és az oldószeret vákuumban eltávolítjuk.

Így finoman elosztatott diszperziót kapunk, amelynek szilárdanyag-tartalma 31,7 tömeg%, pH-értéke 4,7, a szilárdanyag OH-száma 57, ammónium-nitrogéntartalma 48,8 miliekvivalens/100 g.

3. példa

165,2 g (0,165 mol) 1. számú poliészterhez és 19,7 g (0,165 mol) N-metil-dietanol-aminhoz 50 °C

hőmérsékleten 115,1 g (0,439 mol) 4,4'-diizocianátodicklohexil-metánt (technikai izomerelegy) adunk, 100 °C hőmérsékletre melegítjük és 2 órán keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk. Ezután 253 ml acetonban oldjuk, és meghatározzuk az NCO-tartalmat. 30 °C hőmérsékleten 19,2 g (0,183 mol) dietanolaminnal elegyítjük, 10 percen keresztül kevertetjük, majd 13,4 g (0,149 mol) DL-tejsav 20 ml vízben felvett oldatával reagáltatjuk. 5 perc elteltével 760 ml vízben diszpergáljuk, és az oldószert vákuumban eltávolítjuk.

Így finoman elosztatott diszperziót kapunk, amelynek szilárdanyag-tartalma 32,4 tömeg%, pH-értéke 4,7, a szilárd anyag OH-száma 63, ammónium-nitrogéntartalma 44,7 miliekvivalens/100 g.

4. példa

204,6 g (0,117 mol) 3. számú poliészterhez és 13,9 g (0,117 mol) N-metil-dietanol-aminhoz 50 °C hőmérsékleten 81,5 g (0,311 mol) 4,4'-diizocianátodicklohexil-metánt (technikai izomerelegy) adunk, 100 °C hőmérsékletre melegítjük, és 3 órán keresztül ezen a hőmérsékleten tartjuk. Ezután 253 ml acetonban oldjuk, és meghatározzuk az NCO-tartalmat. 30 °C hőmérsékleten 12,4 g (0,118 mol) dietanol-aminnal elegyítjük, 10 percen keresztül kevertetjük, majd 9,5 g (0,105 mol) DL-tejsav 20 ml vízben felvett oldatával reagáltatjuk. 5 perc elteltével 750 ml vízben diszpergáljuk, és az oldószert vákuumban eltávolítjuk.

Így finoman elosztatott diszperziót kapunk, amelynek szilárdanyag-tartalma 33,1 tömeg%, pH értéke 5,6, a szilárdanyag OH-száma 41, ammónium-nitrogéntartalma 32 miliekvivalens/100 g.

5. példa

Egy háromliteres gömblobbikban, amit egy hatékony keverőlapáttal, visszafolyóhűtővel, és hőmérővel, valamint gázbevezetővel és kivezetővel látunk el, felveszünk 318,5 g ecetsav-n-butil-észtert, és nitrogénnel átöblítjük. Ezután 110 °C belső hőmérsékletre melegítjük, majd 6 óra alatt 344 g metakrilsav-2-hidroxietil-észter, 600 g akrilsav-n-butil-észter, 346 g metakrilsav-metil-észter és 150 g metakrilsav-2-(N-metil-amino)-etil-észter monomer elegyét, valamint 50 g azoizobutironitril 263 g ecetsav-n-butil-észterben felvett iniciátoroldatát adagoljuk egyenletes sebességgel hozzá. Az adagolás befejezése után 100 °C belső hőmérsékletre hűtjük, és 10 g terc-butyl-per-2-etil-hexanoát 94 g ecetsav-n-butyl-észterben felvett iniciátor oldatával aktiváljuk. 4 órán keresztül kevertetjük, majd a polimeroldatot 34 g ecetsav 3300 g ionmentesített vízben felvett oldatával elegyítjük. Ezután az ecetsav-butyl-észtert a vízzel együtt azeotrop módon ledesztilláljuk, és friss ionmentesített vízzel a maradékot 37,0 tömeg% koncentrációra állítjuk. A diszperzió pH-értéke 5,9, átlagos viszkozitása 13900 mPa.s (strukturális viszkozitás viselkedés), lézer korrelációs spektroszkópiával mért átlagos szemcseátmérője 195 nm. Az üveglemezre öntött film szobahőmérsékleten történő szárítás után átlátszó és rugalmas.

Lakk-példák

1. összehasonlító példa

Egy anionosan módosított, hidroxilcsoportokat tartalmazó poliakrilgyanta 30 tömeg%-os diszperzióját (a diszperzió hidroxilcsoport tartalma 1,2 tömeg%) hidrofób, izocianurát csoportot tartalmazó, hexametilén-diizocianáton alapuló poliizocianáttal, NCO-tartalom 19,8 tömeg%, elegyítjük egy diszpergátor segítségével (NCO/OH ekvivalens arány 0,25:1), és az így kapott elegyet üveghordozóra visszük.

A lakkelegy reakcióidejét, valamint mechanikai és fizikai paramétereit az 1. táblázatban adjuk meg.

2–4. összehasonlító példa

Az 1. összehasonlító példában leírt módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy az NCO/OH arányt 0,5:1, 0,75:1, illetve 1:1 értékre állítjuk. A lakkelegy reakcióidejét, valamint mechanikai és fizikai paramétereit az 1. táblázatban adjuk meg.

5. és 6. összehasonlító példa

Az 1. összehasonlító példában leírt módon járunk el, azonban az NCO/OH arányt 2:1, illetve 3:1 értékre állítjuk. A lakk-elegy reakcióidejét, valamint mechanikai és fizikai paramétereit az 1. táblázatban adjuk meg.

1–4. lakk-példa

A réteg előállításához a 3. példa szerinti, OH csoportokat tartalmazó, kationos poliuretánt 1., 2., 4. és 5. számú poliizocianáttal keverjük diszpergátorban NCO/OH = 0,25:1 arány mellett, és a kapott elegyet üveghordozóra visszük.

A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 2. táblázatban adjuk meg.

5–7. lakk-példa

A réteg előállításához a 3., 2. és 1. példa szerinti kationos, vízzel hígítható gyantát 3. számú poliizocianáttal (vízben 30 tömeg%-os) keverjük diszpergátorban NCO/OH = 0,5:1 arány mellett, és a kapott elegyet üveghordozóra visszük.

A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 3. táblázatban adjuk meg.

8–10. lakk-példa

Lakkot és réteget állítunk elő az 5–7. lakk-példában megadott kiindulási anyagokból, azonban NCO/OH = 0,75:1 arány beállításával. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 3. táblázatban adjuk meg.

11–13. lakk-példa

Lakkot és réteget állítunk elő az 5–10. lakk-példában megadott kiindulási anyagokból, azonban NCO/OH = 1:1 arány beállításával. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai tulajdonságait a 3. táblázatban adjuk meg.

14. és 15. lakk-példa

Lakkot és réteget állítunk elő a 2. és 3. példa szerinti, hidroxilcsoportokat tartalmazó kationos poliuretánból 3. számú poliizocianáttal (vízben 30 tömeg%-os) diszpergátorban, NCO/OH = 2:1 arány mellett. A kapott elegyet üveghordozóra visszük. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 3. táblázatban adjuk meg.

16. és 17. lakk-példa

Lakkot és réteget állítunk elő a 14. és 15. lakk-példában alkalmazott kiindulási anyagokból, azonban NCO/OH = 3:1 arány beállításával. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 3. táblázatban adjuk meg.

18. és 19. lakk-példa

Lakkot és réteget állítunk elő a 14. és 15. lakk-példában megadott kiindulási anyagokból, azonban NCO/OH = 4:1 arány beállításával. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 3. táblázatban adjuk meg.

20. és 21. lakk-példa

Lakkot és réteget állítunk elő a 2. és 3. példa szerinti, hidroxilcsoportot tartalmazó kationos poliuretánból 4. számú poliizocianáttal (vízben 30 tömeg%-os) diszpergátorban NCO/OH = 0,75:1 arány mellett. A kapott elegyet üveghordozóra visszük. A lakk reakcióidejét,

valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 4. táblázatban adjuk meg.

22. és 23. lakk-példa

5 Lakkot és réteget állítunk elő a 20. és 21. lakk-példában megadott kiindulási anyagokból, azonban NCO/OH = 1:1 arány beállításával. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 4. táblázatban adjuk meg.

10

24. és 25. lakk-példa

15 Lakkot és réteget állítunk elő a 22. és 23. lakk-példában alkalmazott kiindulási anyagokból, azonban NCO/OH = 2:1 arány beállításával. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 4. táblázatban adjuk meg.

26. és 27. lakk-példa

20 Lakkot és réteget állítunk elő a 20–23. lakk-példában alkalmazott kiindulási anyagokból, azonban NCO/OH = 3:1 arány beállításával. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 4. táblázatban adjuk meg.

25

28. és 29. lakk-példa

30 Lakkot és réteget állítunk elő a 20–25. lakk-példában alkalmazott kiindulási anyagokból, azonban NCO/OH = 4:1 arány beállításával. A lakk reakcióidejét, valamint a réteg mechanikai és fizikai paramétereit a 4. táblázatban adjuk meg.

1. táblázat

Összehasonlító példa	NCO/OH	Reakcióidő ¹⁾ (h)	Kizáradás (h)	Feldolgozási idő (h)	Herbert keménység (sec)/14d	Zavarosság
1.	0,25/1	>48	36–48	24–30	37	0–1
2.	0,5/1	>48	36–48	24–30	39	0–1
3.	0,75/1	11–23	9–24	5	45	0–1
4.	1/1	11–23	9	5	50	0
5.	2/1	4–5	5	2–3	92	0
6.	3/1	2–3	5	1–3	118	0

1) A gélképződésig eltelt idő.

2. táblázat

Lakk-példa	NCO/OH	Reakcióidő (h)	Kizáradás (h)	Feldolgozási idő (h)	Herbert keménység (sec)/7d	Zavarosság
1.	0,25/1	>144	>8	>144	35	0
2.	0,25/1	>144	>8	>144	32	0
3.	0,25/1	>144	>8	>144	31	a)
4.	0,25/1	>96	>8	>72	36	0

a) A folyadékban cseppek jelennek meg.

3. táblázat

Lakk-példa	NCO/OH	Reakcióidő (h)	Kiszáradás (h)	Feldolgozási idő (h)	Herbert keménység (sec)/3d	Hidroxil-vegyület példaszáma
5.	0,5/1	>144	1,8	>144	45	3
6.	0,5/1	>144	1,5	>144	50	2
7.	0,5/1	>144	1,5	>144	46	1
8.	0,75/1	>144	1,5	>144	56	3
9.	0,75/1	>144	1,5	>144	66	2
10.	0,75/1	>144	1,5	>144	67	1
11.	1/1	>144	1,5	>144	88	3
12.	1/1	>144	1,5	>144	83	2
13.	1/1	>144	1,5	>144	122	1
14.	2/1	>144	2,5	>144	34(1d)	3
15.	2/1	>144	3,0	>144	31(1d)	2
16.	3/1	>144	2,5	>144	46(1d)	1
17.	3/1	>144	3,0	>144	31(1d)	3
18.	4/1	>144	2,5	>144	52(1d)	2
19.	4/1	>24	3,0	10	35(1d)	1

4. táblázat

Lakk-példa	NCO/OH	Reakcióidő (h)	Kiszáradás (h)	Feldolgozási idő (h)	Herbert keménység (sec) (3d)	Hidroxil-vegyület példaszáma
20.	0,75/1	>144	2,5	>144	45	3
21.	0,75/1	>144	3,0	>144	42	2
22.	1/1	>144	2,5	>144	49	3
23.	1/1	>144	3,0	>144	52	2
24.	2/1	>144	2,5	>144	34(1d)	3
25.	2/1	>144	3,0	>144	31(1d)	2
26.	3/1	>144	2,5	>144	46(1d)	3
27.	3/1	>144	3,0	>144	31(1d)	2
28.	4/1	>144	2,5	>144	52(1d)	3
29.	4/1	>144	3,0	>144	31(1d)	2

30. lakk-példa

Színezett lakk előállításához 410,1 g 3. példa szerinti, kationosan módosított polihidroxil-vegyületet, valamint 2,8 g kereskedelmi emulgeátort („Emulgator WN”, 25 tömeg%-os vizes oldata, Bayer AG, Németország) és 12 g kereskedelmi vastagítószer 5 tömeg%-os vizes oldatát (Borchigel DP 40, Borchers AG, Németország) elkeverjük, és az elegyben 85 g kereskedelmi vas-oxid pigmentet (Bayferrox 130 BM, Bayer AG, Németország) diszpergálunk.

Az elegybe 86,8 g 2. számú poliizocianátot adagolunk, NCO/OH arány 1:1. Az oldószerrel homogenizált lakkot két üveglemez hordozóra visszük, és szobahőmérsékleten, illetve 120 °C hőmérsékleten szárítjuk.

A mért mechanikai és fizikai paraméterek:

Szobahőmérsékleten szárítva:

Homokszárazság:	4 óra
Kiszáradás:	16 óra
Állásidő:	több, mint 2 nap
Herbert keménység:	20 másodperc
Fényesség (60°):	91.

120 °C hőmérsékleten, 45 percen keresztül szárítva:

Herbert keménység:	100 másodperc
Fényesség (60°):	90.

31. lakk-példa

A 30. lakk-példa szerinti készítményben 183,6 g 2. számú poliizocianátot és 51 g vizet, valamint reaktív hígítóként 1,34 g trimetilol-propánt adagolunk, NCO/OH = 2:1 arány mellett.

A mért mechanikai és fizikai paraméterek:

Homokszárazság:	5,5 óra
Kiszáradás:	16 óra
Állásidő:	több, mint 2 nap
Herbert keménység:	20 másodperc
Fényesség (60°):	89.

32. lakk-példa

100 g 5. számú polimer oldatot 41 g 2. számú poliizocianáttal (NCO/OH = 1:1) homogéneen elkeverünk, az elegyet üveghordozóra visszük, és a film értékeit egy hét szobahőmérsékleten végzett szárítás után határozzuk meg.

Homokszárazság:	100 perc
Herbert keménység (7d):	161 másodperc
Vízállóság (7d):	0
Lakk-benzinállóság (7d):	0
Acetonállóság (7d):	3.

Az elegy feldolgozási ideje több, mint 16 óra, és 24 óra elteltével problémamentesen alkalmazható.

33. lakk-példa

100 g 5. számú polimer oldatot 82 g 2. számú poliizocianáttal (NCO/OH = 2:1) homogéneen elkeverünk, az elegyet üveghordozóra visszük, és a filmértékeket egy héten keresztül szobahőmérsékleten végzett szárítás után határozzuk meg.

Homokszárazság:	100 perc
Herbert keménység (7d):	179 másodperc
Vízállóság (7d):	0

Lakk-benzinállóság (7d): 0

Acetonállóság (7d): 3.

Az elegy feldolgozási ideje több, mint 16 óra, és 24 óra elteltével problémamentesen alkalmazható.

34. lakk-példa

100 g 5. számú polimer-oldatot 123 g 2. számú poliizocianáttal (NCO/OH = 3:1) homogéneen elkeverünk, az elegyet üveghordozóra visszük, és a filmértékeket egy héten keresztül szobahőmérsékleten végzett szárítás után határozzuk meg.

Homokszárazság:	140 perc
Herbert keménység (7d):	176 másodperc
Vízállóság (7d):	0
Lakk-benzinállóság (7d):	0
Acetonállóság (7d):	3.

Az elegy feldolgozási ideje több, mint 16 óra, és 24 óra elteltével problémamentesen alkalmazható.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Vizes, kétkomponensű rétegezőszer, amely adott esetben a szokásos segédanyagokat és adalékanyagokat tartalmazza, ahol a kötőanyag az alábbi összetételből áll:

a) egy vízben oldott és/vagy diszpergált polioliol komponens, amelynek átlagos hidroxilszáma 15–200 mg KOH/g, és amely az alábbi komponensekből áll:

30 a1) nagymolekulájú polioliol komponens, amely legalább egy, ionosan módosított, vízben hígítható és hidroxilcsoportokat tartalmazó poliaddíciós, polimerizációs és/vagy polikondenzációs gyan-tárból áll, amelynek móltömege legalább 500, és

35 a2) adott esetben az a1) komponens tömegére vonatkoztatva legfeljebb 10 tömeg% mennyiségben egy reaktív hígító, amely legalább egy, vízben oldódó vegyületből áll, amelynek móltömege legfeljebb 500, és amely legalább egy, izocianátcsoporttal szemben reakcióképes csoportot tartalmaz, és

b) az a) polioliol komponens vizes oldatában és/vagy diszperziójában emulgeált poliizocianát komponens, amelynek NCO-tartalma 5–25 tömeg%,

45 ahol a b) komponens izocianátcsoportjának az a) komponens aktív hidrogénatomjára vonatkoztatott ekvivalens aránya (0,5:1)–(5:1), *azzal jellemezve*, hogy az a1) komponens kémiaileg beépített ammóniumcsoportokat tartalmazó komponenseket tartalmaz, ahol az a1) komponens

50 sen belül a kémiaileg beépített N^{\oplus} ammónium-

csoportok mennyisége 8–450 miliekvivalens 10,0 g szilárd anyagra vonatkoztatva.

55 2. Az 1. igénypont szerinti rétegezőszer, *azzal jellemezve*, hogy az a) és b) komponensek szerves részeinek átlagos funkcionalitása az izocianát addíciós reakció vonatkozásában legalább 2,5.

60 3. Az 1. és 2. igénypont szerinti rétegezőszer, *azzal jellemezve*, hogy az a2) komponens legalább egy több-

értékű, adott esetben éter- és/vagy észtercsoportokat tartalmazó, és 62–300 móltömegű alkoholból áll.

4. Az 1-3. igénypontok szerinti rétegezőszer, *azzal jellemezve*, hogy a b) komponens nemionos hidrofil és/vagy kationos módosított lakk-poliizocianátból áll, amelynek átlagos NCO-funkcionalitása 2,2–3,5.

5. Eljárás az 1–4. igénypontok szerinti rétegezőszer előállítására, amelynek során valamely a) polioldat komponens vizes oldatát vagy diszperzióját, amelynek hidroxilszáma 15–200 mg KOH/g, és amely az alábbi komponensekből áll:

a1) legalább egy, vízben hígítható, hidroxilcsoportokat tartalmazó, ionosan módosított poliaddíciós, polimerizációs vagy polikondenzációs gyanta, amelynek móltömege legalább 500, valamint

a2) adott esetben az a1) komponensre vonatkoztatva legfeljebb 10 tömeg% reaktív hígító, amely legalább egy, vízben oldódó vegyületből áll, amelynek móltömege legfeljebb 500, és amely legalább egy,

izocianátcsoportra reakcióképes csoportot tartalmaz,

5 valamely b) poliizocianát komponenssel keverünk, amelynek NCO-tartalma 5–25 tömeg%, és a poliizocianát komponens az a) polioldat komponens vizes oldatában vagy diszperziójában emulgeáljuk, ahol az egyes komponensek tömegarányának beállításával az izocianátcsoport ekvivalens arányát az a) szerves komponens izocianátcsoporttal szemben reakcióképes csoportjára vonatkoztatva (0,5:1)–(5:1) értékre állítjuk, és ahol az adott esetben alkalmazott segédanyagokat és adalékanyagokat a b) poliizocianát hozzáadása előtt adagoljuk a rendszerhez, *azzal jellemezve*, hogy olyan a) polioldat komponens alkalmazunk, amelynek a1) kom-

10

15 ponense kémiaiilag beépített N^{\oplus} ammóniumcsoportot

tartalmaz 8–450 miliekvivalens mennyiségben 100 g szilárdanyagra vonatkoztatva.