



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00912**

(22) Data de depozit: **26/11/2015**

(41) Data publicării cererii:  
**30/05/2017** BOPI nr. **5/2017**

(71) Solicitant:  
• **ELKIM SPECIAL S.R.L.**,  
STR. CONSTANTIN CEL MARE NR. 21,  
AP. 1, TIMIȘOARA, TM, RO

(72) Inventatorii:  
• **JURCAU DORIN**,  
STR. CONSTANTIN CEL MARE NR. 21,  
AP. 1, TIMIȘOARA, TM, RO

### (54) COMPOZIȚII DE COPOLIMERI POLIESTERICI HIDROXILICI PENTRU POLIURETANI

#### (57) Rezumat:

Invenția se referă la o compoziție de copolimeri poliesterici hidroxilici, pentru obținerea compozиțiilor peliculogene poliuretanice. Compoziția conform inventiei este sintetizată prin policondensarea a 1...38 părți ulei de soia cu 1...38 părți de ulei de floarea-soarelui, 1...30 părți ulei de cocos, respectiv, ulei de palmier, ulei de camelină, 1...38 părți glicerină, 2...39 părți trimetilol propan, 2...35 părți dietilen glicol, 1...15 părți etilen-glicol, respectiv, propilenglicol, butandiol, neopentil-

glicol, 1...30 părți dipropilenglicol, 5...38 părți acid adipic, respectiv, anhidridă ftalică, 1...10 părți acid izoftalic, respectiv, acid sebacic, în prezență de 0,005...0,02 părți hidroxid alcalin, părțile fiind exprimate în greutate, produsul final fiind diluat în solvenți organici aleși dintre hidrocarburi aromatice, esteri, cetonă sau amestecul acestora.

Revendicări: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



## DESCRIEREA INVENTIEI

### **COMPOZIȚII DE COPOLIMERI POLIESTERICI HIDROXILICI PENTRU POLIURETANI**

Prezenta inventie se referă la copolimeri poliesterici hidroxilici destinați pentru obținerea compozиtiilor peliculogene poliuretanice. Se cunosc până în prezent diferite compozиti de copolimeri poliesterici care pot fi utilizati la obținerea compozиtiilor peliculogene poliuretanice care formează pelicule lucioase cu o bună rezistență la soluții saline și apă, duritate, elasticitate, care prezintă ca dezavantaj, o umectare deficitară a pigmentelor și a suprafetelor pe care se aplică și o capacitate de întindere deficitară, ceea ce duce la utilizarea a numeroși aditivi în compozиtiile peliculogene pentru repararea deficiențelor, ceea ce le restrâng domeniul de utilizare și le crește prețul de cost, sau duce la o rezistență la îmbătrânire scăzută, la pierderea luciului.

Scopul prezentei inventii este obținerea unor copolimeri poliesterici hidroxilici pentru poliuretani cu eficiență economică, cu o bună umectare a pigmentelor și a suprafetelor pe care se aplică, care să poată fi utilizati într-o gamă largă de compozиti peliculogene poliuretanice cu proprietăți deosebite de luciu, duritate, flexibilitate, capacitate de întindere, cu o bună rezistență la separare și la îmbătrânire.

Problema pe care o rezolvă inventia este stabilirea unui raport adecvat între compoziți în scopul obținerii unui copolimer care să prezinte caracteristici superioare.

Copolimerul obținut conform acestei inventii înălătură dezavantajele de mai sus menționate prin aceea că este sintetizat prin policondensarea a 1,0...38,0 părți de ulei de soia cu 1,0...38,0 părți de ulei de floarea soarelui, 1,0...30,0 părți de ulei de cocos, 1,0...30,0 părți de ulei de palmier, 1,0...30,0 părți de ulei de camelină, 1,0...38 părți de glicerină, 2,0...39,0 părți de trimetilol propan, 2,0...35,0 părți de dietilen glicol, 1,0...15,0 părți de etilenglicol, 1,0...15,0 părți de propilenglicol, 1,0...15,0 părți de butandiol, 1,0...15,0 părți de neopentilglicol, 1,0...30,0 părți de dipropilenglicol, 5,0...38,0 părți de acid adipic, 1,0...10,0 părți de acid izoftalic, 1,0...10,0 părți de acid sebacic, 5,0...38,0 părți de anhidridă ftalică, în prezență de 0,005...0,02 părți de hidroxid alcalin (litiu potasiu sau sodiu), părțile fiind exprimate în greutate. Copolimerul poate fi în final diluat în solvenți organici aleși dintre hidrocarburi aromatice, esteri, cetone sau amestecul lor.

Copolicondensarea se poate realiza în două sau mai multe etape. Prima etapă este cea de alcooliză a uleiului cu o parte din poliolii în prezență de hidroxizi alcalini la temperaturi cuprinse între 180...250°C. Următoarele etape sunt etape de poliesterificare a mono și diglyceridelor obținute în prima etapă cu restul poliolilor și cu acizii dibazici, la temperatura de 170...240 °C. În etapa finală de poliesterificare se poate utiliza un solvent, de exemplu xilen, pentru stabilirea unui circuit de reflux pentru a favoriza scoaterea prin distilare azeotropă a apei rezultată din reacție. La atingerea unui indice de aciditate de 5-15 mg KOH /g, copolimerul se răcește și se diluează cu amestecul de solvenți. Conversia se urmărește prin măsurarea indicelui de aciditate și a vâscozității.

În continuare se dau două exemple de realizare a inventiei.



### EXEMPLUL NR. 1

Într-un vas de reacție prevăzut cu agitator, condensator, vas florentin, manta de încălzire - răcire, sistem de urmărire a temperaturii, se introduc 10,0 părți de ulei de soia cu 10,0 părți de ulei de floarea soarelui, 5,0 părți de ulei de cocos, 10,0 părți de ulei de palmier, 3,0 părți de ulei de camelină 12,0 părți de glicerina, 5,0 părți de trimetilol propan și 0,010 părți de hidroxid de litiu. Se încălzește vasul de reacție la 180-250 °C, sub atmosferă de gaz inert (azot) și agitare și se menține la această temperatură până ce se produce alcooliza. Aceasta se verifică prin obținerea unei compatibilități între copolimer și alcool etilic la un raport de 1/6, la o temperatură sub 25 °C. După obținerea compatibilității, masa de reacție se răcește energetic la 190 °C și se introduc în vasul de reacție 4,0 părți de dietilen glicol, 1,0 părți de etilenglicol, 1,0 părți de propilenglicol, 1,0 părți de butandiol, 1,0 părți de neopentilglicol, 2,0 părți de dipropilenglicol, 18,0 părți de acid adipic, 2,0 părți de acid izoftalic, 4,0 părți de acid sebacic, 20,0 părți de anhidridă ftalica, părțile fiind exprimate în greutate. Se încălzește masa de reacție la 205-230 °C și se introduc 5,0 părți de xilen pentru stabilirea circuitului de reflux. Se menține masa de reacție în aceste condiții și se verifică avansarea poliesterificării prin urmărirea indicelui de aciditate și a timpului de scurgere. Poliesterificarea se consideră terminată atunci când se obține un indice de aciditate 5-15 mg KOH/g. Când indicele de aciditate scade ajunge la valoarea dorită, se răcește masa de reacție la 120 °C și se diluează cu 15,0 părți de xilen și 20,0 părți de acetat de butil, apoi se aduce masa de reacție la temperatura de 70 °C, se filtrează și se răcește la temperatură ambientă.

Soluția de copolimer obținută prezintă următoarele caracteristici :

- conținut în substanțe nevolatile ... 65,2 %
- timp de scurgere, 60%, cu cupa ISO de 4 mm, la 20 °C..105 sec.
- indice de aciditate, mg KOH/g copolimer 100% ...8,5
- culoare Gardner ... 5

### EXEMPLUL NR.2

Într-un vas de reacție prevăzut cu agitator, condensator, vas florentin, manta de încălzire - răcire, sistem de urmărire a temperaturii, se introduc 1,0 părți de ulei de soia cu 5,0 părți de ulei de floarea soarelui, 1,0 părți de ulei de cocos, 1,0 părți de ulei de palmier, 10,0 părți de ulei de camelină, 12,0 părți de glicerina, 23,0 părți de trimetilol propan și 0,012 părți de hidroxid de sodiu. Se încălzește vasul de reacție la 180-250 °C, sub atmosferă de gaz inert (azot) și agitare și se menține la această temperatură până ce se produce alcooliza. Aceasta se verifică prin obținerea unei compatibilități între copolimer și alcool etilic la un raport de 1/6, la o temperatură sub 25 °C. După obținerea compatibilității, masa de reacție se răcește energetic la 190 °C și se introduc în vasul de reacție 3,0 părți de dietilen glicol, 2,0 părți de etilenglicol, 1,0 părți de propilenglicol, 3,0 părți de butandiol, 2,0 părți de neopentilglicol, 5,0 părți de dipropilenglicol, 15,0 părți de acid adipic, 10,0 părți de acid izoftalic, 5,0 părți de acid sebacic, 5,0 părți de anhidridă ftalică, părțile fiind exprimate în greutate. Se încălzește masa de reacție la 205-230 °C și se introduc 5,0 părți de xilen pentru stabilirea circuitului de reflux. Se menține masa de reacție



B

în aceste condiții și se verifică avansarea poliesterificării prin urmărirea indicelui de aciditate și a timpului de scurgere. Poliesterificarea se consideră terminată atunci când se obține un indice de aciditate 5-15 mg KOH/g. Când indicele de aciditate scade ajunge la valoarea dorita, se răcește masa de reacție la 120 °C și se diluează cu 10,0 părți de xilen și 25,0 părți de acetat de butil, apoi se aduce masa de reacție la temperatura de 70 °C, se filtrează și se răcește la temperatură ambiantă.

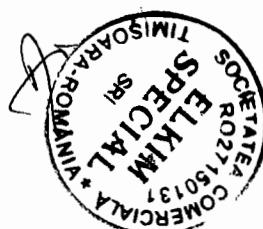
Soluția de copolimer obținută prezintă următoarele caracteristici :

- conținut în substanțe nevolatile ... 65,4 %
- timp de scurgere, 60%, cu cupa ISO de 4 mm, la 20 C..112 sec.
- indice de aciditate , mg KOH/g copolimer 100% ...9,1
- culoare Gardner ... 6

Aplicarea prezentei invenții prezintă ca avantaj faptul ca permite obținerea unor copolimeri poliesterici hidroxilici pentru poliuretani cu eficiență economică, cu o bună umectare a pigmentilor și a suprafeteelor pe care se aplică, care să poată fi utilizati într-o gamă largă de compozitii peliculogene poliuretanice cu proprietăți deosebite de luciu, duritate, flexibilitate, capacitate de întindere, cu o bună rezistență la murdarire și la pătare, cu o bună rezistență la separare și la îmbătrânire.

## BIBLIOGRAFIE

- 1.\*\*\* Patent Roman 121216 B1 - 2007
- 2.\*\*\* Patent S.U.A , 2,973,331



## REVENDICĂRI

Compozițiile de copolimeri poliesterici hidroxilici caracterizate prin aceea că, se supune copolicondensării un amestec constituit din: 1,0...38,0 părți de ulei de soia cu 1,0...38,0 părți de ulei de floarea soarelui, 1,0...30,0 părți de ulei de cocos, 1,0...30,0 părți de ulei de palmier, 1,0...30,0 părți de ulei de camelină, 1,0...38 părți de glicerină, 2,0...39,0 părți de trimetilol propan, 2,0...35,0 părți de dietilen glicol, 1,0...15,0 părți de etilenglicol, 1,0...15,0 părți de propilenglicol, 1,0...15,0 părți de butandiol, 1,0...15,0 părți de neopentilglicol, 1,0...30,0 părți de dipropilenglicol, 5,0...38,0 părți de acid adipic, 1,0...10,0 părți de acid izoftalic, 1,0...10,0 părți de acid sebacic, 5,0...38,0 părți de anhidridă ftalică, în prezența de 0,005...0,02 părți de hidroxid alcalin (litiu potasiu sau sodiu), părțile fiind exprimate în greutate.

Copolimerul poate fi în final diluat în solvenți organici aleși dintre hidrocarburi aromaticice, esteri, cetone sau amestecul lor.

