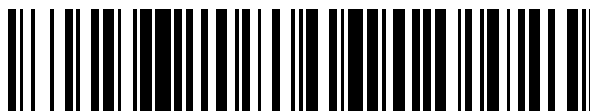


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 538 461**

51 Int. Cl.:

C08G 63/00 (2006.01)

C11D 3/00 (2006.01)

B01F 17/00 (2006.01)

C09D 7/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.11.2012 E 12787655 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.03.2015 EP 2780389**

54 Título: **Aductos de amina sólidos**

30 Prioridad:

18.11.2011 EP 11009170

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

22.06.2015

73 Titular/es:

**BYK-CHEMIE GMBH (100.0%)
Abelstrasse 45
46483 Wesel, DE**

72 Inventor/es:

**PRITSCHINS, WOLFGANG;
OMEIS, JÜRGEN;
MÖSSMER, STEFAN;
ESSER, ANDREA y
ROCH, MONIKA**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 538 461 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).

DESCRIPCIÓN

Aductos de amina sólidos

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un aducto de amina y al uso del aducto de amina.

5 Los agentes humectantes, que se encuentran disueltos o dispersos en un líquido, reducen la tensión superficial o la tensión interfacial y aumentan así el comportamiento humectante del líquido. De esta manera los agentes humectantes permiten en muchos casos sólo principalmente una humectación superficial.

10 Los agentes de dispersión son adecuados en general para la estabilización de partículas de sólido en aglutinantes, lacas, pastas de pigmento, plásticos y mezclas de plástico, adhesivos y sellantes, para la reducción de la viscosidad de sistemas correspondientes así como para la mejora de las propiedades de flujo. Los estabilizadores de dispersión se usan para la estabilización de dispersiones ya generadas.

15 Para poder introducir sólidos en medios líquidos, son necesarias altas fuerzas mecánicas. Es habitual usar agentes de dispersión para reducir las fuerzas de dispersión y para mantener tan bajos como sea posible el aporte de energía total necesario para la defloculación de las partículas de sólido en el sistema y con ello también el tiempo de dispersión. En el caso de los agentes de dispersión de este tipo se trata de sustancias tensoactivas, de estructura aniónica, catiónica y/o neutra. Estas sustancias se aplican en pequeña cantidad o bien directamente sobre el sólido o se añaden al medio de dispersión. Ha de considerarse que también después de la defloculación completa de los aglomerados de sólido en partículas primarias (después del proceso de dispersión) pueden aparecer reaglomeraciones, mediante lo cual se estropea parcial o completamente el gasto de dispersión. Como consecuencia de una dispersión deficiente o de reaglomeración aparecen normalmente efectos indeseados, tal como aumento de viscosidad en sistemas líquidos, variación del tono de color así como pérdida de brillo en lacas o en recubrimientos y disminución de la estabilidad mecánica así como de la homogeneidad de material en plásticos.

20 Como agentes humectantes y agentes de dispersión se tienen en cuenta en la práctica tipos de compuestos de distintos tipos. Esto está justificado en particular porque existe un alto número de distintos sistemas, que se basa en particular en aglutinantes de distintos tipos combinados con diferentes partículas que van a dispersarse, tal como pigmentos, materiales de relleno así como fibras.

25 El documento EP-B- 1 080 127 se refiere a grupos amino especiales así como agentes de dispersión que contienen cadenas de poli(oxialquilencarbonilo), que se preparan por medio de una reacción de adición de Michael, en la que un compuesto de partida que contiene grupos amino correspondientes se une a un grupo etilénicamente insaturado de un "aceptor de Michael" que contiene una cadena de poli(oxialquilencarbonilo).

30 Si bien para la dispersión de sólidos son adecuados en principio tales agentes de dispersión, sin embargo, éstos sólo se basan en una universalidad limitada en particular con respecto a los sólidos que van a dispersarse, que limita la idoneidad para diferentes objetivos de dispersión.

35 La presente invención se basaba por lo tanto en el objetivo de proporcionar un procedimiento para la preparación de aditivos de agentes dispersión cualitativamente de alta calidad y que pueden usarse de la forma más universal posible.

40 La solución de este objetivo es un procedimiento para la preparación de un aducto de amina, en el que la reacción de un componente de poliamina (A), de un componente de poliéster (B) así como de un componente de hidrocarburo (C) se lleva a cabo en relaciones en peso de

(A) : (B) = 1 : 1000 a 1 : 1,
 (A) : (C) = 1 : 100 a 100 : 1 y
 (B) : (C) = 2 : 1 a 50 : 1

de manera que de acuerdo con la variante de reacción

45 i) en primer lugar a partir del componente de poliamina (A) y el componente de poliéster (B) se genera un producto intermedio de reacción (A-B), que a continuación se hace reaccionar con el componente de hidrocarburo (C) o

de acuerdo con la variante de reacción

50 ii) en primer lugar a partir del componente de poliamina (A) y el componente de hidrocarburo (C) se forma un producto intermedio de reacción (A-C), que posteriormente se hace reaccionar con el componente de poliéster (B) o

de acuerdo con la variante de reacción

iii) en primer lugar el componente de poliamina (A) se hace reaccionar al mismo tiempo con el componente de

poliéster (B) y el componente de hidrocarburo (C),

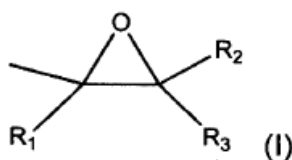
en el que

el componente de poliamina (A) se encuentra en forma de compuestos de poliamina orgánicos (A'), que presentan en cada caso al menos tres grupos amino (A'+) seleccionados de grupos amino primarios y secundarios, reactivos en cada caso con el componente de poliéster (B) y el componente de hidrocarburo (C),

el componente de poliéster (B) se encuentra en forma de compuestos de poliéster (B'), que en cada caso no contienen ningún grupo amino primario así como en cada caso ningún grupo amino secundario, presentan en cada caso al menos tres grupos éster y contienen en cada caso un grupo de acoplamiento (B'+) presente como grupo carboxilo o grupo anhídrido de ácido carboxílico, reactivo con grupos amino primarios y/o secundarios y

el componente de hidrocarburo (C) se encuentra en forma de compuestos de hidrocarburo (C') saturados o insaturados, ramificados o no ramificados, que presentan en cada caso un grupo de enlace (C'+), que no contienen en cada caso ningún grupo amino primario, en cada caso ningún grupo amino secundario, en cada caso ningún grupo carboxilo y en cada caso ningún grupo anhídrido de ácido carboxílico y presentan en cada caso una relación total con respecto a átomos de carbono con respecto a heteroátomos seleccionados del grupo de los elementos O, N, P, S, Si de al menos 2 : 1, presentando los grupos de enlace (C'+) en cada caso la propiedad de reaccionar con grupos amino primarios con la generación de grupos amino secundarios y/o con grupos amino secundarios con la formación de grupos amino terciarios y además se encuentran en cada caso

en forma de una funcionalidad epóxido de fórmula general (I)



con

R₁, R₂ y R₃ en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por H y/o por un resto de hidrocarburo C₁-C₁₂ saturado, ramificado o no ramificado,

en el que el aducto de amina a temperatura ambiente precipita en cada caso en forma sólida así como presenta un intervalo de fusión de 30 a 200 °C.

El componente de poliamina (A) representa la totalidad de todos los compuestos de poliamina (A') (que pueden ser iguales o distintos), siendo los grupos amino reactivos (A'+) en cada caso componentes moleculares de los compuestos de poliamina (A').

De manera correspondiente, el componente de poliéster (B) se compone de la totalidad de todos los compuestos de poliéster (B') (que pueden ser iguales o distintos), siendo los grupos de acoplamiento (B'+) en cada caso componentes moleculares de los compuestos de poliéster.

El componente de hidrocarburo (C) representa la totalidad de todos los compuestos de hidrocarburo (C') (que pueden ser iguales o distintos), siendo los grupos de enlace (C'+) en cada caso componentes moleculares de los compuestos de hidrocarburo (C').

De acuerdo con la variante de reacción i) se hace reaccionar al menos inicialmente (al inicio de la reacción), sin embargo con frecuencia hasta la reacción completa de (B), (B) con (A) con la generación de (A-B) en concreto sin que al mismo tiempo reaccione (C) con (A) (o con el producto secundario de (A)). A continuación se hace reaccionar (A-B) con (C), pudiendo tener lugar esto eventualmente también en presencia de (B) (reacción simultánea de (A-B) con (B) y (C)).

De manera correspondiente la variante de reacción ii) se hace reaccionar al menos inicialmente (al inicio de la reacción), sin embargo frecuentemente hasta la reacción completa de (C), (C) con (A) con la generación de (A-C) en concreto sin que reaccione al mismo tiempo (B) con (A) (o con el producto secundario de (A)). A continuación se hace reaccionar (A-C) con (B), pudiendo tener lugar esto eventualmente también en presencia de (C) (reacción simultánea de (A-C) con (B) y (C)).

De acuerdo con la variante de reacción iii) se hace reaccionar al menos inicialmente (al inicio de la reacción), sin embargo con frecuencia a lo largo de todo el periodo de tiempo de reacción, (A) al mismo tiempo con (B) y (C).

La formulación "igual o distinto" significará que el resto, sustituyente o componente molecular respectivo, puede variar tanto dentro de una (macro)molécula como entre distintas especies de (macro)molécula de igual fórmula

general.

El aducto de amina relevante se encuentra normalmente como un producto bruto (técnico), que puede contener eventualmente disolventes, productos secundarios así como componentes de partida sin reaccionar.

5 Ha de destacarse que los aductos de amina relevantes muestran un efecto de dispersión adecuado con respecto a un amplio espectro de sólidos que van a dispersarse. Esto se muestra, entre otras cosas, en que no sólo sólidos con superficies básicas pueden dispersarse de manera efectiva de manera especialmente adecuada, sino también sólidos con superficies neutras e incluso ácidas.

10 Los aductos de amina relevantes son por consiguiente de calidad especialmente elevada y pueden usarse de forma universal como agentes humectantes y agentes de dispersión. Además puede decirse que los aductos de amina pueden usarse con éxito tanto en sistemas de aglutinante polares como en sistemas de aglutinantes no polares, y a este respecto muestran una excelente compatibilidad como agentes humectantes y agentes de dispersión o como estabilizadores de dispersión. Esto garantiza el uso satisfactorio en combinación con los más diversos aglutinantes y materiales de recubrimiento. Además los aductos de amina de acuerdo con la invención permiten una capacidad de mezclado libre de floculación de pastas, en particular pastas de pigmento, o de los aglutinantes preparados con estas pastas. Además, los aductos de amina son adecuados como estabilizadores de dispersión, en particular como estabilizadores de emulsión. Mediante el uso de los aductos de amina se reduce claramente la viscosidad del material a moler que va a producirse durante la dispersión y permite de esta manera la preparación de formulaciones que presentan un alto porcentaje de sólidos. De esta manera para una mejor puede presentar un alto porcentaje de sólidos. De esta manera para la mejor compatibilidad con el medio ambiente puede reducirse el porcentaje de disolventes (volátiles). En resumen, puede decirse que los aductos de amina, en el caso de una buena estabilización de pigmentos o materiales de relleno bajan la viscosidad del material a moler de lacas, pastas o formulaciones de plástico correspondientes hasta que es posible un procesamiento con un alto grado de llenado, sin que se vea afectada negativamente la resistencia de las lacas endurecidas. Es esencial también que los aductos de amina de acuerdo con la invención usados como aditivo proporcionen ya en menor concentración una alta eficacia. Además, se mencionará también la estabilidad en almacenamiento adecuada de los aductos de amina. Por último ha de mencionarse que los aductos de amina pueden prepararse de forma económica y que se basan en materiales de partida generalmente disponibles.

30 En una forma de realización preferida de la invención el componente de poliéster (B) y el componente de hidrocarburo (C) no reaccionan entre sí en las condiciones de reacción de la reacción. Esto es deseable también por regla general para todas las especies que pertenecen a (B) y (C).

35 El componente de poliéster (B) y el componente de hidrocarburo (C) pueden reaccionar eventualmente en pequeña medida sin embargo en las condiciones de reacción de la reacción, en caso de que ambos componentes de partida estén presentes al mismo tiempo en la mezcla de reacción. Esto es conocido por el experto, dado que la funcionalidad epóxido prevista para el enlace del componente de hidrocarburo (C) es en general marcadamente reactiva, de modo que en la práctica pueden aparecer eventualmente reacciones secundarias (incluso también indeseadas e insignificantes). Mediante la elección adecuada de las condiciones de reacción pueden hacerse retroceder dichas reacciones secundarias hasta una medida no perturbadora o incluso impedirse por completo.

40 De manera correspondiente a una variante de reacción especial iv) el componente de poliamina (A), el componente de poliéster (B) y el componente de hidrocarburo (C) pueden hacerse reaccionar, en relaciones de cantidades que varían a lo largo del tiempo, con la condición de que al menos el primer espacio de tiempo de la reacción tenga lugar de acuerdo con una de las variantes de reacción i) a iii).

45 La variante de reacción iv) tiene lugar por lo tanto al menos (en un primer espacio de tiempo) de manera correspondiente a una de las variantes de reacción i) a iii) y ha de considerarse por lo tanto como caso especial de una de las variantes de reacción i) a iii). La reacción de (C) y (B) tiene lugar de manera correspondiente a la variante de reacción iv) relaciones de cantidades que varían a lo largo del tiempo. Por ejemplo la reacción tiene lugar en al menos tres etapas, de manera que (A) o productos secundarios correspondientes de (A) se hacen reaccionar en espacios de tiempo sucesivos en cada caso o bien con B o bien con C.

En una forma de realización preferida de la invención la reacción de (A), (B) así como (C) se lleva a cabo en relaciones en peso de

50 (A) : (B) = 1 : 100 a 1 : 4, preferentemente (A) : (B) = 1 : 25 a 1 : 7 y
(A) : (C) = 1:10 a 10:1, preferentemente (A) : (C) = 1 : 2 a 2 : 1.

Un menor porcentaje de (A) provoca frecuentemente una baja adsorción sobre superficies de sólidos, pudiendo significar un alto porcentaje de (A) con frecuencia una escasa solubilidad y una difícil manipulación.

Para el componente de poliamina (A):

55 Ejemplos de compuestos de poliamina (A') adecuados del componente de poliamina (A) son poliaminas lineales alifáticas, tal como dietilentriamina (DETA), trietilentetramina (TETA), tetraetilenpentamina (TEPA),

pentaetilenhexamina, hexaetilenheptamina y homólogos superiores, condensados lineales superiores de fórmula general $\text{NH}_2-(\text{C}_2\text{H}_4\text{NH})_n-\text{C}_2\text{H}_4-\text{NH}_2$ con $n > 5$, dipropilentriamina, (3-(2-aminoetil)aminopropil)amina, N,N-bis(3-aminopropil)metilamina, tetrametiliminobispropilamina, N,N-dimetildipropilentriamina, bis-(3-dimetilaminopropil)amina y N,N'-bis(3-aminopropil)-etilendiamina.

- 5 Frecuentemente, el componente de poliamina (A) se encuentra en forma de compuestos de poliamina orgánicos (A'), que contienen en cada caso al menos dos, preferentemente en cada caso 6-600, grupos amino terciarios.

Los grupos amino terciarios provocan normalmente una adsorción adecuada sobre superficies de sólidos así como una pequeña tendencia a reacciones secundarias. Además, los grupos amino terciarios permiten estructuras de alto peso molecular, sin embargo permaneciendo a pesar de ello comparativamente baja la viscosidad.

- 10 Normalmente se usan poliaminas ramificadas alifáticas, en particular poli(C₂-C₄)-alquilenaminas, con grupos amino primarios, secundarios y terciarios. Son especialmente adecuados los homopolímeros de aziridina conocidos también por el nombre polietileniminas, tal como por ejemplo los tipos Lupasol® de la empresa BASF o los tipos Epomin® de la empresa Nippon Shokubai. Éstos se producen de acuerdo con procedimientos conocidos, por ejemplo mediante la polimerización de etilenimina.

- 15 En la mayoría de los casos, en los compuestos de poliamina orgánicos (A') la relación molar de grupos amino primarios con respecto a grupos amino secundarios asciende en cada caso a de 1:1 a 1:5 y la relación molar de grupos amino primarios con respecto a grupos amino terciarios asciende en cada caso a de 3:1 a 1:3.

Las aminas primarias son más reactivas que las aminas secundarias, de modo que un menor porcentaje de aminas primarias puede significar una baja reactividad con respecto a la reacción de síntesis.

- 20 Por regla general, los compuestos de poliamina orgánicos (A') presentan en su totalidad una masa molecular promedio en peso de 250 a 200.000, preferentemente de 600 a 40.000 y de manera especialmente preferente de 800 a 10.000 g/mol.

Una baja masa molecular provoca frecuentemente una débil adsorción sobre la superficie de sólidos, mientras que una alta masa molecular puede ser problemática con respecto a la manipulación y la solubilidad.

- 25 Los datos con respecto a la masa molecular promedio en peso Mw en relación con la presente invención se refieren, siempre que en el punto correspondiente no se diga nada en contra, en general al método de medición de dispersión de luz. Además de poliaminas no modificadas, pueden usarse también poliaminas parcialmente modificadas, tal como se describe en el documento EP 0 893 155. En el caso de estas poliaminas modificadas puede tratarse por ejemplo de condensados de las poliaminas descritas anteriormente con ácidos carboxílicos, tal como por ejemplo
- 30 ácido esteárico, ácido oleico o ácido graso de tall oil, que están unidos a través de agrupaciones de amida con la poliamina. También es posible hacer reaccionar partes de la poliamina primaria o secundaria con monoisocianatos, tal como isocianato de estearilo y/o poliisocianatos.

- Una clase adecuada adicional de poliaminas son homopolímeros, copolímeros o copolímeros de bloque con al menos tres grupos amino primarios o secundarios, que pueden prepararse o bien mediante polimerizaciones por
- 35 radicales o iónicas, o formarse por medio de una reacción análoga polimérica en un polímero ya formado previamente o incorporarse en uno de este tipo. Los homopolímeros, copolímeros o copolímeros de bloque de este tipo tienen un peso molecular promedio en peso de hasta 1000000 g/mol, preferentemente de 600 a 200000 g/mol. Dichas poliaminas pueden usarse individualmente o en mezcla.

Para el componente de poliéster (B):

- 40 Como compuestos de poliéster (B') del componente de poliéster (B) son adecuados por ejemplo aquellos compuestos que se preparan mediante reacción de ácidos dicarboxílicos así como sus derivados esterificables tal como por ejemplo anhídridos, cloruros de ácido o ésteres dialquílicos, tal como ésteres dimetilílicos o ésteres dietílicos, mediante reacción con dioles y ácidos carboxílicos monofuncionales. La formación de dihidroxipoliésteres puede hacerse retroceder según sea necesario mediante el uso de manera correspondiente de cantidades estequiométricas de ácidos carboxílicos monofuncionales. La esterificación puede llevarse a cabo en sustancia o también mediante esterificación azeotrópica en presencia de un agente de arrastre. Tales reacciones de condensación se llevan a cabo por ejemplo a temperaturas de aproximadamente 50 °C a 250 °C. Ejemplos de ácidos dicarboxílicos que pueden usarse de manera correspondiente son ácido succínico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido sebáico, ácido pimélico, ácido ftálico o ácidos grasos dimerizados y sus isómeros así como sus productos de hidrogenación. Ejemplos de dioles que pueden usarse de manera correspondiente son: etilenglicol, 1,2-propanodiol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentilglicol, cis-1,2-ciclohexanodimetanol, trans-1,2-ciclohexanodimetanol, así como poliglicoles a base de etilenglicol y/o propilenglicol. De manera correspondiente, los ácidos monocarboxílicos usados como componente inicial tienen preferentemente de 1 a 42, en particular de 4 a 18, preferentemente de 8 a 14 átomos de carbono y pueden ser saturados o insaturados, alifáticos o aromáticos, lineales, ramificados y/o cíclicos. Ejemplos de ácidos monocarboxílicos adecuados de manera correspondiente son ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido oleico, ácido láurico y ácido benzoico. Ácidos adecuados adicionales son los ácidos monocarboxílicos saturados terciarios
- 55

- denominados también como ácidos de Koch tal como ácido 2,2-dimetilpropanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido 2,2-dimetilpentanoico, ácido terc-nonanoico así como ácido neodecanoico. Como productos comerciales se conocen ácidos de Koch de este tipo por ejemplo también bajo las denominaciones ácidos Versatic® (Shell), neoácidos (Exxon) o ácidos CeKanoic (Kuhlmann). Los ácidos Versatic® se conocen de acuerdo con la totalidad de átomos de C que contiene la molécula. Son ejemplos adecuados los ácidos Versatic® 5,6, 9,10, 913,1019.
- 5 En la mayoría de los casos el componente de poliéster (B) se encuentra en forma de compuestos de poliéster (B'), que presentan en cada caso al menos 5, preferentemente en cada caso de 6 a 70 grupos éster.
- Los grupos éster mejoran normalmente la solubilidad.
- De acuerdo con formas de realización especiales de la invención, los compuestos de poliéster (B') presentan
- 10 adicionalmente también grupos éter.
- Preferentemente los compuestos de poliéster (B') presentan en cada caso exactamente un grupo de acoplamiento (B'+) reactivo, existente preferentemente en cada caso como grupo carboxilo, no conteniendo los compuestos de poliéster (B') preferentemente en cada caso ningún grupo funcional adicional, que reacciona durante la reacción con el componente de poliamina (A).
- 15 Se desea la monofuncionalidad para evitar la reticulación, que lleva en la mayoría de los casos a la solubilidad empeorada, peor compatibilidad, a altas viscosidades o a una menor compatibilidad.
- Frecuentemente al menos el 50 % en peso, preferentemente del 70 al 100 % en peso, de los compuestos de poliéster usados (B') se encuentra en forma de poliésteres de caprolactona lineales, monocarboxifuncionales, que
- 20 presentan preferentemente en cada caso un peso molecular promedio en peso de 500 a 10.000, preferentemente de 800 a 8.000.
- Pesos moleculares promedio en peso inferiores a 500 así como superiores a 10000 empeoran frecuentemente la compatibilidad universal.
- Poliésteres especialmente adecuados son aquellos que pueden obtenerse mediante policondensación de uno o
- 25 varios ácidos hidroxicarboxílicos, opcionalmente alquilsustituídos, tal como ácido ricinoleico o ácido 12-hidroxiesteárico y/o polimerización de apertura de anillo de las lactonas correspondientes, tal como propiolactona, valerolactona, caprolactona. La polimerización de lactona se lleva a cabo de acuerdo con procedimientos conocidos, iniciados mediante por ejemplo ácido p-toluenosulfónico o dilaurato de dibutilestano, a temperaturas de aproximadamente 50 °C a 200 °C. Se prefieren especialmente poliésteres a base de ε-caprolactona, opcionalmente en combinación con δ-valerolactona.
- 30 Para el componente de hidrocarburo (C):
- Los compuestos de hidrocarburo (C') del componente de hidrocarburo (C) presentan en cada caso exactamente un grupo de enlace (C'+) y preferentemente no contienen ningún grupo funcional adicional que reacciona durante la reacción con el componente de poliamina (A).
- 35 La monofuncionalidad reduce la tendencia a la reticulación que en la mayoría de los casos lleva a una mala solubilidad, mala compatibilidad así como a altas viscosidades. De acuerdo con la invención, todos los grupos de enlace (C'+) se encuentran en cada caso en forma de funcionalidades epóxido de fórmula general (I).
- Preferentemente en la fórmula (I) general que se refiere a los grupos de enlace (C'+), R₁, R₂ y R₃ se representan en cada caso por H.
- 40 Sustancias epoxifuncionales adecuadas son por ejemplo glicidil éteres alifáticos, cicloalifáticos y/o aromáticos tal como por ejemplo alquillglicidil éteres C₁-C₂₀, fenilglicidéter, cresilglicidil éter, naftilglicidil éter, butilglicidéter, p-terc-butil-fenilglicidéter, 2-etil-hexilglicidéter, glicidéter C₁₂-C₁₄, alilglicidil éter, neodecanoato de 2,3-epoxipropilo (Cardura® E 10, Resolution Performance Products) o epóxidos a base de bisfenol A (tipos Epikote). Se prefieren epóxidos monofuncionales. En la reacción con los epóxidos se genera un grupo hidroxilo secundario y en el átomo de nitrógeno implicado en la reacción un grupo amino secundario o terciario.
- 45 Normalmente los compuestos de hidrocarburo (C') del componente de hidrocarburo (C) contienen en cada caso en total de 6 a 70 átomos de carbono.
- Un número de menos de 6 átomos de carbono provoca frecuentemente una polaridad demasiado alta, mientras que más de 70 átomos de carbono empeora en la mayoría de los casos la compatibilidad universal.
- 50 En una forma de realización especial de la invención el componente de hidrocarburo (C) contiene al menos el 30 % en peso, preferentemente del 50 al 100 % en peso, de compuestos de hidrocarburo C₆-C₅₀ insaturados (C'), que presentan en cada caso al menos un grupo arilo y/o alquilarilo.
- Los grupos aromáticos confieren a los productos frecuentemente una capacidad de absorción especialmente buena

con respecto a muchas superficies de partículas.

De acuerdo con una variante particular de la invención, el componente de hidrocarburo (C) contiene al menos el 30 % en peso, preferentemente del 50 al 100 % en peso, de compuestos de hidrocarburo C₁₀-C₇₀ (C'), que contienen en cada caso al menos un resto alquilo ramificado y/o un resto alqueno ramificado.

- 5 Grupos ramificados provocan con frecuencia una mejor solubilidad y favorecen por regla general la compatibilidad universal.

10 Frecuentemente los compuestos de hidrocarburo (C') del componente de hidrocarburo (C) contienen en cada caso en total de 6 a 24 átomos de carbono y adicionalmente como máximo tres heteroátomos del grupo de los elementos O, N, P, S, Si. Otros heteroátomos (distintos de los mencionados en último lugar) no están contenidos preferentemente de acuerdo con la invención (en (C')).

Preferentemente, los componentes (A) (B) y (C) se usan en relaciones estequiométricas respectivas tales que en total se hace reaccionar al menos el 50 % en moles, preferentemente del 70 al 100 % en moles de la totalidad de los grupos amino reactivos (A'+) de los compuestos de poliamina usados (A') con los compuestos de poliéster (B') y/o con los compuestos de hidrocarburo (C').

- 15 Conversiones correspondientes inferiores al 50 % significan en la mayoría de los casos productos con muchos grupos amino reactivos, que tienden a reacciones secundarias indeseadas. Como consecuencia se registran frecuentemente coloraciones de producto, vidas útiles reducidas así como estabildades de almacenamiento empeoradas.

20 Una cantidad parcial (preferentemente menor del 50 % en moles, de manera especialmente preferente menor del 30 % en moles) de los grupos amino reactivos (A'+) de los compuestos de poliamina usados (A') puede hacerse reaccionar (entre otros) con compuestos de carbonato (D') de un componente de carbonato (D) y/o con compuestos de ácido carboxílico (F') de un componente de ácido carboxílico (F). Compuestos que pertenecen a (D) o (F) son según la definición ninguna especie, que se atribuyen a (A), (B) o (C).

Los componentes (D) y (F) pueden aumentar eventualmente aún más en cada caso la universalidad.

- 25 Mediante la reacción de una cantidad parcial de los grupos amino primarios y secundarios de las poliaminas (A) con componente (D) y/o componente (F) se permiten otras modificaciones para optimizar adaptaciones aún adicionales a sistemas especiales.

30 Carbonatos adecuados en este contexto son ésteres de ácido carbónico alifáticos, cicloalifáticos y/o aromáticos, tal como carbonatos de dialquilo, por ejemplo carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo o carbonato de difenilo, carbonato de catecol o carbonatos de alqueno cíclicos. Son especialmente adecuados carbonatos de alqueno cíclicos con anillos de 5 o 6 miembros, que opcionalmente pueden estar sustituidos. Como sustituyentes son adecuados grupos alifáticos, cicloalifáticos y/o aromáticos con hasta 30 átomos de carbono. Ejemplos de carbonatos de alqueno cíclicos adecuados de manera correspondiente son carbonato de etileno, carbonato de propileno, carbonato de glicerol, carbonato de trimetileno, carbonato de 4-metiltrimetileno, carbonato de 5-metiltrimetileno, carbonato de 5,5-dimetiltrimetileno, carbonato de 5,5-dietiltrimetileno o carbonato de 5-metil-5-propiltrimetileno.

35 Ácidos carboxílicos adecuados y anhídridos de ácido carboxílico son ácidos carboxílicos alifáticos, cicloalifáticos y/o aromáticos y sus anhídridos, tal como ácido acético, ácido propiónico, ácido benzoico, ácido nitrobenzoico, anhídrido acético, anhídrido de ácido succínico, anhídrido de ácido maleico, anhídrido de ácido ftálico, anhídrido de ácido tetrahidroftálico, anhídrido de ácido alquiltetrahidroftálico, anhídrido de ácido hexahidroftálico, anhídrido de ácido alquilhexahidroftálico, anhídrido de ácido trimelítico, anhídrido de ácido alqueni- y/o alquilsuccínico con preferentemente 1 a 20 átomos de carbono las cadenas de alqueno o alquilo.

40 De acuerdo con la invención, el aducto de amina precipita a temperatura ambiente en cada caso en forma sólida, haciéndose reaccionar (B) con respecto a (C) en una relación en peso de 2:1 a 50:1 y el aducto de amina presenta un intervalo de fusión de 30 a 200 °C. Relaciones en peso fuera de este intervalo mencionado anteriormente empeoran en la mayoría de los casos la universalidad, dificultando otros intervalos de fusión de manera correspondiente frecuentemente la manipulación. El aducto de amina puede obtenerse sin embargo también en forma líquida y obtiene entonces sólo después de la purificación la forma sólida (variante 2).

45 Esta variante 2 presenta, con respecto a la variante de acuerdo con la invención, las siguientes desventajas: La eliminación del disolvente usado significa una etapa de trabajo adicional, que es desventajoso económicamente en particular a escala técnica (industrial) debido al gasto elevado con respecto a energía, tiempo y equipamiento técnico. A pesar de este gasto técnico adicional no se logra por regla general eliminar por completo el disolvente. En consecuencia se obtiene entonces un producto que apenas es adecuado o no es adecuado para aplicaciones pobres en COV o libres de COV. También para el uso en aplicaciones que contienen disolvente es ventajoso en la mayoría de los casos cuando se usan aditivos libres de disolvente de este tipo, dado que de esta manera se evita la "introducción" de "disolventes extraños" indeseados. Dicho de otro modo: los aditivos libres de disolvente ofrecen al usuario una libertad óptima con respecto a la elección del disolvente. En particular, en el caso de sistemas de

recuperación de disolventes respetuosos con el medio ambiente los “disolventes extraños” provocan por regla general problemas técnicos.

5 De acuerdo con la invención la reacción del componente de poliamina (A), del componente de poliéster (B) así como del componente de hidrocarburo (C) tiene lugar de tal manera que por unidad de peso de componente de poliéster (B) están presentes como máximo 0,8, preferentemente como máximo 0,2, unidades de peso de otros componentes, que no corresponden a ninguno de los componentes (A), (B) o (C) (y tampoco al producto de reacción puro). Mediante una limitación de este tipo del uso de dichos otros componentes, en particular disolventes, puede obtenerse el aducto de amina ya sin purificación en una forma sólida. En una forma de realización típica de la invención la reacción del componente de poliamina (A), del componente de poliéster (B) así como del componente de hidrocarburo (C) tiene lugar en ausencia de disolventes orgánicos. Esto es de acuerdo con la invención.

La forma sólida permite sin embargo el uso para aplicaciones, para las que pueden usarse exclusivamente aditivos sólidos. A modo de ejemplo pueden mencionarse aplicaciones para el procesamiento de materiales termoplásticos. Como aplicaciones adicionales se mencionarán aplicaciones de laca en polvo, aplicaciones de material termoendurecible, aplicaciones de tóner y aplicaciones para preparaciones de pigmento sólidas.

15 La preparación de los compuestos de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo, en función de la viscosidad, en sustancia o en presencia de disolventes adecuados, mezclas de disolventes u otros medios de soporte adecuados. Sólo la preparación en sustancia es de acuerdo con la invención.

20 Si los productos por ejemplo se usan allí donde no se desea la presencia de compuestos orgánicos volátiles (COV), la formulación deberá encontrarse lo más libre de disolvente posible o en materiales de soporte que sirven de manera correspondiente como libres de COV.

Es relevante también el aducto de amina, que puede prepararse de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente.

El aducto de amina relevante es adecuado preferentemente como agente humectante y agente de dispersión, en particular para aplicaciones de laca y de plástico.

25 Normalmente, el aducto de amina relevante presenta un peso molecular promedio en peso de 5.000 a 100.000.

El aducto de amina relevante presenta frecuentemente una (micro)estructura de tipo esférica, que contiene en cada caso un núcleo de polialquilenimina, en cuya envuelta exterior están unidos grupos poliéster y grupos hidrocarburo.

30 Ha de mencionarse el uso del aducto de amina descrito anteriormente o del aducto de amina que puede prepararse de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente, como aditivo, preferentemente, en recubrimientos, en particular en lacas, en plásticos, en pastas de pigmento, en sellantes, en cosméticos, en cerámica, en adhesivos, en masas de relleno, en masas que contienen pigmento de la tecnología de pantallas planas, en emplastes, en pinturas de impresión y en tintas, preferentemente en lacas.

En el caso de este uso se usa el aducto de amina preferentemente como un agente humectante y agente de dispersión.

35 Además ha de mencionarse una mezcla de sólido que contiene partículas y/o fibras, que se han tratado con el aducto de amina descrito anteriormente.

Por último es relevante también una laca y/o plástico que contiene el aducto de amina descrito anteriormente.

40 Los aductos de amina relevantes se usan por ejemplo como pasivador de aluminio, agentes de dispersión, estabilizadores de dispersión o humectantes y pueden usarse por ejemplo en productos pigmentados y/o que contienen material de relleno, por ejemplo concentrados o pastas de pigmento, composiciones de recubrimiento, sellantes, plásticos, cerámicas, cosméticos, adhesivos, masas de relleno, emplastes, pinturas de impresión y/o tintas. Se prefieren concentrados de pigmento, que pueden mezclarse con sistema de lacado correspondientes, mediante lo cual se producen lacas pigmentadas.

45 De este modo éstos pueden usarse por ejemplo en la preparación o procesamiento de lacas, pinturas de impresión, tintas, por ejemplo para impresión por chorro de tinta, recubrimiento de papel, pinturas de cuero y de material textil, pastas, concentrados de pigmento, cerámicas, adhesivos y sellantes, masas de relleno, plásticos y preparaciones cosméticas, en particular, cuando éstos contienen sólidos tales como pigmentos y/o materiales de relleno. También en el caso de la preparación o el procesamiento de materiales de moldeo a base de sustancias macromoleculares sintéticas, semisintéticas o naturales, tal como poli(cloruro de vinilo), poliésteres saturados o insaturados, poliuretanos, poliestirenos, poliacrilatos, poliamidas, resinas epoxídicas, poliolefinas, tal como polietileno o polipropileno, pueden usarse los mismos. Por ejemplo, los compuestos pueden usarse para la preparación de masas de relleno, masas de colada, plastisoles de PVC, gelcoat, hormigón polimérico, placas conductoras, lacas industriales, lacas para madera y muebles, lacas para vehículos, pinturas para barcos, pinturas protectoras contra la corrosión, recubrimientos para latas y bobinas o lacas de pintor y de construcción.

- Los aductos de amina relevantes no pueden usarse sólo en sistemas de lacado para lacas pigmentadas. Así mismo es posible el uso en una amplia gama de formulaciones o productos, tales como resinas, aceites, grasas, lubricantes, materiales de caucho, sellantes, pinturas de impresión, tintas, adhesivos, ceras o composiciones de agente de recubrimiento. Los concentrados pueden usarse también en formulaciones que se preparan en la industria del cuidado corporal o en aplicaciones eléctricas en la industria electrónica, en la industria naval, en el marco de aplicaciones médicas, en la industria de la construcción o en la industria automovilística. Ejemplos incluyen papel electrónico, tal como la pantalla en libros electrónicos (E-Books), la encapsulación de chips microelectrónicos y placas conductoras, recubrimientos de embarcaciones subacuáticas, tal como recubrimientos anti-incrustaciones, tubos de silicona o aditivos lubricantes para componentes de freno.
- Los aductos de amina relevantes pueden usarse de manera ventajosa también en la preparación de filtros de color para visualizadores de cristal líquido, pantallas de cristal líquido, aparatos de resolución de color, sensores, pantallas de plasma, visualizadores a base de SED (Surface conduction Electron emitter Display) y para MLCC (Multi Layer Ceramic Compounds). La tecnología MLCC se emplea en la preparación de microchips y placas conductoras.
- El uso en preparaciones cosméticas puede servir por ejemplo para la preparación de preparaciones cosméticas tal como maquillaje, polvos, barras de labios, tintes para el cabello, cremas, laca de uñas y preparaciones de protección solar. Éstos pueden encontrarse en las formas habituales, por ejemplo como emulsiones W/O- o O/W, soluciones, geles, cremas, lociones o pulverizaciones. Los compuestos pueden usarse de manera ventajosa en dispersiones usadas para la preparación de estas preparaciones. Éstos pueden contener los medios de soporte habituales para este fin en la cosmética, tal como agua, aceite de ricino o aceite de silicona y sólidos, tal como pigmentos orgánicos e inorgánicos, tal como dióxido de titanio u óxido de hierro.
- Pueden mencionarse así mismo los campos de aplicación NIP (Non impact printing), chorro de tinta (sobre papel, lámina, cerámica, tejido de fibras artificial y natural), dispersión de cerámica (acuosa o libre de agua), dispersión en masas de relleno. Los aductos de amina usarse también como tal, es decir, sin pueden haberse incorporado previamente en un concentrado correspondiente, en las formulaciones y campos de aplicación mencionados anteriormente.
- Normalmente, el aducto de amina así como el producto que contiene pigmento y/o materiales de relleno es una laca, o un concentrado de pigmento para composiciones de recubrimiento. Por último, es posible en cambio el uso de los aductos de amina en cualquier producto que contenga pigmento y/o materiales de relleno.
- En particular, en el caso de los concentrados de pigmento se trata de composiciones que además de los aductos de amina contienen por ejemplo disolventes orgánicos y al menos un pigmento. Éstos contienen en particular ninguno o sólo pequeños porcentajes de polímeros orgánicos como aglutinante. Tales aglutinantes conocidos están presentes de manera ventajosa en los sistemas de lacado correspondientes y se describen a continuación.
- Como disolventes orgánicos se usan en particular los disolventes orgánicos típicos en el campo de la industria de las lacas y de la industria de las pinturas, conocidos por el experto, tal como disolventes alifáticos, disolventes cicloalifáticos, disolventes aromáticos, tal como tolueno, xileno, nafta disolvente, éteres, ésteres y/o cetonas, por ejemplo butilglicol, butildiglicol, acetato de butilo, metilisobutilcetona, metiletilcetona y/o disolventes, tal como acetato de metoxipropilo, diacetonalcohol.
- Como pigmentos se usan los pigmentos conocidos por el experto. Ejemplos de pigmentos son pigmentos de mono-, di-, tri- y poliazó, pigmentos de oxazina, dioxazina, tiazina, diceto-pirrólo-pirroles, ftalocianinas, ultramarino y otros pigmentos de complejo de metal, pigmentos indigoides, pigmentos de difenilmetano, pigmentos de triarilmetano, pigmentos de xanteno, pigmentos de acridina, pigmentos de quinacridona, pigmentos de metina, antraquinona, pigmentos de pirantrona, pigmentos de perileno y otros pigmentos de carbonilo policíclicos, pigmentos inorgánicos, tal como pigmentos de negro de carbón y/o pigmentos a base de negro de humo, grafito, zinc, dióxido de titanio, óxido de zinc, sulfuro de zinc, fosfato de zinc, sulfato de bario, litopón, óxido de hierro, ultramarino, fosfato de manganeso, aluminato de cobalto, estannato de cobalto, zincato de cobalto, óxido de antimonio, sulfuro de antimonio, óxido de cromo, cromato de zinc, óxidos de metal mixtos a base de níquel, bismuto, vanadio, molibdeno, cadmio, titanio, zinc, manganeso, cobalto, hierro, cromo, antimonio, magnesio, aluminio (por ejemplo amarillo de níquel-titanio, amarillo de molibdato-vanadato de bismuto o amarillo de cromo-titanio), pigmentos magnéticos a base de hierro puro, óxidos de hierro y óxidos mixtos, pigmentos de efecto de metal de aluminio, zinc, cobre o latón así como pigmento de brillo perlado o pigmentos de iluminación fluorescentes y fosforescentes. Otros ejemplos son sólidos orgánicos o inorgánicos a escala nanométrica con tamaños de partícula por debajo de 100 nm en al menos una dimensión, tal como determinados tipos de negro de humo u otras formas alotrópicas del carbono, tal como single-wall-CNT (nanotubos de carbono de pared simple), multi-wall-CNT (nanotubos de carbono de carbón múltiple) y grafeno. La determinación del tamaño de partícula tiene lugar por ejemplo por medio de microscopía electrónica de transmisión, ultracentrifugación analítica o métodos de dispersión de luz. Así mismo, pueden mencionarse partículas que se componen de un óxido o hidróxido de metal o semimetal, así como partículas, que se componen de óxidos o hidróxidos de metal y/o semimetal mixtos. Por ejemplo puede recurrirse a los óxidos y/o hidróxidos de óxido del aluminio, silicio, zinc, titanio, etc. para la preparación de tales sólidos finamente divididos extremadamente. El proceso de producción de estas partículas oxídicas o hidroxídicas u oxihidroxídicas puede tener lugar a través de los más diversos procedimientos tal como, por ejemplo procesos de

intercambio de iones, procesos de plasma, procedimientos sol-gel, precipitación, trituración (por ejemplo mediante molienda) o hidrólisis a la llama. Todos los pigmentos mencionados anteriormente pueden encontrarse modificados en superficie y tener grupos básicos, ácidos o neutros sobre la superficie.

5 Si los productos respectivos, en particular las composiciones de recubrimiento, contienen materiales de relleno, entonces se trata por ejemplo de los materiales de relleno conocidos por el experto. Ejemplos de materiales de relleno en forma de polvo o de fibra son por ejemplo aquellos que están contruidos a partir de partículas en forma de polvo o de fibra de óxido de aluminio, hidróxido de aluminio, dióxido de silicio, diatomita, tierra silíceo, cuarzo, gel de sílice, talco, caolín, mica, perlita, feldespato, pizarra en polvo, sulfato de calcio, sulfato de bario, carbonato de calcio, calcita, dolomita, vidrio o carbono. Las fibras usadas pueden ser de naturaleza orgánica y/o inorgánica y usarse así mismo como materiales de refuerzo. Ejemplos adicionales de pigmentos o materiales de relleno se encuentran por ejemplo en el documento US-A-4.795.796. También agentes protectores contra la llama, siempre que los compuestos de acuerdo con la invención no se utilicen ya en cantidades de aditivo habituales para este fin, tal como hidróxido de aluminio o de magnesio y agentes de mateado, tal como ácidos silícicos, pueden dispersar y estabilizar así mismo de manera especialmente adecuada mediante los agentes humectantes y agentes de dispersión relevantes.

15 Los aductos de amina relevantes son adecuados en particular también para la preparación de concentrados de sólidos, tal como concentrados de pigmento. Para ello se disponen previamente los aductos de amina de acuerdo con la invención en un medio de soporte tal como disolventes orgánicos, plastificantes y/o agua, y se añaden con agitación los sólidos que van a dispersarse. Adicionalmente, estos concentrados pueden contener aglutinantes y/u otros agentes auxiliares. Con los aductos de amina de acuerdo con la invención es posible también en particular preparar concentrados de pigmentos libres de aglutinante estables. Así mismo es posible preparar, con los aductos de amina de acuerdo con la invención, concentrados de sólidos fluidos a partir de tortas prensadas de pigmentos. En este caso, a la torta prensada, que puede contener aún disolventes orgánicos, plastificantes y/o agua, se le añade el compuesto de acuerdo con la invención y se dispersa la mezcla así obtenida. Los concentrados de sólidos preparados de distintas maneras pueden incorporarse entonces en diferentes sustratos tal como por ejemplo resinas alquídicas, resinas de poliéster, resinas de acrilato, resinas de poliuretano o resinas epoxídicas. Los pigmentos pueden dispersarse también sin disolvente directamente en los aductos de amina de acuerdo con la invención y son adecuados entonces especialmente para la pigmentación de formulaciones de plásticos termoplásticos y termoendurecible.

20 En función del campo de aplicación se usan los aductos de amina relevantes en cantidades tales que en el producto interesante finalmente para la aplicación adicional existe de manera ventajosa un porcentaje del agente humectante y agente de dispersión de acuerdo con la invención del 0,01 al 10 % en peso, con respecto a la cantidad total del producto respectivo. Son posibles también otros porcentajes.

25 Con respecto al sólido que va dispersarse, por ejemplo el pigmento, se usa el agente humectante y de dispersión de acuerdo con la invención en una cantidad de preferentemente el 0,5 al 100 % en peso. Si se usan sólidos difíciles de dispersar, la cantidad de agentes humectantes y agentes de dispersión usados de acuerdo con la invención puede ser más alta. La cantidad de agentes de dispersión depende en general de la superficie que va a ocuparse del material que va a dispersarse. Es decir, puede ser importante de qué pigmento se trata. En general puede decirse que para la dispersión de pigmentos inorgánicos en la mayoría de los casos es necesario menos agente de dispersión que para pigmentos orgánicos, dado que los últimos disponen en la mayoría de los casos de una mayor superficie específica y por lo tanto es necesaria una mayor cantidad de agentes de dispersión. Dosificaciones típicas del agente humectante y agente de dispersión para pigmentos inorgánicos se encuentran por ejemplo en del 1 al 20 % en peso, para pigmentos orgánicos en del 10 al 50 % en peso, en cada caso con respecto al sólido que va a dispersarse, en particular el pigmento. En el caso de pigmentos muy finamente divididos (por ejemplo algunos negros de humo) son necesarias también cantidades de adición del 30 al 90 % o más. Como criterios para una estabilización de pigmento suficiente puede recurrirse por ejemplo al brillo y la transparencia de las composiciones de recubrimiento o al grado de flotación. La dispersión de los sólidos puede tener lugar como frotación individual o también como frotación mixta con otros pigmentos al mismo tiempo, pudiéndose conseguir los mejores resultados por regla general en frotaciones individuales. En el caso del uso de mezclas de distintos sólidos, mediante cargas opuestas sobre las superficies de sólidos pueden producirse de manera intensificada aglomeraciones en la fase líquida. En estos casos, en el caso del uso de los aductos de amina de acuerdo con la invención puede conseguirse frecuentemente una carga homónima, por regla general positiva, de todas las partículas y con ello evitarse inestabilidades mediante diferencias de carga. Los agentes de dispersión alcanza su efecto óptimo con la adición al material a moler, en particular, cuando en primer lugar se mezcla el sólido que va a dispersarse sólo con el aditivo y opcionalmente disolventes ("premix"), dado que entonces el aditivo puede adsorberse preferentemente sobre la superficie de sólidos, sin tener que entrar en competencia con los aglutinantes-polímeros. En la práctica este modo de proceder es necesario sólo en casos excepcionales. Según sea necesario, los aductos de amina de acuerdo con la invención pueden usarse también posteriormente (como los denominados "post-aditivos"), por ejemplo para resolver, en una mezcla madre de lacado acabada, problemas de flotación o de floculación. Por regla general son necesarias en este caso en cambio elevadas dosificaciones de aditivo.

Los productos, en particular las composiciones de recubrimiento o lacas, en las que los aductos de amina de acuerdo con la invención mostrarán finalmente sus efectos, pueden contener además un polímero orgánico como

aglutinante. Tales aglutinantes se conocen por el experto. Este al menos un aglutinante puede introducirse por ejemplo a través de un sistema de lacado, que se mezcla por ejemplo con un concentrado de pigmento, que contiene los aductos de amina de acuerdo con la invención, de modo que en el caso del producto considerado se trata de una laca pigmentada. Son posibles también otros productos pigmentados y/o que contienen materiales de relleno, por ejemplo plásticos, sellantes y otros productos conocidos por el experto a base de una matriz polimérica orgánica. Como producto puede considerarse un sistema que contiene una resina polimérica o polímero orgánico como aglutinante y de esta manera puede formar, en condiciones de endurecimiento adecuadas, una matriz polimérica, orgánica sólida (por ejemplo una composición de recubrimiento). Así mismo se denomina producto un sistema que mediante mezclado simple con un componente, que contiene un aglutinante, puede formar una matriz polimérica, orgánica de este tipo (por ejemplo un concentrado de pigmento). Se usan por ejemplo, pero no exclusivamente, las resinas alquídicas, resinas de poliéster, resinas de acrilato, resinas de poliuretano, nitratos de celulosa, acetobutiratos de celulosa, melaminas, cauchos de cloro y/o resinas epoxídicas conocidos por el experto. Ejemplos de recubrimientos a base de agua son lacados por electroinmersión catódica o anódica por ejemplo para carrocerías de automóviles. Otros ejemplos son revocos, pinturas de silicato, pinturas de dispersión, lacas acuosas a base de resinas alquídicas diluibles en agua, emulsiones alquídicas, sistemas híbridos, sistemas de 2 componentes, dispersiones de poliuretano y de acrilato.

Son posibles tanto sistemas de 1 componente como sistemas de 2 componentes, estando presentes en el último caso por regla general también poliisocianatos, resinas de melamina y/o resinas de poliamida como el agente de reticulación típico, habitual para el experto en un segundo componente. Se prefieren sistemas de producto, en particular composiciones de recubrimiento, que contienen una resina de acrilato como aglutinante. En una variante adicional se trata de una composición de recubrimiento de 2 componentes (2K) o de una laca 2K, que contiene una resina epoxídica en el componente de aglutinante y una resina de poliamida en el componente de reticulante.

Las composiciones de recubrimiento preferidas como productos pueden ser a base de agua o a base de disolvente. Por a base de agua se entiende que la composición de recubrimiento contiene como disolvente principalmente agua. En particular, en una composición de recubrimiento a base de agua no está contenido más del 10 % en peso de disolventes orgánicos, con respecto a la cantidad total de disolventes, en la composición de recubrimiento. Como a base de disolvente es válida una composición de recubrimiento, que no contiene más del 5 % en peso, preferentemente no más del 2 % en peso de agua, con respecto a la cantidad total de disolventes.

Como componentes de producto adicionales se tienen en cuenta por ejemplo fotoiniciadores, antiespumantes, humectantes, agentes auxiliares filmógenos, tal como derivados de celulosa (por ejemplo nitratos de celulosa, acetatos de celulosa, acetobutirato de celulosa), diluyentes reactivos, diluyentes, agentes de dispersión, y/o aditivos de control reológico.

La preparación de los concentrados de pigmento preferidos como productos y composición de recubrimiento tiene lugar a través de los procedimientos habituales para el experto. Pueden usarse los métodos conocidos, tal como por ejemplo la adición por etapas con agitación y mezclado de los constituyentes de la composición de recubrimiento en aparatos de mezclado habituales, tal como tanques agitados o disolvedores.

Con el uso de los concentrados de pigmento preferidos y composiciones de recubrimiento pueden prepararse recubrimientos o capas de laca. La preparación del recubrimiento tiene lugar a través de técnicas de aplicación habituales para el experto sobre un sustrato y posterior procedimiento de endurecimiento.

La aplicación tiene lugar por ejemplo mediante procedimientos conocidos de inyección, de pulverización, de extensión, de rodillos, de colada, de impregnación y/o de inmersión. Después de la aplicación de la composición de recubrimiento sobre un sustrato tiene lugar el endurecimiento o el secado de acuerdo con métodos usuales. Por ejemplo, la composición de recubrimiento aplicada puede endurecerse mediante secado físico, térmicamente y/o empleando radiación actínica (con endurecimiento por radiación), preferentemente radiación UV así como radiación electrónica. El endurecimiento térmico puede tener lugar por ejemplo en el intervalo de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 400 °C, en función del tipo de composición de recubrimiento y/o de sustrato. También la duración del endurecimiento depende individualmente por ejemplo del tipo de procedimiento de endurecimiento (de manera térmica o actínica), del tipo de composición de recubrimiento usada y/o los sustratos. A este respecto, el sustrato puede moverse o también reposar.

Además de la aplicación descrita anteriormente como agentes de dispersión y/o agente de recubrimiento para sólidos en forma de polvo y en forma de fibra, los aductos de amina pueden usarse también como reductores de la viscosidad y compatibilizadores en resinas sintéticas. Ejemplos de tales resinas sintéticas son los denominados "*sheet molding compounds*" (SMC) y "*bulk molding compounds*" (BMC), que se componen de resinas de poliéster insaturadas que contienen material de relleno y fibras intensamente. Su preparación y procesamiento se describe a modo de ejemplo en el documento US-A-4.777.195. Un problema en el caso de las mezclas de resina sintética de SMC y BMC consiste en que con frecuencia se añade poliestireno (PS) a la formulación, para reducir la contracción durante el proceso de procesamiento. PS no es compatible con las resinas de poliéster insaturadas usadas y se produce la separación de los componentes. En el caso del uso de mezclas de SMC o BMC cargadas con PS, los aductos de amina de acuerdo con la invención, debido a sus adecuadas calidades de dispersión, pueden proporcionar una compatibilización entre PS y resina de poliéster insaturada, mediante lo cual se aumenta la

estabilidad en almacenamiento y la seguridad de procesamiento de tales mezclas.

Por medio de los aductos de amina relevantes pueden conseguirse por ejemplo en mezclas de polioliol, mezclas de polioliol-isocianato o mezclas de polioliol-agente expansivo no compatibles (si se usan por ejemplo en la preparación de poliuretano) efectos de conmutación de fases.

5 La invención se explicará a continuación adicionalmente por medio de ejemplos.

En el caso de sustancias molecularmente irregulares, los pesos moleculares indicados representan valores promedio. Los pesos moleculares se determinan, en el caso de presencia de grupos terminales que pueden someterse a titulación, tal como grupos ácido, hidroxilo o amino, mediante determinación de grupos terminales a través de la determinación del índice de acidez, el índice de OH o el índice de amina. En el caso de compuestos sobre los que no puede aplicarse una determinación de grupos terminales, el peso molecular se determina por medio de dispersión de luz.

Siempre que no se exponga lo contrario, en el caso de los datos en partes se trata de partes en peso y en el caso de datos en porcentajes se trata de porcentajes en peso.

Instrucciones de preparación:

15 **a) Instrucciones de preparación generales para componentes de poliéster de lactonas:**

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se disponen previamente las sustancias R1a) a R1c) y se calientan con agitación bajo gas N2 hasta 100 °C.

20 Entonces se añade el catalizador y se calienta adicionalmente bajo gas N2 hasta T1. A esta temperatura se agita, hasta que se ha alcanzado el FK \geq 99 %.

b) Instrucciones de preparación generales para componentes de poliéster de ácidos hidroxicarboxílicos:

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se calientan las sustancias R1a) a R1c) con agitación y gas N2 hasta 100 °C.

25 A 100 °C se añade el catalizador y se coloca un separador de agua. Se calienta adicionalmente, y el agua liberada se separa mediante el separador de agua.

La temperatura de reacción se adapta al agua liberada y va hasta T1. Cuando ya no se libera nada de agua de reacción, ha concluido la reacción.

c) Instrucciones de preparación generales para componentes de poliéster de dioles y ácidos dicarboxílicos:

30 En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo, separador de agua y tubo de entrada de nitrógeno se pesan las sustancias R1a) a R1c) junto con el catalizador y se calientan bajo gas N2.

El agua de reacción generada se recoge a través del separador de agua. La temperatura de reacción se adapta al agua liberada y va hasta T1.

Cuando ya no se libera nada de agua de reacción, ha concluido la reacción.

35 **d) Instrucciones de preparación generales para productos intermedios: reacción de poliésteres con aminas con separación de agua:**

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo, separador de agua y tubo de entrada de nitrógeno se disponen previamente las sustancias R2a) y R2b) y se calientan bajo gas N2. El agua de reacción liberada se recoge a través del separador de agua. La temperatura de reacción se adapta al agua liberada y va hasta T1. Cuando ya no se libera nada de agua de reacción, ha concluido la reacción.

40 **e) Instrucciones de preparación generales para productos intermedios: reacción de aminas con componentes de hidrocarburo**

45 En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se dispone previamente el componente de reacción R2a) y se calienta bajo gas N2 hasta la temperatura de reacción T1. El componente de reacción R2b) se dosifica en el tiempo predeterminado X1. La reacción posterior es 1 h a T1.

f) Instrucciones de preparación generales de acuerdo con la variante de reacción i):

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se dispone previamente el componente de reacción 3a) y se calienta bajo gas N2 hasta 100 °C.

Entonces se añade el componente de reacción 3b). A T1 se agita el tiempo X1.

Entonces se añade el componente de reacción 3c) y se calienta bajo gas N2 hasta T2. La reacción posterior es a T2 durante el tiempo X2. En el caso de una reacción adicional con la materia prima 3d) se añade éste 1 h después de 3c) y le sigue el tiempo de reacción posterior de manera correspondiente.

5 **g) Instrucciones de preparación generales de acuerdo con la variante de reacción i) con producto intermedio:**

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se dispone previamente el componente de reacción 3a) y se calienta bajo gas N2 hasta 100 °C.

A 100 °C se añade el componente de reacción 3b), entonces se calienta hasta T1 y se agita el tiempo X1.

10 **h) Instrucciones de preparación generales de acuerdo con la variante de reacción ii):**

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se dispone previamente el componente de reacción 3a) y se calienta hasta T1. El componente 3b) se dosifica en X1. Después de la dosificación tiene lugar 0,5 h de reacción posterior a T1. A continuación se añade el componente de reacción 3c), y se calienta bajo gas N2 hasta T2. A continuación tiene lugar un tiempo de reacción posterior X2 a T2.

15

i) Instrucciones de preparación generales de acuerdo con la variante de reacción (ii) con producto intermedio:

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se dispone previamente el componente de reacción 3a) y se calienta hasta T1. El componente 3b) se añade en el tiempo X1.

20

A continuación se calienta bajo gas N2 hasta T2. El tiempo de reacción posterior es entonces X2 a T2.

j) Instrucciones de preparación generales de acuerdo con la variante de reacción iii):

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se dispone previamente el componente de reacción 3a) y se calienta bajo gas N2 hasta T1. A continuación se añaden los componentes de reacción 3b) y 3c) en cada caso por separado en Z1. Entonces se calienta hasta T2 y durante el tiempo X2 Se agita la mezcla a T2 hasta la reacción posterior.

25

k) Instrucciones de preparación generales de acuerdo con la variante de reacción iv):

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada de nitrógeno se disponen previamente los componentes de reacción 3 a) y b) y se calientan bajo gas N2 hasta T1.

30

El componente de reacción 3c) se dosifica en X1. Siguen 0,5 h de reacción posterior a T1. A continuación se añade el componente de reacción 3d) y se calienta bajo gas N2 adicionalmente hasta T2. Sigue una reacción posterior X2 a T2 bajo gas N2.

Preparación de un ejemplo comparativo no de acuerdo con la invención EX1:

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada se calientan hasta 120 °C 5,5 partes de acrilato de hidroxietilo con 66,00 partes de caprolactona y 28,3 partes de valerolactona con 0,01 % de óxido de monobutilestano y 0,1 % de hidroquinona bajo una atmósfera de aire y agitación, para obtener un poliéster Mn 2100. Después de 12 h a 120 °C se enfría hasta 65 °C. Entonces se añaden 6,91 partes de polietilenimina MG 2000. Los reactivos se agitan entonces 2 h a 65 °C.

35

Preparación de un ejemplo no de acuerdo con la invención EX2, comparable con E14, pero sin componente C:

40

En un matraz de cuatro bocas provisto de agitador, termómetro, refrigerador de reflujo y tubo de entrada se disponen previamente 94,3 partes de poliéster B10, se calienta hasta 100 °C y se añaden 5,7 partes de una polietilenimina con MG 2000. Entonces se calienta hasta 140 °C y se agita 2 horas a esta temperatura.

ES 2 538 461 T3

Tabla Componentes de poliéster

Ej.	IP	R 1a)	% de R1a)	R 1b)	% de R1b)	R1c)	% de R1c)	Cat	%	T1	MG
B1	a)	AL	20,05	CAPA	79,80			BZ	0,15	190,00	1000
B2	a)	AHE	22,40	CAPA	77,50			BZ	0,10	190,00	1500
B3	a)	AL	14,90	CAPA	85,00			BZ	0,10	190,00	1300
B4	a)	AGR	19,90	CAPA	79,80			BZ	0,30	190,00	1500
B5	a)	AGR	15,40	CAPA	84,30			BZ	0,30	190,00	2000
B6	a)	AL	11,30	CAPA	77,30	VAL	11,30	IPT	0,50	190,00	1770
B7	a)	AL	14,00	CAPA	71,70	VAL	14,00	IPT	0,30	190,00	1400
B8	a)	AL	19,90	CAPA	59,80	VAL	19,90	IPT	0,40	190,00	1000
B9	a)	AHE	32,40	CAPA	67,30			BZ	0,30	190,00	1000
B10	a)	AL	9,88	CAPA	90,10			BZ	0,02	190,00	2000
B11	a)	AL	13,70	CAPA	85,80			IPT	0,50	190,00	1500
B12	b)	AGR	99,00					APT	1,00	170,00	1500
B13	b)	AHE	99,00					APT	1,00	170,00	1200
B14	b)	AGR	49,50	AHE	49,50			APT	1,00	170,00	3000
B15	c)	AL	22,00	BDO	29,50	AAD	48,20	DBS	0,30	160,00	900
B16	c)	AAD	62,80	BDO	36,20			APT	1,00	160,00	3500
B17	c)	PSA	66,40	BDO	33,40			DBS	0,20	160,00	1300
B18	a)	AL	8,7	Capa	73,8	VAL	17,3	IPT	0,2	160,0	2100
B19	a)	AL	11,3	CAPA	88,2			IPT	0,5	190	1770
B20	a)	AL	14	CAPA	85,7			IPT	0,3	190	1400
B21	a)	AL	19,9	CAPA	79,7			IPT	0,4	190	1000
B22	a)	AL	8,7	Capa	91,1			IPT	0,2	160	2100

Ej. = Ejemplo; IP = Instrucciones de preparación; Cat = Catalizador; T(número) Temperatura como se describe en el IP; AL = ácido láurico; AHE = Ácido hidroxisteárico; AGR = Ácido graso ricinoleico; CAPA = épsilon-caprolactona; VAL = delta-valero-lactona; BDO = Butanodiol; AAD= ácido adípico; BZ = Butilato de zirconio; TP = Titanato de isopropilo; APT= ácido p-toluenosulfónico

Tabla Productos intermedios

Ej.	IP	R 2a)	% de R2a)	R 2b)	% de R2b)	T1	X1
Z1	d)	B12	94,00	TEPA	6,00	160 °C	180
Z2	d)	B12	93,50	DETA	6,50	160 °C	150
Z3	d)	B12	93,90	PEI 300	6,10	160 °C	150
Z4	d)	B13	94,70	TETA	5,30	160 °C	180
Z5	e)	PEI 1200	62,30	PGE	37,70	100	150

(continuación)

Ej.	IP	R 2a)	% de R2a)	R 2b)	% de R2b)	T1	X1
Z6	e)	DETA	28,60	LA	71,40	100	120
Z7	e)	TETA	44,20	AEH	55,80	100	120
Z8	e)	PEI 300	61,70	PGE	38,30	100	150
Z9	e)	TEPA	60,00	AB	40,00	100	150

X (número) = Tiempo de reacción descrito en las IP; TETA = Trietilentetramina; TEPA = Tetraetilenpentamina; DETA = Dietilentetramina; PEI (número) = Polietilenimina (MG); IPA = n 3-Aminopropilimidazol; EPN = Neodecanoato de epoxipropilo; PGE = Fenilglicidéter; AB = Acrilato de butilo

Tabla Productos finales

Ej.	IP	R 3a)	% de 3a)	R 3b)	% de 3b)	R c)	% de R3c)	R d)	% de R3d)	T1 [°C]	X1 [min]	T2 [°C]	X2 [min]
E1	i)	B1	81,70	Z6	18,30					100	20	140	120
E2	i)	B2	90,60	Z8	9,40					100	20	140	120
E3	i)	B2	94,80	Z7	5,20					100	20	140	120
E4	f)	B2	84,50	PEI 1200	7,70	EPN	7,80			100	30	140	180
E5	h)	PEI 2000	8,70	EPN	8,90	B3	82,40			100	120	140	180
E6	h)	PEI 1200	7,70	AEH	7,80	B4	84,50			100	120	140	120
E7	i)	B4	87,00	Z9	13,00					100	20	130	180
E8	i)	B5	91,70	Z5	8,30					100	20	130	180
E9	i)	B6	88,80	Z9	11,20					100	20	140	120
E10	i)	B7	84,60	Z9	15,40					100	20	140	120
E11	h)	PEI 1200	8,70	EPN	8,80	B7	82,50			100	120	120	180
E12	h)	PEI 800	6,80	PC	3,4	B8	86,40	CGE	3,4	100	120	140	180

Tabla Productos finales

Ej.	IP	R 3a)	% de 3a)	R 3b)	% de 3b)	R c)	% de R3c)	Rd)	% de R3d)	T1 [°C]	X1 [min]	T2 [°C]	X2 [min]
E13	i)	B9	81,70	Z9	18,30					100	20	140	120
E14	k)	B10	60,00	PEI 2000	9,80	PGE	11,60	B10	18,60	100	60	120	180
E15	i)	B11	87,00	Z9	13,00					100	20	140	180
E16	h)	PEI 2000	5,70	PGE	3,00	B11	91,30			100	120	140	180
E17	i)	Z1	92,40	AEH	7,60					80	60		
E18	j)	Z2	86,00	LA	14,00					80	60		
E19	i)	Z3	93,30	EPN	6,70					80	60		
E20	i)	Z4	95,80	AAM	4,20					80	60		
E21	j)	B10	85,00	DMDPTA	8,10	PGE	6,90			60	60	120	240
E22	f)	B14	93,60	PEI 300	3,2	PC	2,0	CGE	1,2	100	30	140	180
E23	f)	B16	95,60	DETA	1,7	AEH	2,70			100	30	120	240
E24	f)	B17	88,50	DETA	3,9	LA	7,60			100	30	120	240
E25	j)	B1	65,80	TETA	9,70	AEH	25,50			100	60	120	240
E26	k)	B15	90,30	PEI 300	6,5	AEH	2,30	AAM	1,20	100	30	120	120
E27	f)	B18	78,6	PEI 2000	9,7	AEH	11,7			100	30	140	120
E28	i)	B19	88,8	Z9	11,2					100	20	140	120
E29	i)	B20	84,6	Z9	15,4					100	20	140	120
E30	h)	PEI 1200	8,7	EPN	8,8	B20	82,5			100	120	120	180
E31	h)	PEI 800	6,8	PC	3,4	B21	86,4	CGE	3,4	100	120	140	180
E32	f)	B22	78,6	PEI 2000	9,7	AEH	11,7			100	30	140	120
E33	h)	PEI 1200	7,70	CGE	7,80	B4	84,50			100	120	140	120

AAM = anhídrido de ácido maleico; AEH = Acrilato de etilhexilo; LA = Acrilato de laurilo; PC = Carbonato de propileno, DMDPTA = Dimetildipropilentriamina CGE = o-cresiglicidil éter

Todos los productos finales expuestos en la Tabla están libres de disolvente y son sólidos a 30 °C.

Ensayo técnico de aplicación:

Los aductos de amina relevantes (polímeros) se usan, entre otras cosas, como agentes humectantes y agentes de dispersión para la preparación de concentrados de pigmento, sistemas de laca y sistemas de chorro de tinta.

Ensayo técnico de aplicación en sistemas de chorro de tinta:

5 **Aparatos de trabajo:**

Vibrador: LAU-Paint Shaker DAS H [/A] 200- K

Medición de brillo/neblina:

- Trigloss, (Byk Gardner)
- 10 • Ángulo de medición 20°

Sustancias para el ensayo técnico de aplicación:

Solución Vinnol: 75 % de acetato de butilglicol+ 20 % de ciclohexanona + 5 % de Vinnol 15/45;

Vinnol 15/45: Copolímero de aproximadamente el 85 % en peso de cloruro de vinilo y aproximadamente el 15 % en peso de acetato de vinilo; fabricante Wacker

15 Novoperm P-M3R: P.Y.139

Ink Jet Magenta E02: P.R.122 Tipo A

Irgalite Blue P.B. 15:4, Tipo B

NiPex 90 p.Bk-7, pH= 9,0

Modo de trabajo:

- 20 • Para la preparación de los concentrados de pigmento pesar y mezclar las posiciones 1-4 en un frasco de vidrio de 100 ml. A continuación agregar 100 g de perlas de zirconio (0,4 - 0,6 mm).
- Dispersar los concentrados de pigmento mezclados previamente durante 960 minutos en el vibrador a nivel de refrigeración 3
- 25 • Tamizar concentrados de pigmento en frascos de vidrio de 50 ml.
- Después de almacenamiento durante la noche y después de almacenamiento durante una semana a 40 °C determinar las viscosidades por medio del instrumento Stress Tech Instrument.
- Los concentrados se aplican sobre lámina de PU con grosor de capa de película húmeda de 25 µm.
- 30 • La evaluación de la intensidad de color y la transparencia tiene lugar visualmente sobre la lámina, para la medición del brillo y la neblina se colocan las láminas sobre cartón negro y se mide.

Formulación 1 - Concentrados de pigmento a base de amarillo Novoperm P-M3R

Pos.	Materia prima	[g]
1	solución Vinnol*	15,0
2	acetato de butilglicol	25,9
3	aditivo	2,1
4	amarillo Novoperm P-M3R	7,0
		50,0
Dosificación de aditivo [% s.o.p.]		30,0

Formulación 2 - Concentrados de pigmento a base de Ink Jet Magenta E 02

ES 2 538 461 T3

Pos.	Materia prima	[g]
1	solución Vinnol*	15,0
2	acetato de butilglicol	28,5
3	aditivo	1,5
4	Ink Jet Magenta E 02	5,0
		50,0
	Dosificación de aditivo [% s.o.p.]	30,0

Formulación 3 - Concentrados de pigmento a base de Irgalite Blue GLVO

Pos.	materia prima	[g]
1	solución Vinnol*	15,0
2	acetato de butilglicol	27,2
3	aditivo	1,8
4	Irgalite Blue GLVO	6,0
		50,0
	Dosificación de aditivo [% s.o.p.]	30,0

5 Formulación 4 - Concentrados de pigmento a base de NiPex 90

Pos.	materia prima	[g]
1	solución Vinnol*	15,0
2	acetato de butilglicol	26,0
3	aditivo	3,0
4	NiPex 90	6,0
		50,0
	Dosificación de aditivo [% s.o.p.]	50,0

Resultados: Intensidad de color + transparencia : 1-5 (1 = adecuado; 5= escaso)

Aditivo	Novoperm P-M3R					Ink Jet Magenta E02						
	Viscosidad (mPas)	Viscosidad 1 W 40 °C (mPas)	Brillo	Neblina	Intensidad de color	Transparencia	Viscosidad (mPas)	Viscosidad 1 W 40 °C (mPas)	Brillo	Neblina	Intensidad de color	Transparencia
EX1*	19	29	89	-	5	4	418	489	91	-	4	4
E4	11	14	95	-	1	1	309	386	97	-	2	2
E7	16	18	92	-	2	1	323	396	92	-	2	2
E19	13	15	95	-	1	2	311	401	93	-	2	2
Aditivo	Irgalite Blue					NIPex 90 (p Bk-7, pH= 9,0)						
	Viscosidad (mPas)	Viscosidad 1 W 40 °C (mPas)	Brillo	Neblina	Intensidad de color	Transparencia	Viscosidad (mPas)	Viscosidad 1 W 40 °C (mPas)	Brillo	Neblina	Intensidad de color	Transparencia
EX1*	164	167	92	-	3	3	525	885	93	31	3	-
E4	103	135	98	-	1	1	31	94	99	9	1	-
E7	142	148	97	-	1	2	174	324	96	21	2	-
E19	136	153	98	-	2	2	145	214	99	11	1	-

* no de acuerdo con la invención

Conclusión de los ensayos en sistemas de chorro de tinta:

La calidad especialmente adecuada de los polímeros de acuerdo con la invención muestra con respecto a la baja viscosidad, la intensidad de color, transparencia y el brillo adecuado.

5 Una ventaja particular de los polímeros se basa también en la incorporación especialmente adecuada en la solución de aglutinante.

Ensayo técnico de aplicación en concentrados de pigmento:

Aparatos de trabajo:

- Dispermat CV
- Trigloss, (Byk Gardner)
- 10 Vibrador Scandex

Sustancias para el ensayo técnico de aplicación:

Negro de lámpara FW200	→ PB 7
Laropool A81	→ resina de aldehído, fabricante BASF
Paraloid DM 66	→ resina de acrilato termoplástica (TPA); fabricante DOW
Macrynal SM 510	→ resina de acrilato al 70 %; fabricante Cytec
Desmodur N75	→ isocianato alifático, al 75 % en acetato de metoxipropilo; fabricante Bayer
Setalux 1756 V V65	→ resina de acrilato al 65 % en nafta disolvente; fabricante Nuplex
Setamine US 138 0	→ resina de melamina al 70 % en n-butanol, fabricante Nuplex
Epikote 1001	→ resina epoxídica al 75 % en Xileno, fabricante Brenntag
Aradur 115	→ poliamidoamina; fabricante Huntsman
Dowanol PMA	→ acetato de metoxipropilo, fabricante DOW
Dowanol PM	→ metoxipropanol, fabricante DOW
Solvesso 100	→ disolvente aromático de Exxon
BYK 306/310/325	→ aditivos de nivelación, fabricante BYK

Modo de trabajo:

15 Preparación de los concentrados de pigmento:

- Pesada de los constituyentes de laca en el orden indicado (después de cada adición agitar brevemente a mano)
- Dispermat CV / 60 minutos / 10000 rpm (23 m/s) a 40 °C material a moler / perlas de vidrio (0,8-1,2 mm) relación 1:1 (peso)
- 20 • Tamizado de las perlas de vidrio después de la dispersión
- Evaluación visual de la viscosidad (después de la preparación tras 1 día)

Preparación de las lacas:

- Incorporación de los concentrados de pigmento a lo largo de 5 minutos con un vibrador Scandex en los diferentes sistemas de laca
- 25 • Vertido de las lacas diluidas sobre láminas de PE
- Evaluación total visual con respecto a la transparencia y óptica →1-5; (1 = adecuado; 5 = escaso)
- Medición de brillo con Trigloss

ES 2 538 461 T3

Formulación del concentrado de pigmento

12,5 % de negro de humo con 80 % de aditivo fijado sobre pigmento

Materias primas	[g]
Laropal A81 al 60 % en acetato de metoxipropilo	54,1
Dowanol PMA	23,4
Aditivo al 100 %	10,0
Negro de lámpara FW 200 (Relación pigmento/aglutinante 1/3,5)	12,5
	100,0

5 Formulación del concentrado de pigmento

15 % de negro de humo con 60 % de aditivo fijado sobre pigmento

Materias primas	[g]
Laropal A81 al 60 % en acetato de metoxipropilo	53,1
Dowanol PMA	22,9
Aditivo al 100 %	9,0
Negro de lámpara FW 200 (Relación de pigmento/aglutinante 1/3,5)	15,0
	100,0

Formulaciones las lacas transparentes con lacado del concentrado de pigmento en la laca transparente

10 **TPA**

Paraloid B 66	
Paraloid B66 (50 % en xileno)	70,0
Ftalato de diisodecilo	2,0
Xileno	21,8
Dowanol PMA	6,0
BYK-306	0,2
	100,0

Laca transparente (Paraloid B66)	27,5
Concentrado de pigmento	2,5
	30,0
Incorporación del concentrado de pigmento al vibrador	
Xileno	3,0

PUR 2K

15

Macrynal SM 510 / Desmodur N	
Macrynal SM 510 (al 70 % en acetato de butilo)	75,0
Dowanol PMA	5,0
Solvesso 100	5,0
Xileno	6,9
Acetato de butilo	8,0
BYK-306	0,1
	100,0

ES 2 538 461 T3

Solución de endurecedor 2:1 (peso)	
Desmodur N 75	50,0
Acetato de butilo	17,5
Solvesso 100	17,5
Dowanol PMA	5,0
Xileno	10,0
BYK 306	0,1
	100,0

Laca transparente (Macrynal SM 510/Desmodur N	20,0
Concentrado de pigmento	2,0
	22,0
Incorporación del concentrado de pigmento en el vibrador	
Solución de endurecedor	10,0

Sistema de acrilato / melamina

5

Setalux 1756 / Setamine US 138	
Setalux 1756 V V 65	60,0
Setamine US 138	24,0
Solvesso 100	8,0
Xileno	7,8
BYK-310	0,2
	100,0

Laca transparente (Setalux 1756 / Setamine US 138)	25,0
Concentrado de pigmento	2,0
	27,0
Incorporación del concentrado de pigmento en el vibrador	
Solvesso 100	3,0

La laca aplicada se seca después 15 de tiempo de evaporación en 20 minutos a 130 °C.

Epóxido 2K

10

Epikote 1001/ Aradur 115 X 70	
Epikote 1001 (al 75 % en Xileno)	60,0
Xileno	17,0
Dowanol PM	12,8
n-Butanol	10,0
BYK-325	0,2
	100,0

Solución de endurecedor 2:1 (peso)	
Aradur 115 X 70	35,5
Xileno	6,0
Dowanol PM	4,0
n-Butanol	4,5
	50,0

Laca transparente (Epikote 1001 / Aradur 115 X70)	20,0
Concentrado de pigmento	2,0
	22,0
Incorporación del concentrado de pigmento en el vibrador	
Solución de endurecedor	10,0

Resultados:

Óptica en el sistema de laca: 1-5 (1 = adecuada; 5 = escasa)

5 Viscosidad: va = de viscosidad alta; vm = de viscosidad media; vb = de viscosidad baja

Pastas de pigmento con 12,5 % de negro de humo y 80 % de aditivo fijado sobre pigmento

Aditivo	Viscosidad de la pasta durante la dispersión, visualmente	Viscosidad de la pasta tras 1 día, visualmente	Laca para secado al horno/acrilato		Laca para secado al horno/resina alquídica		PUR 2K/SM 510		PUR 2K/Set. 1753		Resina epoxídica 2K	
			Óptica	Brillo	Óptica	Brillo	Óptica	Brillo	Óptica	Brillo	Óptica	Brillo
EX1*	va	mucha va	4	78	3	85	5	79	4	84	5	85
EX2*	va	va	4	81	4	83	4	85	3	85	floculado	82
E2	vm	vm	2	89	2	94	1	90	2	91	2	88
E4	vb	vb	1	86	1	94	1	89	1	92	2	94
E5	vm	vm	1	96	2	89	1	91	2	92	2	98
E8	vb	vb	1	92	2	91	1	94	1	89	1	92
E14	mucha vb	vb	1	94	1	95	1	92	1	93	2	89
E27	mucha vb	mucha vb	1	98	1	96	1	95	1	98	1	95

Pastas de pigmento con 15 % de negro de humo y 60 % de aditivo fijo sobre pigmento

Aditivo	Viscosidad de la pasta durante la dispersión, visualmente	Viscosidad de la pasta tras 1 día, visualmente	Laca para secado al horno/acrilato		Laca para secado al horno/resina alquídica		PUR 2K/SM 510		PUR 2K/Set. 1753		Resina epoxídica 2K	
			Óptica	Brillo	Óptica	Brillo	Óptica	Brillo	Óptica	Brillo	Óptica	Brillo
EX1*	no preparable	no preparable	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
EX2*	no preparable	no preparable	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
E2	vm	va	2	87	3	89	3	84	2	90	3	88
E4	vb	vm	3	82	2	93	2	87	1	87	2	90
E5	vm	vm	2	89	2	91	3	89	2	86	3	86
E8	vm	vm	2	86	3	89	2	91	2	89	2	89
E14	vb	vb	1	94	2	87	1	92	2	91	3	85
E27	mucho vb	vb	1	96	1	95	1	94	1	94	1	91

*: no de acuerdo con la invención

Conclusión de los ensayos en concentrados de pigmento para diferentes sistemas de laca:

5 Los aductos de amina relevantes se caracterizan por una compatibilidad especialmente adecuada en los diferentes sistemas de laca. Las pastas de pigmento correspondientes son de baja viscosidad y pueden incorporarse excelentemente. Es sin más posible preparar pastas de pigmento con un mayor contenido en pigmento. Han de destacarse especialmente el brillo excelentemente bueno y excelente la estabilidad en almacenamiento de los concentrados de pigmento.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de un aducto de amina, en el que se lleva a cabo la reacción de un componente de poliamina (A), de un componente de poliéster (B) así como de un componente de hidrocarburo (C) en relaciones en peso de

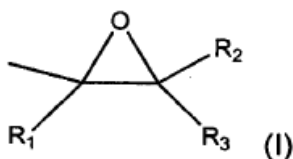
- 5 (A) : (B) = 1 : 1000 a 1 : 1 ,
 (A) : (C) = 1 : 100 a 100 : 1 y
 (B) : (C) = 2 : 1 a 50 : 1

de manera que de acuerdo con la variante de reacción

- 10 i) en primer lugar a partir del componente de poliamina (A) y el componente de poliéster (B) se genera un producto intermedio de reacción (A-B), que a continuación se hace reaccionar con el componente de hidrocarburo (C) o de acuerdo con la variante de reacción
 ii) en primer lugar a partir del componente de poliamina (A) y el componente de hidrocarburo (C) se forma un producto intermedio de reacción (A-C), que posteriormente se hace reaccionar con el componente de poliéster (B) o
 15 de acuerdo con la variante de reacción
 iii) en primer lugar el componente de poliamina (A) se hace reaccionar al mismo tiempo con el componente de poliéster (B) y el componente de hidrocarburo (C),

en el que

- 20 el componente de poliamina (A) se encuentra en forma de compuestos de poliamina orgánicos (A'), que presentan en cada caso al menos tres grupos amino (A'+) seleccionados de grupos amino primarios y secundarios, reactivos en cada caso con el componente de poliéster (B) y el componente de hidrocarburo (C),
 el componente de poliéster (B) se encuentra en forma de compuestos de poliéster (B'), que en cada caso no contienen ningún grupo amino primario así como en cada caso ningún grupo amino secundario, presentan en cada
 25 caso al menos tres grupos éster y contienen en cada caso un grupo de acoplamiento (B'+) presente como grupo carboxilo o grupo anhídrido de ácido carboxílico, reactivo con grupos amino primarios y/o secundarios y
 el componente de hidrocarburo (C) se encuentra en forma de compuestos de hidrocarburo (C') saturados o insaturados, ramificados o no ramificados, que presentan en cada caso un grupo de enlace (C'+), que no contienen en cada caso ningún grupo amino primario, en cada caso ningún grupo amino secundario, en cada caso ningún
 30 grupo carboxilo y en cada caso ningún grupo anhídrido de ácido carboxílico y presentan en cada caso una relación total con respecto a átomos de carbono con respecto a heteroátomos seleccionados del grupo de los elementos O, N, P, S, Si de al menos 2 : 1, presentando los grupos de enlace (C'+) en cada caso la propiedad de reaccionar con grupos amino primarios generando grupos amino secundarios y/o con grupos amino secundarios formando grupos amino terciarios y además se encuentran en cada caso
 35 en forma de una funcionalidad epóxido de fórmula general (I)



con R₁, R₂ y R₃ en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por H y/o por un resto de hidrocarburo C₁-C₁₂ saturado, ramificado o no ramificado,

- 40 en el que el aducto de amina a temperatura ambiente precipita en cada caso en forma sólida así como presenta un intervalo de fusión de 30 a 200 °C y la reacción del componente de poliamina (A), del componente de poliéster (B) así como del componente de hidrocarburo (C) tiene lugar de tal manera que por unidad de peso de componente de poliéster (B) están presentes como máximo 0,8 unidades de peso de otros componentes, que no corresponden a ninguno de los componentes (A), (B) o (C).

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la reacción de (A), (B) así como (C) se lleva a cabo en relaciones en peso de

- (A) : (B) = 1 : 100 a 1 : 4, preferentemente (A) : (B) = 1 : 25 a 1 : 7 y
 (A) : (C) = 1 : 10 a 10 : 1, preferentemente (A) : (C) = 1 : 2 a 2 : 1.

3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** la reacción del componente de poliamina (A), del componente de poliéster (B) así como del componente de hidrocarburo (C) tiene lugar de tal
 50 manera que por unidad de peso de componente de poliéster (B) están presentes como máximo 0,2 unidades de peso de otros componentes, que no corresponden a ninguno de los componentes (A), (B) o (C).

4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la reacción del componente de poliamina (A), del componente de poliéster (B) así como del componente de hidrocarburo (C) tiene lugar en ausencia de disolventes orgánicos.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** al menos el 50 % en peso, preferentemente del 70 al 100 % en peso, de los compuestos de poliéster usados (B') se encuentran en forma de poliésteres de caprolactona lineales, monocarboxifuncionales, que presentan preferentemente en cada caso un peso molecular promedio en peso de 500 a 10.000, preferentemente de 800 a 8.000.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el componente de hidrocarburo (C) contiene al menos el 30 % en peso, preferentemente del 50 al 100 % en peso, de compuestos de hidrocarburo C₆-C₅₀ insaturados (C'), que contienen en cada caso al menos un grupo arilo y/o alquilarilo.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** el componente de hidrocarburo (C) contiene al menos el 30 % en peso, preferentemente del 50 al 100 % en peso, de compuestos de hidrocarburo C₁₀-C₇₀ (C'), que contienen en cada caso al menos un resto alquilo ramificado y/o un resto alqueno ramificado.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** los componentes (A) (B) y (C) se usan en relaciones estequiométricas respectivas tales que en total se hace reaccionar al menos el 50 % en moles, preferentemente del 70 al 100 % en moles de la totalidad de los grupos amino reactivos (A'+) de los compuestos de poliamina (A') usados con los compuestos de poliéster (B') y/o con los compuestos de hidrocarburo (C').
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** el componente de poliéster (B) y el componente de hidrocarburo (C) no reaccionan entre sí en las condiciones de reacción de la reacción.
10. Uso de un aducto de amina sólido, que se ha preparado de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, para aplicaciones, para las que pueden usarse exclusivamente aditivos sólidos, encontrándose estas aplicaciones en forma de aplicaciones para el procesamiento de materiales termoplásticos, aplicaciones de laca en polvo, aplicaciones de material termoendurecible, aplicaciones de tóner o aplicaciones para preparaciones de pigmento sólidas.