

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 604 115**

51 Int. Cl.:

<b>C08G 18/28</b>	(2006.01)
<b>C07C 273/18</b>	(2006.01)
<b>C07C 275/40</b>	(2006.01)
<b>C09D 5/04</b>	(2006.01)
<b>C09D 7/00</b>	(2006.01)
<b>C10M 119/24</b>	(2006.01)
<b>C08L 75/02</b>	(2006.01)
<b>C08L 75/04</b>	(2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.09.2013 PCT/EP2013/002715**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **24.07.2014 WO14111102**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.09.2013 E 13762989 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.09.2016 EP 2931771**

54 Título: **Composición para el control de la reología**

30 Prioridad:

**15.12.2012 EP 12008360**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**03.03.2017**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LEUTFELD, DANIELA;  
NAGELSDIEK, RENÉ;  
OMEIS, JÜRGEN y  
RUDNER, JASMIN**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 604 115 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

Composición para el control de la reología

La presente invención se refiere a una composición así como a su uso y a una preparación que contiene la composición.

5 Para controlar la reología de sistemas líquidos, en particular sistemas de recubrimiento líquidos, se emplean como adyuvantes reológicos principalmente, bentonitas modificadas orgánicamente, ácidos silícicos, aceite de ricino hidrogenado y ceras de poliamida.

10 En el uso de estos adyuvantes reológicos es desventajoso que estos se encuentran, en la mayoría de los casos, en forma de sólidos secos. En consecuencia, dichos adyuvantes reológicos se digieren antes del uso de disolventes y fuerzas de cizallamiento en primer lugar para dar un producto semiacabado. Como alternativa, los adyuvantes reológicos aún no digeridos pueden también emplearse de modo que estos se introducen mediante un control de temperatura dirigido en el sistema de recubrimiento líquido. Si este control de temperatura no tiene lugar según los objetivos previstos, entonces aparecen en el sistema de recubrimiento acabado, normalmente, cristalitas, que pueden llevar a fallos en el recubrimiento.

15 Una desventaja general del uso de estos adyuvantes reológicos es que estos provocan turbiedades y empañamientos (*haze*) en los recubrimientos claros, transparentes. Además es indeseada la relación con productos secos, en forma de polvo, que pueden provocar el desprendimiento de polvo durante el procesamiento.

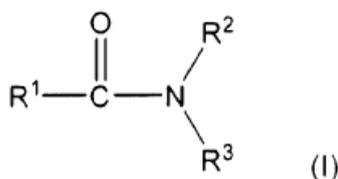
20 Una alternativa de aplicación líquida a estos agentes de control de la reología sólidos la representan soluciones de compuestos de urea especiales. Las soluciones de este tipo se emplean con frecuencia en la práctica y se describen por ejemplo en el documento EP-A- 1 188 779. Como disolvente o medio portador sirven normalmente disolventes polares / apróticos y/o los denominados líquidos iónicos, en cuyo caso se trata de hecho de masas fundidas de sal, que son líquidas en condiciones de temperatura moderadas (principalmente por debajo de 80°C, en el caso ideal a temperatura ambiente). Las propiedades de control reológico de compuestos de urea disueltos son, en la mayoría de los casos, bastante buenas, existiendo sin embargo en muchos casos el deseo de un comportamiento de control reológico aún más optimizado. Un comportamiento optimizado, con frecuencia, no se manifiesta solo en una eficacia reológica mejorada, sino, dado el caso, también en una amplia compatibilidad en formaciones relevantes para la aplicación (por ejemplo aglutinantes).

Por lo tanto, el objetivo de la presente invención es la provisión de un agente de control de la reología correspondientemente valioso desde el punto de vista de la calidad.

30 La solución de este objetivo es una composición que contiene

- i) 15 - 95 % en peso de un compuesto de oxígeno (A),
- ii) 5 - 75 % en peso de un compuesto de urea (B),
- iii) 0 - 50 % en peso de un compuesto ionógeno (C) y
- iv) 0 - 35 % en peso de un disolvente orgánico (D),

35 en la que el compuesto de oxígeno (A) presenta una masa molar de 70 a 600 g/moles así como ningún grupo urea y se encuentra de acuerdo con la fórmula general (I),



con

40  $\text{R}^1$  en cada caso igual o distinto así como representado por hidrógeno y/o un resto orgánico ramificado o no ramificado, saturado o insaturado, que contiene de 1 a 16 átomos de carbono,

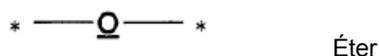
45  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto orgánico ramificado o no ramificado, saturado o insaturado, que presenta de 1 a 12 átomos de carbono en concreto con la condición de que  $\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$  junto con la agrupación CO-N que une  $\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$  puedan formar juntos un ciclo con 4 a 10 átomos de anillo o  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  junto con el átomo de N que une  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  puedan formar juntos un ciclo con 4 a 7 átomos de anillo, presentando la totalidad de los restos  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  en total de 4 a 40 átomos de carbono, en total de 1 a 8 heteroátomos del grupo que consiste en O y N así como en total de 1 a 2 átomos de

oxígeno enlazados a través de enlaces simples, que se encuentran en funciones éter, éster o hidroxilo,

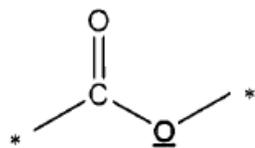
el compuesto de urea (B) presenta una masa molar de 350 a 60000 g/moles así como al menos un grupo urea, el compuesto ionógeno (C) contiene un componente catiónico así como un componente aniónico y se diferencia del compuesto de oxígeno (A) así como del compuesto de urea (B) y

5 el disolvente orgánico (D) no contiene ningún grupo urea así como presenta como máximo dos heteroátomos seleccionados del grupo que consiste en nitrógeno y oxígeno.

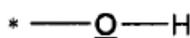
Como se mencionó anteriormente, de acuerdo con la invención son relevantes como “átomos de oxígeno enlazados a través de enlaces simples” exclusivamente aquellos que se encuentran en funciones éter, éster o hidroxilo.



Éter



Éster



Hidroxilo

10

Preferentemente, en el caso de los átomos de oxígeno enlazados a través de enlaces simples se trata de aquellos que se encuentran en funciones éter o éster. (En estos y en todas las demás representaciones de estructuras, junto a los fragmentos de estructura se encuentran los asteriscos “\*” para los sitios de conectividad del fragmento de estructura).

15

Los componentes (A), (B), (C) y/o (D) pueden encontrarse en cada caso en forma de especies de distintos tipos, es decir, como mezclas. La composición de acuerdo con la invención puede contener, además de los componentes (A), (B), (C) y (D) dado el caso también otros constituyentes adicionales.

La determinación de la masa molar de los compuestos de urea de alto peso molecular (B) (aquellos que presentan una masa molar de más de aproximadamente 1000 g/moles) de tiene lugar de manera correspondiente a la siguiente determinación del peso molecular promedio en peso: El peso molecular promedio en peso la media del peso de la distribución de la masa molar determinada por medio de cromatografía de permeación en gel (CPG). La distribución de la masa molar se determina de acuerdo con la norma DIN 55672 parte 2. Como eluyente se usa una solución de bromuro de litio (contenido 5 g/l) en dimetilacetamida. Para la calibración se usan patrones de poli(metacrilato de metilo) de estructura lineal, de distribución estrecha, con pesos moleculares entre 1000000 y 102 g/moles. La temperatura del sistema de CPG en su totalidad (inyector, placas de muestras, detectores y columnas) asciende a 80°C.

20

25

La composición de acuerdo con la invención muestra una eficacia reológica especialmente buena. Por ejemplo, la eficacia reológica de la composición puede determinarse por medio de la resistencia a la fluidez (límite de goteo) de una formulación de laca correspondiente. Además la composición de acuerdo con la invención muestra una amplia compatibilidad (criterio: por ejemplo moteado, empañamiento y/o enturbiamiento en la formulación) en formulaciones relevantes para la aplicación (por ejemplo aglutinantes).

30

Es decisiva en cuanto al rendimiento reológico o la idoneidad como agente de control de la reología, la interacción de dos principios reológicamente activos, en concreto el compuesto de oxígeno (A) y el compuesto de urea (B).

35

En una forma de realización de la invención la composición de acuerdo con la invención contiene

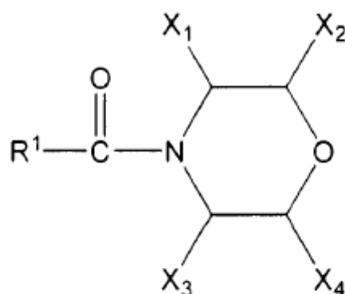
- i) 30 - 80 % en peso del compuesto de oxígeno (A),
- ii) 20 - 55 % en peso del compuesto de urea (B),
- iii) 0 - 15 % en peso del compuesto ionógeno (C) y
- iv) 2 - 25 % en peso del disolvente orgánico (D).

40

La presencia del disolvente (D) es con frecuencia factible, pudiendo prescindirse, como alternativa, también del disolvente. Entonces, por regla general es conveniente cuando la mezcla del compuesto de oxígeno (A) y del compuesto de urea (B) (dado el caso en presencia del compuesto ionógeno (C)) se proporciona en forma líquida.

Una forma de realización potencialmente sin disolvente de este tipo de la composición de acuerdo con la invención contiene normalmente

- (i) 40 - 85 % en peso del compuesto de oxígeno (A),
  - (ii) 15 - 60 % en peso del compuesto de urea (B),
  - (iii) 0 - 5 % en peso de un compuesto ionógeno (C) y
  - (iv) 0 - 25 % en peso del disolvente orgánico (D).
- 5 En una forma de realización típica adicional la composición de acuerdo con la invención contiene
- (i) 45 - 80 % en peso del compuesto de oxígeno (A),
  - (ii) 20 - 55 % en peso del compuesto de urea (B),
  - (iii) 0 - 4 % en peso de un compuesto ionógeno (C) y
  - (iv) 0 - 10 % en peso del disolvente orgánico (D).
- 10 En una forma de realización especialmente típica la composición de acuerdo con la invención contiene
- (i) 50 - 75 % en peso del compuesto de oxígeno (A),
  - (ii) 25 - 50 % en peso del compuesto de urea (B),
  - (iii) 0 - 3 % en peso de un compuesto ionógeno (C) y
  - (iv) 0 - 7 % en peso del disolvente orgánico (D).
- 15 En una forma de realización especial de la invención, la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra de tal manera que R<sup>1</sup> es igual o distinto así como se representa por hidrógeno o por un resto orgánico ramificado o no ramificado, que contiene de 1 a 16 átomos de carbono, preferentemente por un resto alquilo C1-C4 ramificado o no ramificado y R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> junto con el átomo de N que une R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> y un átomo de oxígeno de éter forman juntos un ciclo con 5 a 7 átomos de anillo.
- 20 Entonces, la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra preferentemente de acuerdo con la fórmula general (Ia),



(Ia)

con

- R<sup>1</sup> igual o distinto así como representado por hidrógeno y/o un grupo metilo y
- 25 X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub> y X<sub>4</sub>, en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por hidrógeno y/o un grupo alquilo C1-C8 lineal o ramificado.
- De manera muy especialmente preferente en la fórmula (Ia) R<sup>1</sup> se encuentra como hidrógeno y/o grupo metilo y es válido X<sub>1</sub> = X<sub>2</sub> = X<sub>3</sub> = X<sub>4</sub> = H.
- 30 La preparación de los compuestos de oxígeno (A) respectivos tiene lugar según el tipo de estructura por medio de métodos químico-orgánicos conocidos. De este modo, la preparación de compuestos del tipo (Ia) se describe por ejemplo en el documento GB 2223492, en el documento US 3558619, en el documento US 2472633, en el documento WO 2012/137152, en el documento DE 2445192 y en Tetrahedron 2005, 61 (46), 10903, en Tetrahedron Lett. 2012, 53, 3259, en Tetrahedron Lett. 2010, 51, 2319, en Applied Catalysis A 2003, 255, 23, en Natural Product Research 2009, 23(5), 479 así como en Synth. Commun. 2010, 40(2), 295.

35

5 En una forma de realización especial adicional, la fórmula general (I) para el 50-100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra de tal manera que  $R^1$  es igual o distinto y se representa por un resto orgánico lineal o ramificado que presenta 1 o 2 átomos de oxígeno enlazados mediante enlaces simples, que aparecen en grupos éter y/o grupos éster así como 2 a 16 átomos de carbono y  $R^2$  y  $R^3$  son en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí se representan por un resto hidrocarburo C1 - C8 ramificado o no ramificado, saturado o insaturado.

Entonces, preferentemente la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra de tal manera que  $R^1$  es igual o distinto y se representa de acuerdo con uno o varios de los segmentos de fórmula general del grupo que consiste en (Ib) así como (Ic)



10 con

$R^{11}$  en cada caso igual o distinto así como representado por un resto alquilo C1-C8 lineal o ramificado, resto cicloalquilo C5-C7 o resto fenilo (pudiendo estar también sustituido el resto cicloalquilo o fenilo) así como

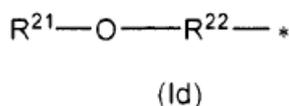
$R^{12}$  en cada caso igual o distinto así como representado por un resto alquileno C2-C8 lineal o ramificado.

15 Preferentemente en los segmentos de fórmula (Ib) y (Ic)  $R^{11}$  representa un resto metilo o etilo y  $R^{12}$  representa un resto alquileno C<sub>4</sub> ramificado o no ramificado.

A este respecto se prefiere muy especialmente el caso de que esté presente el segmento de fórmula (Ib) y  $R^{11}$  represente un grupo metilo y  $R^{12}$  represente un grupo C<sub>4</sub> ramificado.

20 La preparación de los compuestos de oxígeno (A) respectivos tiene lugar según el tipo de estructura por medio de métodos químico-orgánicos conocidos. De este modo, la preparación de compuestos con segmentos del tipo (Ib) o (Ic) se describe por ejemplo en J. of Chemical Education 1982, 59, 1069 así como en el documento DE 3339386 y en el documento US 3417114. También pueden emplearse de manera correspondiente otros métodos convencionales de síntesis orgánica. Un procedimiento es por ejemplo la reacción de un alcohol con un anhídrido de ácido carboxílico cíclico para dar un hemiéster de ácido carboxílico (condiciones de reacción típicas: agitar durante 3 horas a 60°C, catalizadores tales como K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pueden facilitar la reacción), la posterior reacción del grupo ácido del hemiéster de ácido carboxílico con cloruro de tionilo para dar el éster con funcionalidad cloruro de ácido y la posterior reacción del éster con funcionalidad cloruro de ácido con una amina secundaria correspondiente para dar el éster con funcionalidad amida (condiciones de reacción típicas: disponer la amina en un hidrocarburo aromático a temperaturas por debajo de 0°C y posterior reacción con la amina reactiva a temperaturas de como máximo 0°C; aminas terciarias como catalizadores pueden facilitar la reacción). Un procedimiento de producción alternativo es por ejemplo la reacción de una amina secundaria con un anhídrido de ácido carboxílico cíclico para dar una amida de ácido de ácido carboxílico (condiciones de reacción típicas: agitar durante 24 horas a temperaturas por debajo de 40°C), la posterior reacción del grupo ácido de la amida de ácido de ácido carboxílico con cloruro de tionilo para dar la amida con funcionalidad cloruro de ácido así como la reacción de la amida con funcionalidad cloruro de ácido con un alcohol para dar el éster con funcionalidad amida (condiciones de reacción típicas: agitar a temperaturas por debajo de 30°C).

35 Como alternativa, la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra preferentemente de tal manera que  $R^1$  es igual o distinto y se representa de acuerdo con el segmento de fórmula general (Id)



40 con

$R^{21}$  en cada caso igual o distinto así como representado por un resto alquilo C1-C4 lineal o ramificado así como

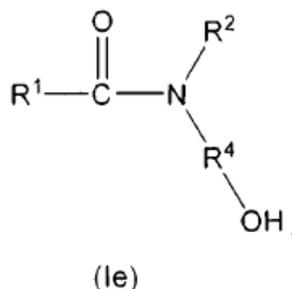
$R^{22}$  en cada caso igual o distinto así como representado por un resto alquileno C2-C6 lineal o ramificado.

45 A este respecto se prefiere especialmente el caso de que en el segmento de fórmula (Id)  $R^{21}$  represente un resto metilo o etilo y  $R^{22}$  represente un resto alquileno C2 a C4 lineal o ramificado. A este respecto, se prefiere muy

especialmente el caso de que en el segmento de fórmula (Id)  $R^{21}$  represente un resto metilo y  $R^{22}$  represente un resto alquileo C2.

La preparación de los compuestos de oxígeno respectivos (A) tiene lugar según el tipo de estructura por medio de métodos químico-orgánicos conocidos. De este modo, la preparación de compuestos con segmentos del tipo (Id) se describe por ejemplo en el documento US 2011/292141, en el documento US 2011/251430 así como en el documento US 2010/076223.

En una forma de realización adicional, la fórmula (I) puede representar lactamas OH-sustituidas, que presentan la fórmula general (Ie)



en la que  $R^1$  forma con  $R^2$  una unidad de alquileo con puente, que junto con la agrupación CO-N que une  $R^1$  y  $R^2$  forma un ciclo que se compone preferentemente de 5 a 7 átomos de anillo, y en la que  $R^4$  representa un resto alquileo C2 a C6.

La preparación de los compuestos de oxígeno respectivos (A) tiene lugar según el tipo de estructura por medio de métodos químico-orgánicos conocidos. De este modo, la preparación de compuestos del tipo (Ie) es por ejemplo posible mediante reacción de lactonas correspondientes con aminoalcoholes (condiciones típicas: calentar lactona y aminoalcohol durante 6 horas a 180°C y a continuación calentar de nuevo 15 horas a 240°C; catalizadores tales como ácido p-toluenosulfónico pueden facilitar la reacción).

La eficacia reológica del compuesto de oxígeno (A) se aumenta aún claramente mediante la presencia del compuesto de urea (B). A este respecto el compuesto de urea (B) es como tal así mismo reológicamente activo.

En una forma de realización especialmente preferida de la invención, el 70 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) presenta o bien al menos dos grupos urea o bien al menos un grupo urea y al menos un grupo uretano.

Con frecuencia el 50 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) se encuentra de acuerdo con la fórmula general (II)



con

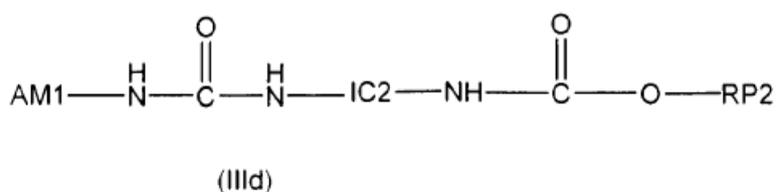
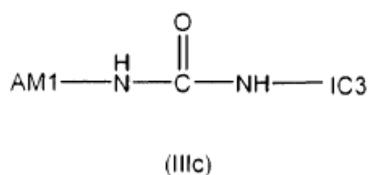
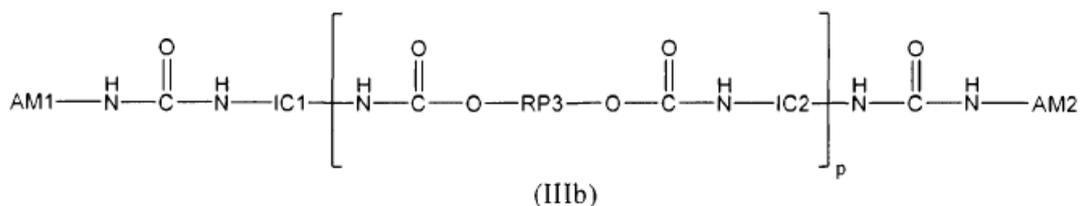
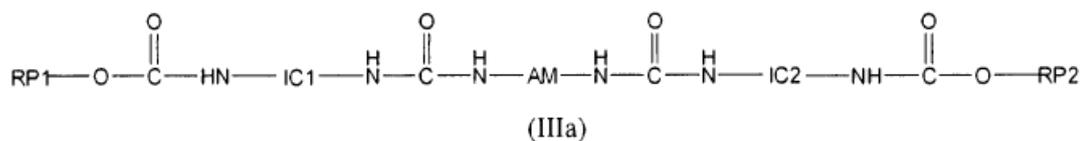
$R^{31}$  y  $R^{32}$  en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto orgánico ramificado o no ramificado, saturado o insaturado, que contiene 1 - 100 átomos de carbono, que presenta como máximo en cada caso un grupo urea y como máximo en cada caso un grupo uretano,  $R^{33}$  y  $R^{34}$  en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por restos poliéster ramificados o no ramificados que contienen 1 - 300 átomos de carbono, que contienen opcionalmente grupos éter, restos poliéster ramificados o no ramificados que contienen 2 - 300 átomos de carbono, restos poliamida ramificados o no ramificados que contienen 1 - 300 átomos de carbono, restos polisiloxano que contienen de 3 a 100 átomos de silicio, restos alquileo C2-C22 ramificados o no ramificados, restos alquilenilo C3-C18 ramificados o no ramificados, restos arileno C5-C12 y/o restos arilalquileo C7-C22 ramificados o no ramificados,

Z y W en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por NH-CO-O y/o NH-CO-NH,

n en cada caso igual o distinto así como representado por un número entero de 1 a 150, preferentemente de 2 a 120.

En una forma de realización especial de la invención el 50 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) presenta en cada caso un peso molecular de 2000 a 55000 así como 4-150 grupos urea.

En una forma de realización típica de la invención, el 50 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) se encuentra en cada caso de acuerdo con una de las fórmulas generales seleccionadas del grupo que consiste en (IIIa), (IIIb), (IIIc) y (IIId)



5 con

AM igual o distinto así como representado por un resto orgánico lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 2 a 50 átomos de C,

10 AM1 así como AM2 en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto orgánico lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 1 a 50 átomos de C, pudiendo presentar este resto orgánico también otros grupos funcionales tales como funciones hidroxilo o amino,

IC1 así como IC2 en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 2 a 40 átomos de C,

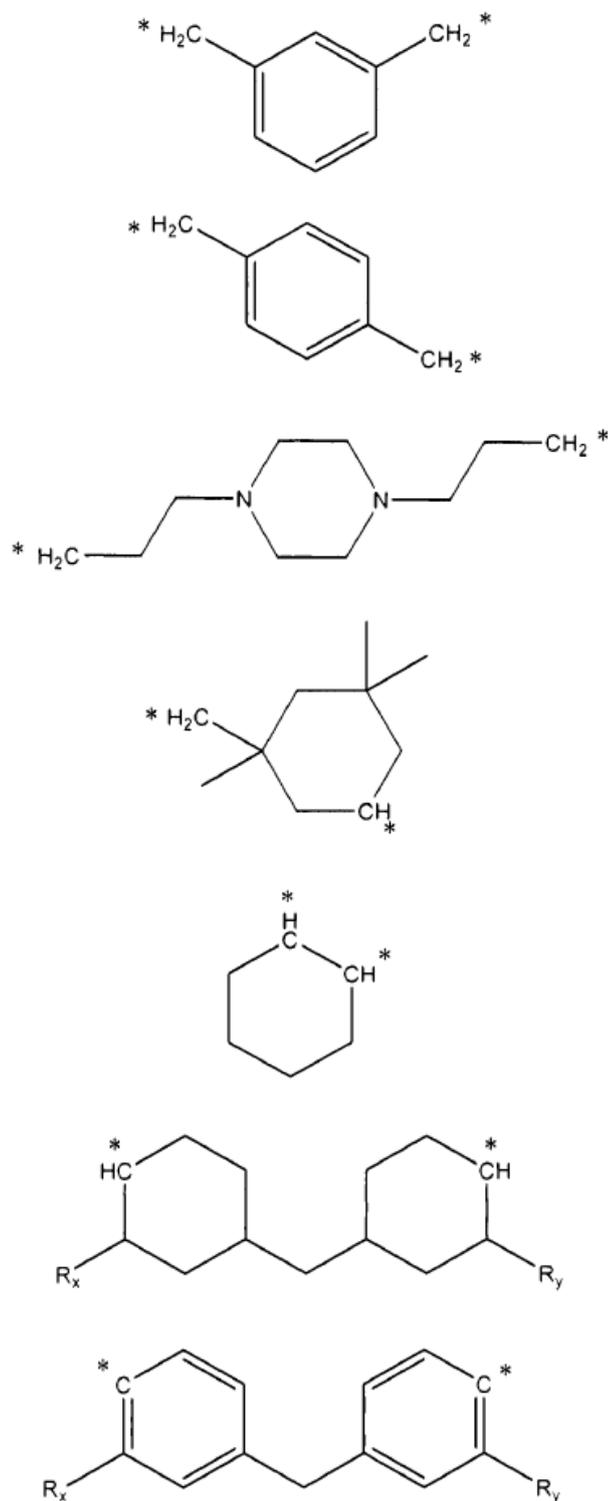
15 IC3 igual o distinto así como representado por un resto hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 2 a 24 átomos de carbono,

20 RP1 así como RP2 en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto orgánico lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 1 a 24 átomos de C y/o por un resto poliéter con 1 a 120 átomos de oxígeno de éter y/o por un resto poliéster que contiene opcionalmente grupos éter con 1 a 100 grupos éster y/o por un resto poliamida con 1 a 100 grupos amida y/o por un resto polisiloxano con 3 a 100 átomos de silicio,

25 RP3 igual o distinto así como representado por un resto hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 2 a 24 átomos de C y/o por un resto (poli)éter con 1 a 120 átomos de oxígeno de éter y/o por un resto poliamida con 1 a 100 grupos amida y/o por un resto polisiloxano con 3 a 100 átomos de silicio y/o por un resto poliéster que contiene opcionalmente grupos éter con 1 a 100 grupos éster y

p igual o distinto así como representado por 0 y/o 1.

Entonces, preferentemente el 70 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) se encuentra en cada caso de acuerdo con una de las fórmulas generales seleccionadas del grupo que consiste en (IIIa), (IIIb), (IIIc) y (IIIId), en las que AM es igual o distinto así como se selecciona del grupo que consiste en

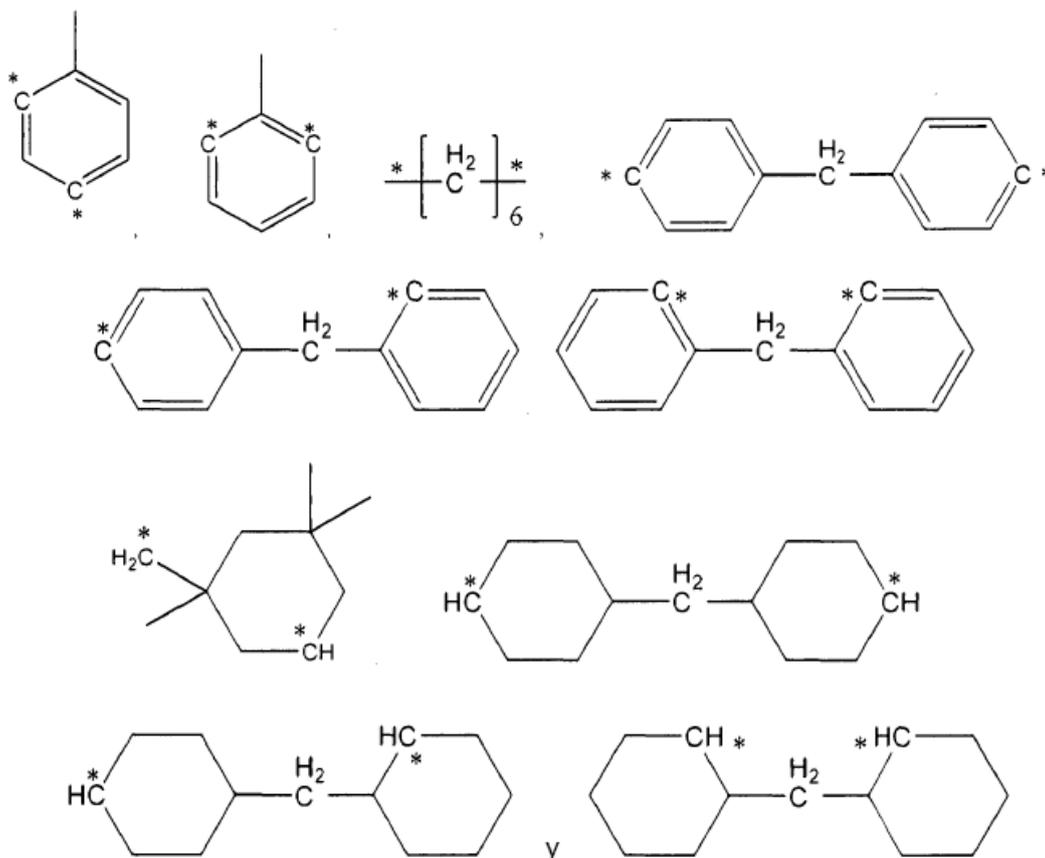


5

10

con  $R_x$  y  $R_y$  iguales o distintos así como en cada caso independientemente representados por  $CH_3$  y/o hidrógeno,  $(CH_2)_q$  con  $q$  igual o distinto así como representado por un número entero de 2 a 12, AM1 y AM2 en cada caso iguales o distintos así como se seleccionan del grupo que consiste en n-propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, terc-butilo, laurilo, oleílo, estearilo, poliisobutileno y poliéter con 2 a 40 átomos de oxígeno de éter, bencilo, metilbencilo, ciclohexilo, carboxialquilo, hidroxialquilo y alquilalcoxisilano.

IC1 e IC2 en cada caso iguales o distintos así como se seleccionan del grupo que consiste en



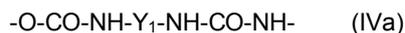
5 IC3 igual o distinto así como se selecciona del grupo que consiste en metilo, etilo, fenilo, bencilo, ciclohexilo y estearilo,

RP1 y RP2 en cada caso iguales o distintos así como se seleccionan del grupo que consiste en alquilo C1 a C18 ramificado o no ramificado, oleílo, bencilo, alilo, preferentemente unidades estructurales de resto poliéter que contiene óxido de etileno, óxido de propileno y/u óxido de butileno y unidades estructurales de resto poliéster que contiene épsilon-caprolactona y/o delta-valerolactona,

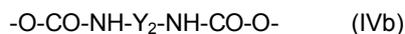
10 RP3 igual o distinto así como se selecciona del grupo que consiste en alquileno C1 a C18 lineal o ramificado, alquenileno C2 a C18 lineal o ramificado, preferentemente unidades estructurales de poliéter que contiene óxido de etileno, óxido de propileno y/u óxido de butileno con 1 a 25 átomos de oxígeno de éter.

15 En una forma de realización especial, el 70 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) puede prepararse en cada caso mediante reacción de isocianatos oligomerizados mediante formación de isocianurato y/o uretdiona con aminas monofuncionales.

En una forma de realización especial de la invención, el 95 - 100 % en peso, preferentemente el 98 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) contiene en cada caso al menos un segmento molecular de fórmula general (IVa)



20 con  
Y<sub>1</sub> igual o distinto así como representado por un resto hidrocarburo saturado o insaturado, ramificado o no ramificado que contiene de 6 a 20 átomos de carbono,  
y en cada caso ningún segmento molecular de fórmula general (IVb)



25 con  
Y<sub>2</sub> igual o distinto así como representado por un resto hidrocarburo saturado o insaturado, ramificado o no ramificado que contiene de 6 a 20 átomos de carbono.

La preparación de los compuestos de urea (B) puede tener lugar de manera conocida mediante reacción de isocianatos correspondientes con aminas. Procedimientos de preparación para compuestos de urea de este tipo se

describen por ejemplo en detalle en los documentos EP 0006252, DE 2822908, DE 10241853, DE 19919482, EP 1188779, DE 102008059702. La preparación de compuestos de poliurea en particular de alto peso molecular se publica por ejemplo en el documento EP 2292675. Preferentemente, la preparación del compuesto de urea (B) tiene lugar también de acuerdo con estos procedimientos de preparación mencionados; composiciones preferidas para el control de la reología son por lo tanto también aquellas en las que el componente de urea (B) se obtuvo de acuerdo con un procedimiento de preparación de este tipo.

En una forma de realización de la invención la composición de acuerdo con la invención contiene el 0,5 - 4,0 % en peso del compuesto ionógeno (C), encontrándose el 50 - 100 % en peso del compuesto ionógeno (C) como sales de cationes de los grupos principales I e II (metales alcalinos y alcalinotérreos) o de iones amonio, preferentemente como sales de litio, calcio o magnesio, de manera especialmente preferente como sal de litio o de calcio, y se encuentra como anión del compuesto ionógeno preferentemente un anión monovalente, en particular preferentemente un haluro, pseudohaluro, formiato, acetato y/o nitrato, de manera muy especialmente preferente un cloruro, acetato y/o nitrato.

La composición de acuerdo con la invención es adecuada preferentemente para el control de la reología, en particular para la tixotropización, de sistemas líquidos.

La invención se refiere además al uso de la composición de acuerdo con la invención para el control de la reología, en particular para la tixotropización, de una mezcla líquida. Esta mezcla se encuentra preferentemente como recubrimiento, en particular como laca, como formulación de plástico, como pasta de pigmento, como formulación de sellante, como cosméticos, como formulación de cerámica, como formulación de adhesivo, como masa de relleno, como formulación de material de construcción, como lubricante, como emplaste, como tinta de impresión o como tinta (por ejemplo como tinta de inyección).

Por último la presente invención se refiere a una preparación, que se encuentra como laca, como formulación de plástico, como pasta de pigmento, como formulación de sellante, como cosméticos, como formulación de cerámica, como formulación de adhesivo, como masa de relleno, como formulación de material de construcción, como lubricante, como emplaste, como tinta de impresión o como tinta y a la que se ha añadido del 0,1 al 7,5 % en peso de la composición de acuerdo con la invención. Una forma de realización especialmente preferida de la invención se refiere a una preparación correspondiente, a la que se ha añadido del 0,2 al 5 % en peso, de manera especialmente preferente del 0,3 al 4 % en peso, de la composición de acuerdo con la invención.

En este sentido se prefiere especialmente el uso de la composición de acuerdo con la invención como agente de control de la reología, preferentemente como agente tixotrópico, para el control de la reología de lacas, tintas de impresión, tintas (tales como por ejemplo tintas de inyección), formulaciones de plástico, preparaciones de cosméticos, formulaciones de materiales de construcción, lubricantes y/o adhesivos.

En el caso de las lacas, tintas de impresión y tintas (de inyección) puede tratarse tanto de lacas que contienen disolvente como lacas libres de disolvente o a base de agua, tintas de impresión y tintas de inyección. Las lacas pueden emplearse en los más diversos campos de aplicación, entre otros, en el campo de lacas para automóviles, lacas para construcciones, lacas protectoras (entre otros, lacado de embarcaciones y puentes), lacas para latas y bobinas, lacas para madera y muebles, lacas industriales, lacados de plástico, lacas para cables, recubrimientos de alimentos y semillas así como también como los denominados *Color Resists*, que se emplean para filtros de color por ejemplo en pantallas LC. El campo de aplicación de las lacas abarca también materiales pastosos, que presentan, por regla general, un porcentaje muy alto de sólido y un porcentaje bajo de componentes líquidos, por ejemplo las denominadas pastas de pigmento o también pastas a base de partículas de metal finamente distribuidas o polvos de metal (por ejemplo a base de plata, cobre, zinc, aluminio, bronce, latón).

En el caso de las formulaciones de plástico puede tratarse de los materiales de partida (líquidos) para la producción de materiales de plástico, que se convierten mediante un proceso químico de reticulación ("endurecimiento" en un durómero). Preparaciones de plástico preferidas son por lo tanto resinas de poliéster insaturadas, resinas de éster vinílico, resinas de acrilato, resinas de epóxido, resinas de poliuretano, resinas de formaldehído (tales como melamina-formaldehído o urea-formaldehído). Estas pueden endurecerse en las más diversas condiciones, tal como por ejemplo a temperatura ambiente (sistemas de endurecimiento en frío) o a temperatura elevada (sistemas de endurecimiento en caliente), dado el caso también con aplicación de presión (aplicación "*Closed Mold*", *Sheet Molding Compound* o *Bulk Molding Compound*). Entre las formulaciones de plástico preferidas figuran también plastisoles de PVC.

En el caso de las preparaciones cosméticas puede tratarse de diversas composiciones líquidas, que se emplean en el denominado campo del cuidado personal o también sanitario, así como por ejemplo lociones, cremas, pastas (por ejemplo pasta dental), espumas (por ejemplo espuma de afeitar), geles (por ejemplo gel de afeitar, gel de ducha, principios activos farmacéuticos en formulación en forma de gel), champú para el cabello, jabones líquidos, lacas de uñas, barras de labios, colorantes para el cabello.

En el caso de las formulaciones de materiales de construcción puede tratarse de materiales líquidos o pastosos durante el procesamiento, que se emplean en el sector de la construcción y se vuelven sólidos después del

endurecimiento, tal como por ejemplo aglutinantes hidráulicos tales como hormigón, cemento, mortero, adhesivo para baldosas, yeso.

5 En el caso de los lubricantes se trata de agentes que se emplean para la lubricación, es decir que sirven para la reducción de la fricción y el desgaste, así como para la transmisión de fuerza, enfriamiento, amortiguación de vibraciones, efecto de sellado y la protección frente a la corrosión, prefiriéndose en este caso lubricantes líquidos y grasas lubricantes. También los agentes lubricantes y fluidos de perforación (“*drilling fluids*”, tal como se emplean en la extracción de petróleo) figuran, según la definición, entre los lubricantes.

10 En el caso de los adhesivos puede tratarse de todos los materiales de proceso líquidos en las condiciones de procesamiento, que pueden unir piezas de unión por adherencia superficial y fuerza interior. Los adhesivos pueden contener disolvente, estar libres de disolvente o ser a base de agua.

A continuación se explicará en detalle la presente invención adicionalmente por medio de Ejemplos.

### Ejemplos

Síntesis de los agentes de control de la reología

#### Materias primas usadas en la síntesis:

Desmodur T80	Mezcla isomérica de 2,4-/2,6-diiisocianato-tolueno, empresa Bayer AG
DesmodurT65	Mezcla isomérica de 2,4-/2,6-diiisocianato-tolueno, empresa Bayer AG
Poliglicol B11/50	Copolímero estadístico de óxido de etileno / óxido de propileno-monobutil éter con un índice de hidroxilo (DIN 53240) de 33 mg de KOH/g, empresa Clariant
DMSO	Dimetilsulfóxido, empresa Merck KGaA

15 Determinación del peso molecular:

El peso molecular promedio en peso es la media de peso de la distribución de la masa molar determinada por medio de cromatografía de permeación en gel (CPG). La distribución de la masa molar se determina según la norma DIN 55672 parte 2. Como eluyente se usa una solución de bromuro de litio (contenido 5 g/L) en dimetilacetamida. Para la calibración se usan patrones de poli(metacrilato de metilo) de distribución estrecha, de construcción lineal con pesos moleculares entre 1000000 y 102 g/moles. La temperatura del sistema de CPG en su totalidad (inyector, placa de muestras, detectores y columnas) asciende a 80°C.

20 Los datos de porcentaje son, siempre que no se indique lo contrario, porcentajes en peso. Con la expresión “compuesto de urea” se designan en cada caso los compuestos de urea de acuerdo con la invención (B).

### 25 **Ejemplo comparativo A-V1 (de acuerdo con el estado de la técnica)**

Etapa 1:

30 En un recipiente de reacción (matraz redondo con agitador, refrigerador de reflujo y embudo de decantación) se disponen bajo atmósfera de nitrógeno 69,6 g (0,4 moles) de Desmodur T80 y se dosifican 145,6 g (0,2 moles) de un poliéster de 5 moles de  $\epsilon$ -caprolactona y 1 mol de 1-decanol con agitación en el plazo de 45 minutos. La temperatura se mantiene a este respecto por debajo de 45 °C. Tras finalizar la adición se agita durante 2 horas más a 60°C.

Etapa 2:

35 En un segundo recipiente de reacción (matraz redondo con agitador, refrigerador de reflujo y embudo de decantación) se disuelven bajo atmósfera de nitrógeno y agitación 12,6 g (0,3 moles) de LiCl en 1075,6 g de N-etilpirrolidona. Después se añaden 41,1 g (0,3 moles) de meta-xililendiamina y la solución se calienta a 60 °C. A continuación se añade gota a gota la mezcla de reacción completa obtenida en la Etapa 1 con agitación en el plazo de 90 minutos de modo que la temperatura no aumenta por encima de 65 °C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 60 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y viscoso. El peso molecular promedio en peso asciende a 12500 g/moles.

### **Ejemplo comparativo A-V2 (de acuerdo con el estado de la técnica):**

40 Etapa 1:

En primer lugar se prepara un monoadducto de isocianato de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de Desmodur T80 y Poliglicol B11/50.

Etapa 2:

45 En un recipiente de reacción (matraz redondo con agitador, refrigerador de reflujo y embudo de decantación) se disuelven bajo atmósfera de nitrógeno y agitación 3,8 g (0,09 moles) de LiCl en 250,8 g de DMSO. Después se añaden 10,3 g (0,075 moles) de meta-xililendiamina y la mezcla clara se calienta a 60 °C. A continuación se añade

gota a gota una mezcla de 10,4 g (0,06 moles) de Desmodur T65 y 38,2 g (0,03 moles) del monoadducto de la Etapa 1 con agitación en el plazo de 1 hora de modo que la temperatura no aumenta por encima de 65 °C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 60 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y líquido. El peso molecular promedio en peso asciende a 15000 g/moles.

#### 5 **Ejemplo comparativo A-V3:**

Etapa 1:

En primer lugar se prepara un monoadducto de isocianato de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de Desmodur T80 y un butoxipolialquilenglicol (Poliglicol B11/50, Clariant).

Etapa 2:

10 En un recipiente de reacción se disuelven bajo atmósfera de nitrógeno y agitación 3,8 g (0,09 moles) de LiCl en 250,8 g de 1,1,1,3,3,3-hexafluoropropan-2-ol. Después se añaden 10,3 g (0,075 moles) de meta-xililendiamina y la mezcla clara se calienta a 60 °C. A continuación se añade gota a gota una mezcla de 10,4 g (0,06 moles) de Desmodur T65 y 38,2 g (0,03 moles) del monoadducto de la Etapa 1 con agitación en el plazo de 1 hora de modo que la temperatura no aumenta por encima de 65 °C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción  
15 durante 3 horas a 60 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y líquido. El peso molecular promedio en peso asciende a 15000 g/moles.

#### **Ejemplo A1:**

Etapa 1:

20 En un recipiente de reacción (matraz redondo con agitador, refrigerador de reflujo y embudo de decantación) se disponen bajo atmósfera de nitrógeno 69,6 g (0,4 moles) de Desmodur T80 y se dosifican 145,6 g (0,2 moles) de poliéster de 5 moles de ε-caprolactona y 1 mol de 1-decanol con agitación en el plazo de 45 minutos. La temperatura se mantiene a este respecto por debajo de 45 °C. Tras finalizar la adición se agita durante 2 horas más a 60°C.

Etapa 2:

25 En un segundo recipiente de reacción (matraz redondo con agitador, refrigerador de reflujo y embudo de decantación) se disuelven bajo atmósfera de nitrógeno y agitación 12,6 g (0,3 moles) de LiCl en 502,3 g de 5-(dimetilamino)-2-metil-5-oxopentanoato de metilo y 573,3 g de N-etilpirrolidona. Después se añaden 41,1 g (0,3 moles) de meta-xililendiamina y la solución se calienta a 60 °C. A continuación se añade gota a gota la mezcla de reacción obtenida en la Etapa 1 con agitación en el plazo de 90 minutos, de modo que la temperatura no aumenta por encima de 65 °C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a  
30 obtiene un producto claro, incoloro y viscoso. El peso molecular promedio en peso asciende a 12500 g/moles.

#### **Ejemplo A2:**

Etapa 1:

35 En un recipiente de reacción (matraz redondo con agitador, refrigerador de reflujo y embudo de decantación) se disponen bajo atmósfera de nitrógeno 69,6 g (0,4 moles) de Desmodur T80 y 145,6 g (0,2 moles) de poliéster de 5 moles de ε-caprolactona y 1 mol de 1-decanol con agitación en el plazo de 45 minutos. La temperatura se mantiene a este respecto por debajo de 45 °C. Tras finalizar la adición se agita durante 2 horas más a 60°C.

Etapa 2:

40 En un segundo recipiente de reacción se disuelven bajo atmósfera de nitrógeno y agitación 12,6 g (0,3 moles) de LiCl en 574,8 g de 5-(dimetilamino)-2-metil-5-oxopentanoato de metilo y 500,8 g de DMSO. Después se añaden 41,1 g (0,3 moles) de meta-xililendiamina y la solución se calienta a 60 °C. A continuación se añade gota a gota la mezcla de reacción obtenida en la Etapa 1 con agitación en el plazo de 90 minutos, de modo que la temperatura no aumenta por encima de 65 °C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a  
60 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y viscoso. El peso molecular promedio en peso asciende a 12500 g/moles.

#### 45 **Ejemplo A3:**

Etapa 1:

En primer lugar se prepara un monoadducto de isocianato de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de Desmodur T80 y un butoxipolialquilenglicol (Poliglicol B11/50, Clariant).

## Etapa 2:

5 En un recipiente de reacción se disuelven bajo atmósfera de nitrógeno y agitación 3,8 g (0,09 moles) de LiCl en 133,7 g de acetilmorfolina y 117,1 g de dimetilsulfóxido. Después se añaden 10,3 g (0,075 moles) de metaxililendiamina y la mezcla clara se calienta a 60 °C. A continuación se añade gota a gota una mezcla de 10,4 g (0,06 moles) de Desmodur T65 y 38,2 g (0,03 moles) del monoadducto de la Etapa 1 con agitación en el plazo de 1 hora de modo que la temperatura no aumenta por encima de 65 °C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 60 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y líquido. El peso molecular promedio en peso asciende a 15000 g/moles.

**Ejemplo comparativo B-V1 (de acuerdo con el estado de la técnica):**

## 10 Etapa 1:

En primer lugar se preparan 25,74 g de un monoadducto de diisocianato de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de 15,3 g de polietilenglicolmonobutil éter con un índice de hidroxilo de 220 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN / ISO 4629) y 20,88 g de una mezcla del 15% de 2,4-tolulendiisocianato y 85% de 2,6-tolulendiisocianato.

## 15 Etapa 2:

Un matraz de cuatro bocas se dota de agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo. Se disponen 48,6 g 1-dodecilpirrolidin-2-ona y bajo atmósfera de nitrógeno con agitación se calienta a 120°C. Se añaden 2,58 g de cloruro de litio y se disuelve a esta temperatura con agitación en 1 hora. A continuación se baja la temperatura a 80°C. Se añaden 4,08 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla.

20 El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas más a 80 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y ligeramente viscoso. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo comparativo B-V2 (de acuerdo con el estado de la técnica):**

## 25 Etapa 1

30 Un matraz de cuatro bocas se dota de agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo. Se disponen 74,47 g de una mezcla de isocianato del 30% de 2,4-tolulendiisocianato y 70% de 2,6-tolulendiisocianato a 25°C bajo atmósfera de nitrógeno y se dosifican 136,96 g de un polietilenglicolmonobutil éter con un índice de hidroxilo de 175 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN / ISO 4629) en el plazo de 90 minutos con agitación de modo que la temperatura no supera 30°C.

Después de 3 horas de tiempo de reacción posterior a 30°C se genera un líquido viscoso claro con un contenido en NCO del 8,35% (determinado según la norma DIN EN ISO 9369).

## Etapa 2

35 En un segundo recipiente de reacción análogo se calientan 393,7 g de N-etilpirrolidona con agitación a 80°C. Al alcanzarse la temperatura se añaden 21,93 g de cloruro de litio y se disuelven con agitación en 1 hora.

40 A continuación se añaden 29,1 g de m-xililendiamina y se homogeneiza. El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas más a 80 °C. Se obtiene un producto incoloro, ligeramente turbio. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo comparativo B-V3 (de acuerdo con el estado de la técnica):**

## Etapa 1

45 En primer lugar se preparan de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 64,86 g de un monoadducto de un polietilenglicolmonobutil éter con un índice de hidroxilo de 220 mg de KOH/g y una mezcla del 30% de 2,4-tolulendiisocianato y 70% de 2,6-tolulendiisocianato.

## Etapa 2

Además se preparan 27,8 g de un monoadducto de un polietilenglicolmonoetil éter con un índice de hidroxilo de 220 mg de KOH/g y una mezcla del 30% de 2,4-tolulendiisocianato y 70% de 2,6-tolulendiisocianato de acuerdo con el documento de patente EP 1188779. A continuación se mezclan la Etapa 1 y la Etapa 2.

50

## Etapa 3

En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 168,0 g de N-etilpirrolidona con agitación a 80°C. Al alcanzarse la temperatura se añaden 4,64 g de cloruro de litio y después se disuelve 1 hora con agitación a 80°C.

- 5 A continuación se añaden 14,69 g de m-xililendiamina y se homogeneiza.

La mezcla de aducto de isocianato preparada de antemano (Etapa 1 + Etapa 2) se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C.

- 10 Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción 3 horas a 80 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y ligeramente viscoso. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo comparativo B-V4 (de acuerdo con el estado de la técnica):**

## Etapa 1

- 15 En primer lugar se preparan 436,8 g de un monoaducto de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de un polietilenglicolmonometil éter con un índice de OH de 125 y una mezcla del 35% de 2,4-toluilendiisocianato y 65% de 2,6-toluilendiisocianato.

## Etapa 2

- 20 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 1195,48 g de dimetilsulfóxido con agitación a 120°C y al alcanzarse la temperatura se mezclan con 27,95 g de cloruro de litio. El cloruro de litio se disuelve después en el plazo de 1 hora a 120°C con agitación. A continuación se baja la temperatura a 80°C.

- 25 Se añaden 47,60 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla. El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 80°C. Se obtiene un producto claro, amarillo y ligeramente viscoso. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo comparativo B-V5 (de acuerdo con el estado de la técnica):**

## Etapa 1

- 30 En primer lugar se preparan 90,00 g de un monoaducto de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de alcohol laurílico y 2,6-toluilendiisocianato. El producto de reacción es ceroso y tiene un contenido en NCO del 11,1 %.

## Etapa 2

- 35 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 496,9 g de N-etilpirrolidona con agitación a 80°C. Al alcanzarse la temperatura se añaden 17,2 g de cloruro de litio y después se disuelven en 1 hora con agitación. A continuación se baja la temperatura a 80°C. Se añaden 17,0 g de m-xililendiamina y se homogeneiza. El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se funde y se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas más a 80°C. Se obtiene un producto claro, de color parduzco. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

- 40 **Ejemplo comparativo B-V6 (de acuerdo con el estado de la técnica):**

En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 273 g de N-metilpirrolidona a 80°C, se mezclan con 21,5 g de cloruro de litio y se agita durante 1 hora. La solución de cloruro de litio es clara.

- 45 A continuación se baja la temperatura a 60°C y la solución de cloruro de litio se mezcla con 53,5 g de bencilamina y se homogeneiza. Después de 5 minutos se añaden gota a gota 42,0 g de hexametildiisocianato a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no aumenta por encima de 65°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas más a 80°C. Se obtiene un producto amarillo, de baja viscosidad. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo comparativo B-V7 (de acuerdo con el estado de la técnica):**

## Etapa 1

5 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se disponen 17,4 g de 2,6-toluilendiisocianato a 20°C y se dosifican 107,8 g de un butoxipoli(etilenglicol-co-propilenglicol) con una relación de óxido de etileno / óxido de propileno de 1:1 y con un índice de hidroxilo de 52 mg de KOH/g en el plazo de 90 minutos con agitación de modo que la temperatura no supera 30°C. Después de 3 horas de tiempo de reacción posterior se genera un líquido viscoso claro con un contenido en NCO del 3,1%.

## Etapa 2

10 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 165,2 g de dimetilsulfóxido con agitación a 80°C. Al alcanzarse la temperatura se añaden 2,15 g de cloruro de litio y después se disuelven en 1 hora con agitación.

15 A continuación se baja la temperatura a 80°C. Se añaden 8,4 g de hexametildiamina y se homogeneiza la mezcla. El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 80°C. Se obtiene un producto claro, incoloro y ligeramente viscoso. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo B1**

## Etapa 1:

20 En primer lugar se preparan 25,74 g de un monoadducto de diisocianato de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de 15,3 g de polietilenglicolmonobutil éter con un índice de hidroxilo de 220 mg de KOH/g (determinado de manera análoga a la norma DIN / ISO 4629) y 20,88 g de una mezcla del 15% de 2,4-toluilendiisocianato y 85% de 2,6-toluilendiisocianato.

## Etapa 2:

25 Un matraz de cuatro bocas se dota de agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo. Se disponen 8,1 g de 1-dodecilmorfolidina-2-ona y 40,5 g de acetilmorfolina y bajo atmósfera de nitrógeno con agitación se calienta a 120°C. Se añaden 2,58 g de cloruro de litio y se disuelve a esta temperatura con agitación en 1 hora. A continuación se baja la temperatura a 80°C. Se añaden 4,08 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla.

30 El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas más a 80 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y ligeramente viscoso. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo B2**

## Etapa 1

35 Un matraz de cuatro bocas se dota de agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo. Se disponen 74,47 g de una mezcla de isocianato del 30% de 2,4-toluilendiisocianato y 70% de 2,6-toluilendiisocianato a 25°C bajo atmósfera de nitrógeno y se dosifican 136,96 g de un polietilenglicolmonobutil éter con un índice de hidroxilo de 175 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN / ISO 4629) en el plazo de 90 minutos con agitación de modo que la temperatura no supera 30°C.

40 Después de 3 horas de tiempo de reacción posterior a 30°C se genera un líquido viscoso claro con un contenido en NCO del 8,35% (determinado según la norma DIN EN ISO 9369).

## Etapa 2

En un segundo recipiente de reacción análogo se calientan 164,04 g de N-etilpirrolidona y 229,66 g formilmorfolina con agitación a 80°C. Al alcanzarse la temperatura se añaden 21,93 g de cloruro de litio y se disuelven con agitación en 1 hora.

45 A continuación se añaden 29,1 g de m-xililendiamina y se homogeneiza. El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas más a 80 °C. Se obtiene un producto incoloro, ligeramente turbio. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

50

**Ejemplo B3**

## Etapa 1

5 En primer lugar, de acuerdo con el documento de patente EP 1188779, se preparan 64,86 g de un monoadocto de un polietilenglicolmonobutil éter con un índice de hidroxilo de 220 mg de KOH/g y una mezcla del 30% de 2,4-toluilendiisocianato y el 70% de 2,6-toluilendiisocianato.

## Etapa 2

Además se preparan 27,8 g de un monoadocto de un polietilenglicolmonoetil éter con un índice de hidroxilo de 220 mg de KOH/g y una mezcla del 30% de 2,4-toluilendiisocianato y 70% de 2,6-toluilendiisocianato de acuerdo con el documento de patente EP 1188779. A continuación se mezclan la Etapa 1 y la Etapa 2.

## 10 Etapa 3

15 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 84,0 g de N-etilpirrolidona y 84 g de 5-(dimetilamino)-2-metil-5-oxopentanoato de metilo con agitación a 80°C. Al alcanzarse la temperatura se añaden 4,64 g de cloruro de litio y después se disuelven durante 1 hora con agitación a 80°C. A continuación se añaden 14,69 g de m-xililendiamina y se homogeneiza. La mezcla de aducto de isocianato preparada de antemano (Etapa 1 + Etapa 2) se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C.

Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 80 °C. Se obtiene un producto claro, incoloro y ligeramente viscoso. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

20 **Ejemplo B4**

## Etapa 1

En primer lugar se preparan 436,8 g de un monoadocto de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de un polietilenglicolmonometil éter con un índice de OH de 125 y una mezcla del 35% de 2,4-toluilendiisocianato y 65% de 2,6-toluilendiisocianato.

## 25 Etapa 2

30 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 341,57 g de dimetilsulfóxido, 341,57 g de 5-(dimetilamino)-2-metil-5-oxopentanoato de metilo y 312,35 g de acetilmorfolina con agitación a 120°C y al alcanzarse la temperatura se mezclan con 27,95 g de cloruro de litio. El cloruro de litio se disuelve después en el plazo de 1 hora a 120°C con agitación. A continuación se baja la temperatura a 80°C

35 Se añaden 47,60 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla. El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 80°C. Se obtiene un producto claro, amarillo y ligeramente viscoso. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo B5**

## Etapa 1

40 En primer lugar se preparan 436,8 g de un monoadocto de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 de un polietilenglicolmonometil éter con un índice de OH de 125 y una mezcla del 35% de 2,4-toluilendiisocianato y 65% de 2,6-toluilendiisocianato.

## Etapa 2

45 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 161,40 g de etilsulfato de 1-etil-3-metil-imidazolío (Basionic LQ01 de BASF), 807,00 g de 5-(dimetilamino)-2-metil-5-oxopentanoato de metilo y 161,4 g de formilmorfolina con agitación a 80°C. Se añaden 47,60 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla.

El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 80°C. Se obtiene un producto viscoso amarillento. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

50

**Ejemplo B6**

## Etapa 1

5 En primer lugar se preparan 90,00 g de un monoadducto de acuerdo con el documento de patente EP 1188779 a partir de alcohol laurílico y 2,6-toluidiisocianato. El producto de reacción es ceroso y tiene un contenido en NCO del 11,1%.

## Etapa 2

10 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 124,2 g de N-etilpirrolidona y 372,6 g de 5-(dimetilamino)-2-metil-5-oxopentanoato de metilo con agitación a 120°C. Al alcanzarse la temperatura se añaden 17,2 g de cloruro de litio y después se disuelven en 1 hora con agitación. A continuación se baja la temperatura a 80°C. Se añaden 17,0 g de m-xililendiamina y se homogeneiza. El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se funde y se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas más a 80°C. Se obtiene un producto claro, de color parduzco. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

15 **Ejemplo B7**

En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 136,5 g de N-metilpirrolidona y 136,5 g de 5-(dimetilamino)-2-metil-5-oxopentanoato de metilo a 120°C, se mezclan con 21,5 g de cloruro de litio y se agita durante 1 hora. La solución de cloruro de litio es clara.

20 A continuación se baja la temperatura a 60°C y la solución de cloruro de litio se mezcla con 53,5 g de bencilamina y se homogeneiza. Después de 5 minutos se añaden gota a gota 42,0 g de hexametildiisocianato a la solución de amina tan lentamente que la temperatura no aumenta por encima de 65°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas más a 80°C. Se obtiene un producto amarillo, de baja viscosidad. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

**Ejemplo B8**

## 25 Etapa 1

30 En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se disponen 17,4 g de 2,6-toluidiisocianato a 20°C y se dosifican 107,8 g de un butoxipoli(etilenglicol-co-propilenglicol) con una relación de óxido de etileno / óxido de propileno de 1:1 y con un índice de hidroxilo de 52 mg de KOH/g en el plazo de 90 minutos con agitación de modo que la temperatura no supera 30°C. Después de 3 horas de tiempo de reacción posterior se genera un líquido viscoso claro con un contenido en NCO del 3,1%.

## Etapa 2

En un matraz de cuatro bocas con agitador, embudo de decantación, termómetro y refrigerador de reflujo se calientan 90,5 g de dimetilsulfóxido y 75,42 g 3-metoxi-N,N-dimetilpropionamida con agitación a 120°C. Al alcanzarse la temperatura se añaden 2,15 g de cloruro de litio y después se disuelven en 1 hora con agitación.

35 A continuación se baja la temperatura a 80°C. Se añaden 8,4 g de hexametildiamina y se homogeneiza la mezcla. El aducto de isocianato preparado de antemano (Etapa 1) se añade gota a gota con agitación en el plazo de 1 hora tan lentamente que la temperatura no supera 85°C. Para la compleción de la reacción se agita la mezcla de reacción durante 3 horas a 80°C. Se obtiene un producto claro, incoloro y ligeramente viscoso. El índice de amina se encuentra por debajo de 2 mg de KOH/g (determinado según la norma DIN 16945).

40 **Ensayo técnico de aplicación de las composiciones adecuadas como agente de control de la reología****Sistema de ensayo 1:**

	<u>Materias primas empleadas:</u>
Setalux® 1603 BA-78	aglutinante a base de poliéster-poliol en acetato de butilo, Nuplex Resins bv
Tinuvin® 1130	absorbedor UV a base de hidroxifenilbenzotriazol, BASF Schweiz AG
Tinuvin® 292	absorbedor UV a base de bis-(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidinil)-sebacato y 1-(metil)-8-(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidinil)-sebacato, BASF Schweiz AG
TinStab® BL 277	dilaurato de dibutilestaño, Overlack AG
BYK®-310	solución de un polidimetilsiloxano modificado con poliéster, BYK Chemie GmbH
BYK®-358	aditivo de nivelación de poliacrilato, BYK Chemie GmbH
BYK®-332	polidimetilsiloxano modificado con poliéster, BYK Chemie GmbH
Dowanol PMA	1-metoxi-2-propilacetato, Dow Chemical Company
Tolonate HDT 90	poliisocianato alifático a base de hexametildiisocianato-trímero (solución al 90 % en una mezcla de acetato de butilo e hidrocarburos aromáticos), Perstorp AB

## ES 2 604 115 T3

Para la valoración del efecto reológico se prepara un agente de recubrimiento a base de una laca de poliuretano de 2 componentes:

### *Componente A:*

Setalux® 1603 BA-78	150,0 g
acetato de butilo	16,0 g
Tinuvin® 1130	3,0 g
Tinuvin® 292	0,9 g
TinStab® BL 277	5,4 g
BYK®-310	0,3 g
BYK®-358	1,5 g
BYK®-332	0,3 g
Dowanol PMA	22,6 g
Total	200,0 g

5

### *Componente B:*

Tolonate HDT 90	66,2 g
Dowanol PMA	16,9 g
acetato de butilo	16,9 g
Total	100,0 g

### Producción de laca:

Los componentes A y B se preparan por separado. Para ello se añaden uno tras otro los constituyentes individuales con agitación a temperatura ambiente, a 2 m/s con un Dispermat CV con un disco dentado de 2 cm y a continuación se agita para la homogeneización durante 10 minutos más.

Para la producción de laca se mezclan los componentes A y B.

### Procesamiento:

ajuste de la viscosidad:	20 s DIN4 viscosímetro a 23°C
dilución:	acetato de butilo / Dowanol PMA 60:40
aplicación:	lacado a pistola electrostático
secado:	10 min a 23°C, 60 min 60°C

### Prueba del límite de goteo:

Para examinar la influencia sobre el comportamiento de goteo de lacas se incorporan los agentes de control de la reología en el sistema de ensayo con agitación a temperatura ambiente con un Dispermat CV a 2 m/s con un disco dentado de 2 cm durante 2 min. Un día después de la incorporación se diluyen las lacas con el vaso DIN4 hasta un tiempo de vaciado de 30 s (norma DIN EN ISO 2431). A continuación tiene lugar la aplicación de las lacas con aplicación por pulverización electrostática o neumática sobre chapas perforadas cebadas suspendidas en vertical (acero 30 cm x 50 cm) en cuña, con un grosor de capa seca de 10-50 µm. La ventilación posterior de las chapas de laca así como el secado en condiciones forzadas en el horno de convección tiene lugar así mismo sobre las chapas verticales. El examen del comportamiento de goteo se lleva a cabo tras el secado completo de las lacas mediante evaluación visual. Cuanto mayor es el límite de goteo, mejor es la eficacia reológica del agente de control de la reología, es decir cuanto mayor es el grosor de capa de la laca, que puede aplicarse sobre las superficies verticales. La determinación del grosor de capa seca tiene lugar con Byko Test 1500 de la empresa BYK-Gardner según la norma DIN EN ISO 2178. Los resultados están resumidos en la Tabla A1.

Tabla A1: Resultados técnicos de aplicación

Aditivo (1 % en peso de compuesto de urea con respecto a total)	Límite de goteo / µm seco
Muestra cero (sin aditivo)	25
Ejemplo comparativo A-V1	45
Ejemplo comparativo A-V2	47
Ejemplo comparativo A-V3	49
Ejemplo A1	56
Ejemplo A2	54
Ejemplo A3	60

Como puede apreciarse por medio de los resultados mostrados en la Tabla A1, la eficacia reológica de las composiciones de aditivo empleadas es diferente. También cuando las composiciones correspondientes al estado de la técnica (Ejemplo comparativo A-V1 y A-V2) con respecto a la muestra cero muestran una mejora, de modo que se aumenta aún más el límite de goteo, y por lo tanto el rendimiento de la composición de aditivo como agente de

control de la reología, con las composiciones de acuerdo con la invención que contiene compuestos de oxígeno (Ejemplos A1 a A3).

**Sistema de ensayo 2**

Para la valoración del efecto reológico se produce un agente de recubrimiento a base de una laca de hidroxiacrilato.

Desmophen® A 870 BA	80,0 g
acetato de butilo	9,9 g
Dowanol® PMA	9,9 g
BYK®-066	0,2 g
total	100,0 g

5

Materias primas usadas:

Desmophen®A 870 BA	Poliacrilato hidroxifuncional al 70% en acetato de butilo Bayer AG
Dowanol® PMA	acetato de metoxipropilo Dow
acetato de butilo BYK®-066	Overlack AG Antiespumante que contiene silicona para lacas industriales de pintura y de construcciones que contienen disolvente así como adhesivos BYK-Chemie GmbH

Producción de laca

10 Desmophen A 870 BA se mezcla con agitación con un Dispermat CV a una velocidad de agitación de 2 m/s a temperatura ambiente con los dos disolventes acetato de butilo y acetato de metoxipropilo así como con BYK-066 y se agita durante 15 minutos más.

Prueba del límite de goteo

15 Para examinar la influencia de las sustancias producidas sobre el comportamiento de goteo de la laca se incorporan gota a gota los agentes de control de la reología en una cantidad correspondiente al 0,35 % en peso de compuesto de urea con agitación con un Dispermat CV a 800-1000 rpm con un disco dentado con 2,5 cm de diámetro y se homogeneiza durante 2 minutos. A continuación se almacena la laca producida durante 16 horas a temperatura ambiente.

20 Después se aplica una película de laca con ayuda de un aplicador de película escalonado de la empresa Erichsen y un banco de extensión automático con una velocidad de 5 cm/s en capas entre 50 y 500 µm de grosor una junto a otra sobre una placa de contraste PA2801 de la empresa BYK-Gardner. Esta capa de laca se suspende en vertical en ángulo recto con respecto a la dirección de extensión y se valora después del secado de la laca. La valoración de los resultados tiene lugar en indicación del grosor de capa, en el que no ha tenido lugar ningún goteo, tal como hundimiento o abombamiento.

25 Por lo tanto el mayor grosor de capa posible, que puede conseguirse sin perturbaciones con este método, es una medida de las propiedades de goteo de la laca y por lo tanto el rendimiento de control de la reología del aditivo empleado.

En los resultados se indican en µm los grosores de capa conseguidos.

Tabla B1: Resultados técnicos de aplicación

	Grosor de capa	Aspecto
Ejemplo comparativo B-V1	350 µm	moteado
Ejemplo B1	450 µm	moteado muy fino

30

Por medio de estos resultados puede reconocerse que la composición de acuerdo con la invención permite por un lado la formación de un mayor grosor de capa, por otro lado, la película de laca así producida tiende menos a la formación de moteado y por lo tanto presenta un aspecto visual mejor que la composición conocida de acuerdo con el estado de la técnica.

35

Tabla B2: Resultados técnicos de aplicación

Ejemplo comparativo B-V2	100 µm	moteado
Ejemplo B2	300 µm	libre de moteado

5 Por medio de estos resultados puede reconocerse que la composición de acuerdo con la invención no solo permite la formación de un mayor grosor de capa sino que la película de laca así producida está adicionalmente libre de moteado y por lo tanto presenta un aspecto visual mejor que la composición conocida de acuerdo con el estado de la técnica.

Tabla B3: Resultados técnicos de aplicación

Ejemplo comparativo B-V3	150 µm	moteado
Ejemplo B3	350 µm	moteado muy fino

10 Por medio de estos resultados puede reconocerse que la composición de acuerdo con la invención permite por un lado la formación de un mayor grosor de capa, por otro lado, la película de laca así producida tiende menos a la formación de moteado y por lo tanto presenta un aspecto visual mejor que la composición conocida de acuerdo con el estado de la técnica.

### Sistema de ensayo 3

Para la valoración del efecto reológico se produce un agente de recubrimiento a base de un poliacrilato acuoso.

Joncryl® SCX 8289	95,0 g
Butilglicol	5,0 g
total	100,0 g

15

Joncryl® SCX 8289      **Materias primas usadas:**  
 Butilglicol              Dispersión de poliacrilato acuosa al 46% Jonson Polymers  
                                  Butilglicol como adyuvante filmógeno Overlack

### Producción de laca

20 Joncryl® SCX 8289 se diluye con agitación con un Dispermat CV a una velocidad de agitación de 2 m/s a temperatura ambiente con butilglicol y se agita durante 15 minutos más.

### Prueba del límite de goteo

25 Para examinar la influencia de las sustancias producidas sobre el comportamiento de goteo de la laca se incorporan gota a gota los agentes de control de la reología en una cantidad correspondiente al 0,4 % en peso de compuesto de urea con agitación con un Dispermat CV a 800-1000 rpm con un disco dentado con 2,5 cm de diámetro y se homogeneiza durante 2 minutos.

30 A continuación se almacena la laca producida durante 16 horas a temperatura ambiente. Después se aplica esta con ayuda de un aplicador de película escalonado de la empresa Erichsen y un banco de extensión automático con una velocidad de 5 cm/s en capas entre 30 y 300 µm de grosor una junto a otra sobre una placa de contraste PA2801 de la empresa BYK-Gardner. Esta capa de laca se suspende en vertical en ángulo recto con respecto a la dirección de extensión y se valora después del secado de la laca. La valoración de los resultados tiene lugar en indicación del grosor de capa, en el que no ha tenido lugar ningún goteo, tal como hundimiento o abombamiento.

Por lo tanto el mayor grosor de capa posible, que puede conseguirse sin perturbaciones con este método, es una medida de las propiedades de goteo de la laca y por lo tanto el rendimiento de control de la reología del aditivo empleado.

35 En los resultados se indican en µm los grosores de capa conseguidos.

Tabla B4: Resultados técnicos de aplicación

	Grosor de capa	Aspecto
Ejemplo comparativo B-V4	180 µm	libre de moteado
Ejemplo B4	210 µm	libre de moteado
Ejemplo B5	350 µm	libre de moteado

Por medio de estos resultados puede reconocerse que las composiciones de acuerdo con la invención permite la formación de un mayor grosor de capa que las composiciones conocidas según el estado de la técnica.

**Sistema de ensayo 4**

Para la valoración del efecto reológico se produce un agente de recubrimiento a base de una laca de uretano.

Worleekyd® S366	80,9 g
Isopar® H	16,0 g
Nuodex Kombi APB	2,6 g
Borchi NOX M2	0,3 g
BYK®-066	0,2 g
total	100,0 g

Materias primas usadas:

Worleekyd® S366	Resina alquídica secada al aire, de aceite de cadena larga, a base de aceite de soja al 60% en Isopar H Worlée
Isopar® H	Isoparafina con intervalo de ebullición 178-220°C Exxon
Nuodex Kombi APB	secadora de combinación a base de cobalto, calcio, zinc Condea Servo
Borchi NOX M2	metiltilcetoxima (agente antipelado) OMG Borchers GmbH
BYK®-066	Antiespumante que contiene silicona para lacas industriales, de pintura y de construcciones que contienen disolvente así como adhesivos BYK-Chemie GmbH

5 Prueba del límite de goteo

Para examinar la influencia de las sustancias producidas sobre el comportamiento de goteo de la laca se incorporan gota a gota los agentes de control de la reología en una cantidad correspondiente al 0,5 % en peso de compuesto de urea con agitación con un Dispermat CV a 800-1000 rpm con un disco dentado con 2,5 cm de diámetro y se homogeneiza durante 2 minutos.

- 10 A continuación se almacena la laca producida durante 16 horas a temperatura ambiente. Después se aplica esta con ayuda de un aplicador de película escalonado de la empresa Erichsen y un banco de extensión automático con una velocidad de 5 cm/s en capas entre 30 y 300 µm de grosor una junto a otra sobre una placa de contraste PA2801 de la empresa BYK-Gardner. Esta capa de laca se suspende en vertical en ángulo recto con respecto a la dirección de extensión y se valora después del secado de la laca. La valoración de los resultados tiene lugar en indicación del grosor de capa, en el que no ha tenido lugar ningún goteo, tal como hundimiento o abombamiento. Por lo tanto el mayor grosor de capa posible, que puede conseguirse sin perturbaciones con este método, es una medida de las propiedades de goteo de la laca y por lo tanto el rendimiento de control de la reología del aditivo empleado.
- 15

En los resultados se indican en µm los grosores de capa conseguidos.

Tabla B5: Resultados técnicos de aplicación

	Grosor de capa	Aspecto
Ejemplo comparativo 5	210 µm	ligeramente turbio
Ejemplo 6	270 µm	claro

- 20 Por medio de estos resultados puede reconocerse que la composición de acuerdo con la invención permite por un lado la formación de un mayor grosor de capa, por otro lado, la película de laca así producida no presenta turbidez y por lo tanto muestra un aspecto visual mejor que la composición conocida de acuerdo con el estado de la técnica.

**Sistema de ensayo 5**

Para la valoración del efecto reológico se produce un agente de recubrimiento a base de un poliéster insaturado.

Palatal® P4	67,3 g
Estireno (porción 1)	16,7 g
BYK®-A 555	0,1 g
Aerosil 200	0,8 g
Estireno (porción 2)	15,2 g
total	100,1 g

25

Materias primas usadas:

Palatal® P4	resina de poliéster insaturada al 63% disuelta en estireno BASF
Estireno	Estireno Overlack
BYK®-A 555	Desaireador libre de silicona a base de polímeros BYK-Chemie GmbH
Aerosil® 200	ácido silícico pirógeno hidrófilo Evonik

Producción del agente de recubrimiento

El Palatal P4 se diluye con agitación con un Dispermat CV a una velocidad de agitación de 1865 rpm a temperatura ambiente con la primera cantidad de estireno, se mezcla con BYK-A 555 y se agita durante 2 minutos más. A continuación después tiene lugar la adición del Aerosil 200 mediante agitación con una espátula.

- 5 Entonces se aumenta la velocidad de giro hasta 4660 rpm y se mantiene durante 5 minutos. Con ligera agitación se añade después la segunda cantidad de estireno y se homogeneiza durante 2 minutos.

Ensayo de la influencia sobre el comportamiento de deposición

- 10 Para examinar la influencia de las sustancias producidas sobre el comportamiento de deposición del Aerosil en el agente de recubrimiento se incorporan los agentes de control de la reología en una cantidad del 0,8 % en peso del aditivo (es decir del producto obtenido durante la síntesis) con respecto a la formulación completa con agitación con un Dispermat CV a 800-1000 rpm con un disco dentado con 2,5 cm de diámetro gota a gota en el agente de recubrimiento y se homogeneiza durante 2 minutos.

- 15 Después de 16 horas se valora el espesor de la formación de gel según notas escolares. Una parte de la dispersión que va a prepararse se carga en un vaso de muestras con tapa a presión de borde roscado de 100 ml de capacidad. La deposición del Aerosil se valora diariamente. Se indica el número de días en los que no se observa ninguna separación.

Tabla B6: Resultados técnicos de aplicación

	Valoración*	Estabilidad frente a la separación
Ejemplo comparativo B-V6	3	3 días
Ejemplo B7	1	15 días

*\*) Valoración según notas de 1 (mayor formación de gel) a 5 (sin formación de gel)*

- 20 Por medio de estos resultados puede reconocerse que la composición de acuerdo con la invención permite por un lado una mayor formación de gel y con ello, por otro lado, se permite una estabilización significativamente mejor frente a la separación (deposición del Aerosil), de lo que es posible con una composición de acuerdo con el estado de la técnica.

**Sistema de ensayo 6**

Para la valoración del efecto reológico se produce un agente de recubrimiento a base de un poliéster insaturado.

Setal® 1715 VX 74	52,0
Setamine® US 138 BB 70	24,0
Shellsol A	6,0
Solvesso® 150	6,0
Xileno	6,0
iso-Butanol	6,0
total	100,0

25

	Materias primas usadas:
Setal® 1715 VX 74	poliéster polioli al 72% en Solventnaphtha® /Xileno Nuplex Resins
Setamine® US 138 BB 70	melamina parcialmente butilada, al 71 % en isobutanol Nuplex Resins
Shellsol A	Alquilbenceno Overlack
Solvesso 150	Alquilbenceno Overlack
Iso-Butanol	Overlack

Producción de laca

- 30 Setal 1715VX74 se diluye con agitación con un Dispermat CV a una velocidad de agitación de 2 m/s a temperatura ambiente con Shellsol A y Sovesso 150 y se agita durante 10 minutos más. A continuación se añaden isobutanol y Setamine US 138 BB 70 y se agita durante 2 minutos más.

Ensayo de transparencia y espesor de la formación de gel

- 35 Para examinar la influencia de las sustancias producidas sobre transparencia y espesor de la formación de gel de la laca se incorporan gota a gota los agentes de control de la reología en una cantidad correspondiente al 1,0 % en peso de compuesto de urea con agitación con un Dispermat CV a 800-1000 rpm con un disco dentado con 2,5 cm

de diámetro y se homogeneiza durante 2 minutos. A continuación se almacena la laca producida durante 16 horas a temperatura ambiente.

El aspecto de las muestras de laca no endurecidas y el espesor del gel formado se valoran visualmente.

Tabla B7: Resultados técnicos de aplicación

	Aspecto	Espesor de gel
Ejemplo comparativo B-V7	turbidez media	gel blando, débil
Ejemplo B8	muy débil	gel firme
	turbidez	

5 Por medio de estos resultados puede reconocerse que la composición de acuerdo con la invención permite por un lado una formación de gel claramente mayor y, por otro lado, una compatibilidad claramente mejor (es decir turbidez más débil y con ello una mejor transparencia) en el sistema de lo que permite la composición de acuerdo con el estado de la técnica.

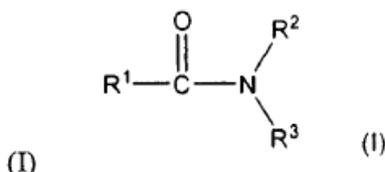
10

## REIVINDICACIONES

## 1. Composición que contiene

- 5 i) 15 - 95 % en peso de un compuesto de oxígeno (A),  
 ii) 5 - 75 % en peso de un compuesto de urea (B),  
 iii) 0 - 50 % en peso de un compuesto ionógeno (C) y  
 iv) 0 - 35 % en peso de un disolvente orgánico (D),

en la que el compuesto de oxígeno (A) presenta una masa molar de 70 a 600 g/mol así como ningún grupo urea y se encuentra de acuerdo con la fórmula general (I),



10 con

- 15  $\text{R}^1$  en cada caso igual o distinto así como representado por hidrógeno y/o un resto orgánico ramificado o no ramificado, saturado o insaturado, que contiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto orgánico ramificado o no ramificado, saturado o insaturado, que presenta de 1 a 12 átomos de carbono  
 y en concreto con la condición de que  $\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$  junto con la agrupación CO-N que une  $\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$  puedan formar juntos un ciclo con 4 a 10 átomos de anillo o  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  junto con el átomo de N que une  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  puedan formar juntos un ciclo con 4 a 7 átomos de anillo, presentando la totalidad de los restos  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  en total de 4 a 40 átomos de carbono, en total de 1 a 8 heteroátomos del grupo que consiste en O y N así como en total de 1 a 2 átomos de oxígeno enlazados a través de enlaces simples, que se encuentran en funciones éter, éster o hidroxilo,
- 20

el compuesto de urea (B) presenta una masa molar de 350 a 60000 g/mol así como al menos un grupo urea, el compuesto ionógeno (C) contiene un componente catiónico así como un componente aniónico y se diferencia del compuesto de oxígeno (A) así como del compuesto de urea (B) y el disolvente orgánico (D) no contiene ningún grupo urea así como ningún grupo iónico y presenta como máximo dos heteroátomos seleccionados del grupo que consiste en nitrógeno y oxígeno.

25

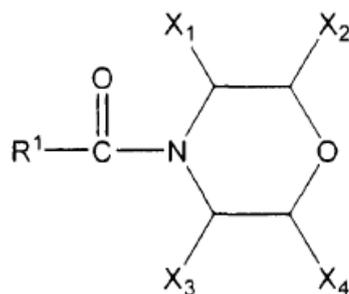
## 2. Composición de acuerdo con la reivindicación 1 que contiene

- 30 i) 30 - 80 % en peso del compuesto de oxígeno (A),  
 ii) 20 - 55 % en peso del compuesto de urea (B),  
 iii) 0 - 15 % en peso del compuesto ionógeno (C) y  
 iv) 2 - 25 % en peso del disolvente orgánico (D).

3. Composición de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizada porque** la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra de tal manera que  $\text{R}^1$  es igual o distinto así como se representa por hidrógeno o por un resto orgánico ramificado o no ramificado, que contiene de 1 a 16 átomos de carbono, preferentemente por un resto alquilo C1-C4 ramificado o no ramificado y  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  junto con el átomo de N que une  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  y un átomo de oxígeno de éter forman juntos un ciclo con 5 a 7 átomos de anillo.

35

4. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada porque** la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra de acuerdo con la fórmula general (Ia),



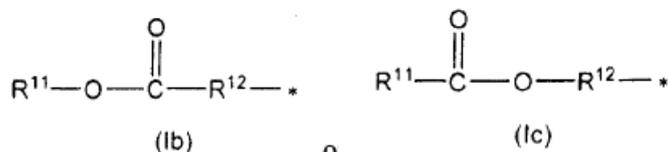
(Ia)

con

R<sup>1</sup> igual o distinto así como representado por hidrógeno y/o un grupo metilo y X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub> y X<sub>4</sub>, en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por hidrógeno y/o un grupo alquilo C1-C8 lineal o ramificado.

5. Composición de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizada porque** la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra de tal manera que R<sup>1</sup> es igual o distinto y se representa por un resto orgánico lineal o ramificado que presenta 1 o 2 átomos de oxígeno enlazados mediante enlaces simples, que aparecen en grupos éter y/o grupos éster así como 2 a 16 átomos de carbono y R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí se representan por un resto hidrocarburo C1 - C8 ramificado o no ramificado, saturado o insaturado.

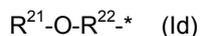
6. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1, 2 o 5, **caracterizada porque** la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra de tal manera que R<sup>1</sup> es igual o distinto y se representa de acuerdo con uno o varios de los segmentos de fórmula general del grupo que consiste en (Ib) así como (Ic)



con

R<sup>11</sup> en cada caso igual o distinto así como representado por un resto alquilo C1-C8 lineal o ramificado, un resto cicloalquilo C5-C7 o un resto fenilo así como R<sup>12</sup> en cada caso igual o distinto así como representado por un resto alquileno C2-C8 lineal o ramificado.

7. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1, 2 o 5, **caracterizada porque** la fórmula general (I) para el 50 - 100 % en peso del compuesto de oxígeno (A) se encuentra de tal manera que R<sup>1</sup> es igual o distinto y se representa de acuerdo con el segmento de fórmula general (Id)



con

R<sup>21</sup> en cada caso igual o distinto así como representado por un resto alquilo C1-C4 lineal o ramificado así como R<sup>22</sup> en cada caso igual o distinto así como representado por un resto alquileno C2-C6 lineal o ramificado.

8. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizada porque** el 70 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) presenta o bien al menos dos grupos urea o bien al menos un grupo urea y al menos un grupo uretano.

9. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizada porque** el 50 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) se encuentra de acuerdo con la fórmula general (II)



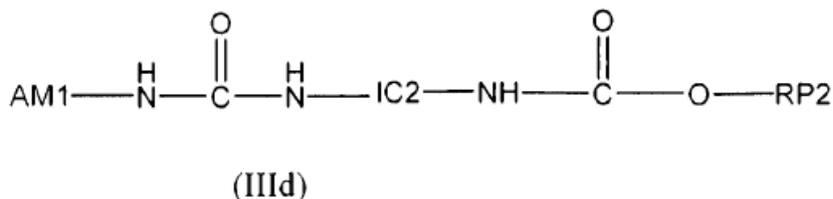
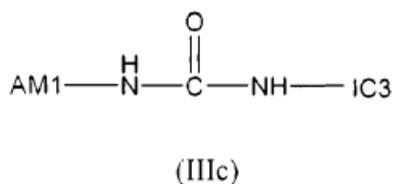
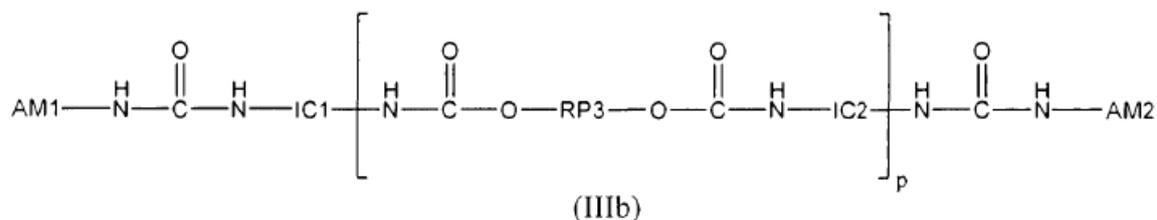
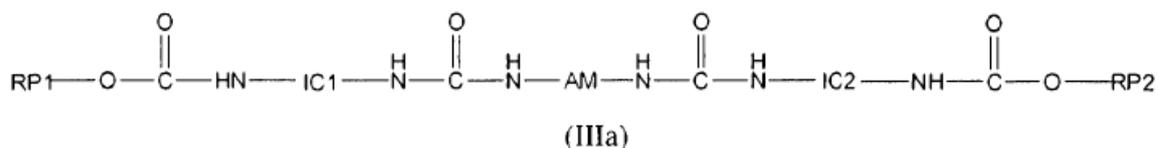
con

R<sup>31</sup> y R<sup>32</sup> en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por

un resto orgánico ramificado o no ramificado, saturado o insaturado, que contiene 1 - 100 átomos de carbono, que presenta como máximo en cada caso un grupo urea y como máximo en cada caso un grupo uretano, R<sup>33</sup> y R<sup>34</sup> en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por restos poliéster ramificados o no ramificados que contienen 1 - 300 átomos de carbono, que contienen opcionalmente grupos éter, restos poliéter ramificados o no ramificados que contienen 2 - 300 átomos de carbono, restos poliamida ramificados o no ramificados que contienen 1 - 300 átomos de carbono, restos polisiloxano que contienen de 3 a 100 átomos de silicio, restos alqueno C2-C22 ramificados o no ramificados, restos alquenileno C3-C18 ramificados o no ramificados, restos arileno C5-C12 y/o restos arilalqueno C7-C22 ramificados o no ramificados, Z y W en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por NH-CO-O y/o NH-CO-NH, n en cada caso igual o distinto así como representado por un número entero de 1 a 150, preferentemente de 2 a 120.

10. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizada porque** el 50 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) presenta en cada caso un peso molecular de 2000 a 55000 así como 4 - 150 grupos urea.

11. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizada porque** el 50 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) se encuentra en cada caso de acuerdo con una de las fórmulas generales seleccionadas del grupo que consiste en (IIIa), (IIIb), (IIIc) y (IIId)



con

AM igual o distinto así como representado por un resto orgánico lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 2 a 50 átomos de C,

AM1 así como AM2 en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto orgánico lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 1 a 50 átomos de C,

IC1 así como IC2 en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 2 a 40 átomos de C,

IC3 igual o distinto así como representado por un resto hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 2 a 24 átomos de carbono,

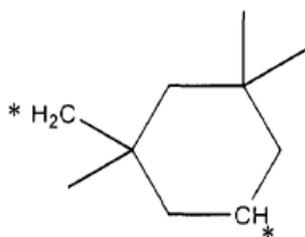
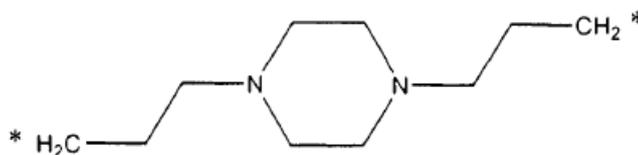
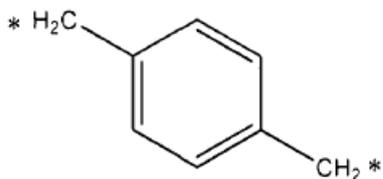
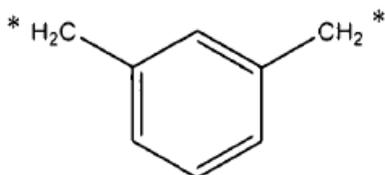
RP1 así como RP2 en cada caso iguales o distintos así como en cada caso independientemente entre sí representados por un resto orgánico lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 1 a 24 átomos de C y/o por un resto poliéter con 1 a 120 átomos de oxígeno de éter y/o por un

resto poliéster que contiene opcionalmente grupos éter con 1 a 100 grupos éster y/o por un resto poliamida con 1 a 100 grupos amida y/o por un resto polisiloxano con 3 a 100 átomos de silicio, RP3 igual o distinto así como representado por un resto hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, alifático, aromático o alifático-aromático con 2 a 24 átomos de C y/o por un resto (poli)éter con 1 a 120 átomos de oxígeno de éter y/o por un resto poliamida con 1 a 100 grupos amida y/o por un resto polisiloxano con 3 a 100 átomos de silicio y/o por un resto poliéster que contiene opcionalmente grupos éter con 1 a 100 grupos éster y p igual o distinto así como representado por 0 y/o 1.

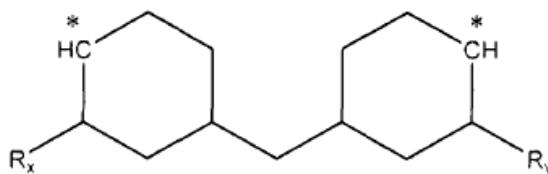
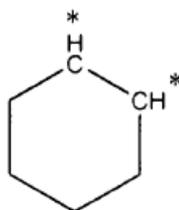
5

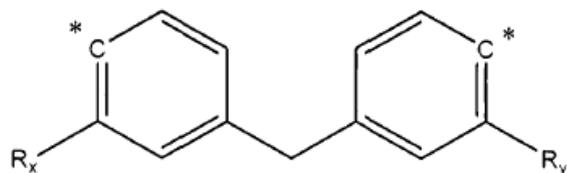
12. Composición de acuerdo con la reivindicación 11, **caracterizada porque** el 70 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) se encuentra en cada caso de acuerdo con una de las fórmulas generales seleccionadas del grupo que consiste en (IIIa), (IIIb), (IIIb) y (IIIc), en las que AM igual o distinto así como seleccionado del grupo que consiste en

10



15



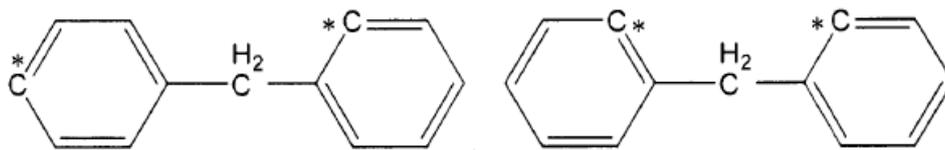
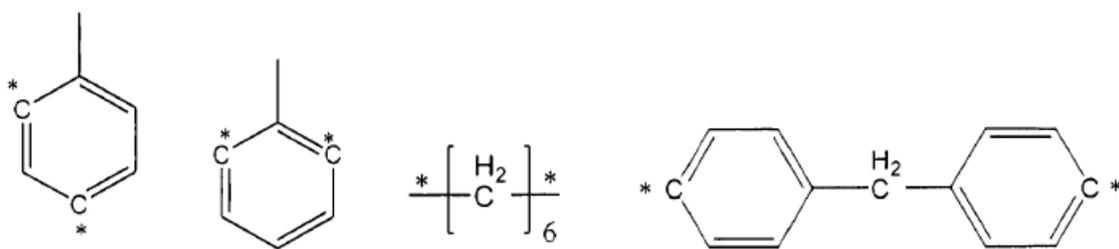


con Rx y Ry iguales o distintos así como en cada caso independientemente representados por CH<sub>3</sub> y/o hidrógeno, (CH<sub>2</sub>)<sub>q</sub>

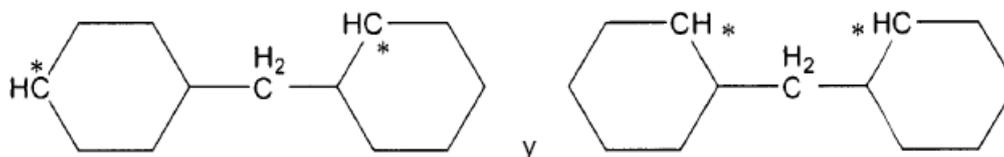
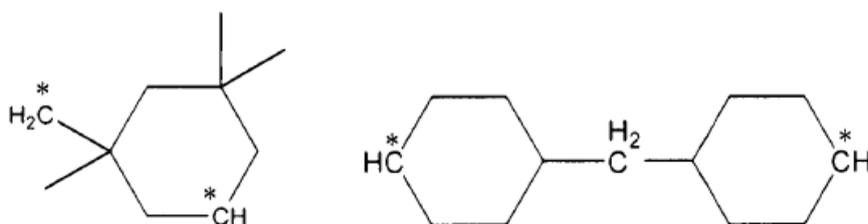
con q igual o distinto así como representado por un número entero de 2 a 12,

5 AM1 y AM2 en cada caso iguales o distintos así como seleccionados del grupo que consiste en n-propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, terc-butilo, laurilo, oleílo, estearilo, poliisobutileno y poliéter con 2 a 40 átomos de oxígeno de éter, bencilo, metilbencilo, ciclohexilo, carboxialquilo, hidroxialquilo y alquilalcoxisilano.

IC1 e IC2 en cada caso iguales o distintos así como seleccionados del grupo que consiste en



10



IC3 igual o distinto así como seleccionado del grupo que consiste en metilo, etilo, fenilo, bencilo, ciclohexilo y estearilo,

15 RP1 y RP2 en cada caso iguales o distintos así como seleccionados del grupo que consiste en alquilo C1 a C18 ramificado o no ramificado, oleílo, bencilo, alilo, preferentemente unidades estructurales de resto poliéter que contiene óxido de etileno, óxido de propileno y/u óxido de butileno y unidades estructurales de resto poliéster que contiene épsilon-caprolactona y/o delta-valerolactona,

20 RP3 igual o distinto así como seleccionado del grupo que consiste en alquilenlo C1 a C18 lineal o ramificado, alquilenlo C2 a C18 lineal o ramificado, preferentemente unidades estructurales de poliéter que contiene óxido de etileno, óxido de propileno y/u óxido de butileno con 1 a 25 átomos de oxígeno de éter.

13. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizada porque** el 70 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) puede prepararse en cada caso mediante reacción de isocianatos oligomerizados mediante formación de isocianurato y/o uretdiona con aminas monofuncionales.

25 14. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizada porque** el 95 - 100 % en peso, preferentemente el 98 - 100 % en peso del compuesto de urea (B) contiene en cada caso al menos

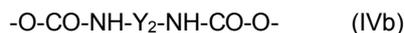
un segmento molecular de fórmula general (IVa)



con

5  $Y_1$  igual o distinto así como representado por un resto hidrocarburo saturado o insaturado, ramificado o no ramificado que contiene de 6 a 20 átomos de carbono,

y en cada caso no contiene ningún segmento molecular de fórmula general (IVb)



con

10  $Y_2$  igual o distinto así como representado por un resto hidrocarburo saturado o insaturado, ramificado o no ramificado que contiene de 6 a 20 átomos de carbono.

15. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14 que contiene el 0,5 - 4,0 % en peso del compuesto ionógeno (C), encontrándose el 50 - 100 % en peso del compuesto ionógeno (C) como sal de litio o de calcio, preferentemente como su cloruro, acetato y/o nitrato.

15 16. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 15, que es adecuada para el control de la reología, en particular para la tixotropización, de sistemas líquidos.

17. Uso de una composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 16 para el control de la reología, en particular para la tixotropización, de una mezcla líquida.

20 18. Uso de acuerdo con la reivindicación 17, **caracterizado porque** la mezcla líquida se encuentra como recubrimiento, en particular como barniz, como formulación de plástico, como pasta de pigmento, como formulación de sellante, como cosméticos, como formulación de cerámica, como formulación de adhesivo, como masa de relleno, como formulación de material de construcción, como lubricante, como emplaste, como tinta de impresión o como tinta.

25 19. Preparación, que se encuentra como barniz, como formulación de plástico, como pasta de pigmento, como formulación de sellante, como cosméticos, como formulación de cerámica, como formulación de adhesivo, como masa de relleno, como formulación de material de construcción, como lubricante, como emplaste, como tinta de impresión o como tinta y a la que se ha añadido del 0,1 al 7,5 % en peso de una composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 16.