

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 668 352**

51 Int. Cl.:

C08G 18/76	(2006.01)
C07C 273/18	(2006.01)
C07C 275/40	(2006.01)
C09D 5/04	(2006.01)
C08G 18/28	(2006.01)
C08K 5/21	(2006.01)
C08G 18/80	(2006.01)
C08K 5/20	(2006.01)
C08G 18/32	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.04.2015 PCT/EP2015/058208**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.10.2015 WO15158792**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.04.2015 E 15717477 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.02.2018 EP 3131941**

54 Título: **Agente para el control de la reología que comprende una combinación de principio activo**

30 Prioridad:

15.04.2014 DE 102014005474

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

17.05.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LEUTFELD, DANIELA;
EBERHARDT, MARC;
NAGELSDIEK, RENÉ;
BÜHNE, SYLVIA;
OMEIS, JÜRGEN y
MORHENN, BIANCA**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 668 352 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

Agente para el control de la reología que comprende una combinación de principio activo

5 La presente invención se refiere a agentes para el control de la reología, que comprenden una combinación de principio activo de por lo menos dos principios activos, preparaciones que contienen los agentes para el control de la reología, un procedimiento para la preparación del agente para el control de la reología y su uso como espesante y en la tixotropía de diferentes preparaciones.

10 Los agentes para el control de la reología, denominados aquí también como aditivos de reología, son adecuados básicamente para el aumento de la viscosidad de diferentes preparaciones y para optimizar el comportamiento de fluidez de las preparaciones para la respectiva aplicación. Se busca también el mejoramiento de la estabilidad al almacenamiento y de la capacidad de procesamiento de tales preparaciones, como por ejemplo agentes de recubrimiento así como para alcanzar mayores espesores de capa, cuando se aplican tales agentes de recubrimiento sobre sustratos.

15 Se sabe que mediante el uso de aditivos de reología puede optimizarse la estabilidad al almacenamiento de una preparación, en lo cual se reduce claramente la tendencia a la separación, sedimentación y sinéresis. Para ello se usan preferiblemente productos con comportamiento tixotrópico de fluidez, los cuales en reposo forman una viscosidad estructural y aumentan la fracción elástica del sistema.

Para modular la reología de sistemas líquidos, en particular de sistemas líquidos de agentes de recubrimiento, se usan como sustancias auxiliares reológicas, predominantemente bentonitas modificadas orgánicamente, ácidos silícicos, aceite hidrogenado de ricino y ceras de poliamida.

20 En el uso de estas sustancias auxiliares reológicas, es desventajoso que usualmente ellas están presentes en forma de sólidos secos. En consecuencia, por eso antes del uso dichas sustancias auxiliares reológicas tienen que ser solubilizadas usando solventes y fuerzas de corte, para dar primero un producto semiterminado. De modo alternativo, también pueden usarse las sustancias auxiliares reológicas aún no solubilizadas, de modo que puedan ser aplicadas mediante control focalizado de la temperatura en el sistema de líquido de aplicación, por ejemplo un sistema de agente de recubrimiento. Si este control de temperatura no ocurre de acuerdo con los objetivos especificados, entonces típicamente ocurren cristalitas en el sistema listo de recubrimiento, que pueden conducir a errores en el recubrimiento. Una desventaja general de tales sustancias auxiliares reológicas consiste en que éstas pueden causar turbideces y formación de velos (nubosidad), en particular en recubrimientos claros, transparentes. Además, es indeseable el contacto con productos secos, en polvo, que pueden causar polvos finos en el procesamiento.

35 Las soluciones de compuestos especiales de urea representan una alternativa líquida de aplicación para estos agentes sólidos para el control de la reología. En los ejemplos del documento EP-A-1188779 se describen soluciones de compuestos especiales de urea en dimetilacetamida y N-metil-pirrolidona. En el documento EP-A-0006252 se divulgan en los ejemplos soluciones de compuestos de urea en dimetilsulfóxido, dimetilformamida y N-metil-pirrolidona. En el documento US 4,857,111 B1 se divulgan también por ejemplo soluciones reológicamente eficaces. Por ejemplo en el documento US 8,552,132 B2 se divulgan otros desarrollos dirigidos a sustancias reológicamente eficaces.

40 Las propiedades de los compuestos de urea disueltos que controlan la reología son usualmente bastante buenas, en las que sin embargo en muchos casos existe el deseo por un comportamiento aún más optimizado. Se expresa un comportamiento optimizado frecuentemente no sólo en eficacia reológica mejorada, sino también en una amplia compatibilidad en formulaciones relevantes de aplicación, por ejemplo sistemas que contienen diferentes aglutinantes.

45 Otro aspecto para considerar en relación con agentes suministrados en forma líquida para el control de la reología, es su estabilidad al almacenamiento. De este modo, tiempos de almacenamiento más prolongados o una mayor tensión por almacenamiento, por ejemplo por un almacenamiento bajo fluctuaciones de temperatura, pueden conducir a una reducción en la estabilidad al almacenamiento y como consecuencia de ello a una reducción en la eficacia en el sistema objetivo.

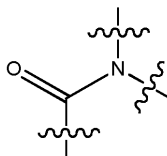
50 Por ello existe todavía un requerimiento por agentes para el control de la reología mejorados respecto a la eficacia reológica y estabilidad al almacenamiento. La eficacia reológica de una preparación puede ser determinada por ejemplo en virtud del poder de estabilidad bajo carga, es decir el límite de flujo de un agente de recubrimiento formulado con el agente para el control de la reología.

Además, se demandan agentes para el control de la reología, que posean una amplia compatibilidad en formulaciones relevantes de aplicación, como por ejemplo lacas. En particular se permite que las lacas fabricadas con ellos no exhiban en tanto sea posible formación de ojos de pescado, nubosidad y/o turbideces.

5 Los problemas de estabilidad al almacenamiento son resultado predominantemente entonces cuando los periodos de almacenamiento son grandes y las condiciones de almacenamiento son fluctuantes. Se entienden por condiciones fluctuantes del almacenamiento en particular, aquellas en que las preparaciones almacenadas añadidas con agentes para el control de la reología son dejadas parcialmente a oscilaciones extremas de temperatura. Tales pueden ocurrir por ejemplo en almacenes no calentados en el curso de años o en el transporte.

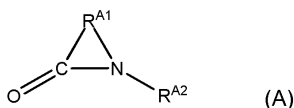
10 Con ello, el objetivo de la presente invención consistió en particular en el suministro de un agente para el control de la reología con buena eficacia, mejorado, con correspondiente alto valor cualitativo, con mejorada estabilidad al almacenamiento y transporte, y también de las preparaciones fabricadas con él. Si las preparaciones son agentes de recubrimiento, entonces después del almacenamiento, en particular bajo tensión por temperatura, éstas deberían poseer una menor tendencia a la formación de ojos de pescado, respecto a los agentes de recubrimiento que no tienen aditivos de acuerdo con la invención, y con ello exhibir una buena apariencia. Además, deberían ser mejores la fuerza de gel y estabilidad bajo carga de las preparaciones, respecto a las preparaciones dotadas con agentes corrientes para el control de la reología. En la siguiente descripción y los ejemplos pueden hallarse otros mejoramientos.

15 Los objetivos precedentes fueron logrados mediante el suministro de un agente para el control de la reología que contiene por lo menos dos diferentes principios activos de las fórmulas (A) y (B) descritas posteriormente (denominados a continuación también como principios activos (A) y (B)), en los que ambos principios activos exhiben obligatoriamente por lo menos un elemento estructural de la fórmula



20 sin embargo, este elemento estructural en ambos principios activos está unido a otros fragmentos de molécula extraordinariamente diferentes.

Concretamente, los objetivos anteriores fueron logrados mediante la preparación de un agente para el control de la reología, que comprende 10 a 95 % en peso de por lo menos un principio activo de la fórmula general (A)

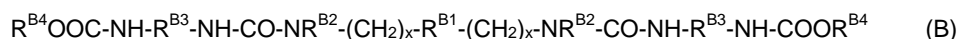


25 en la que

R^{A1} representa un radical que forma dos enlaces, saturado, acíclico, no sustituido o sustituido con metilo, el cual mediante la unión al radical $O=C-N-R^{A2}$ forma un anillo con 5 a 8 átomos del anillo, y el radical R^{A2} representa un grupo alquilo con 3 a 5 átomos de carbono,

y

30 5 a 90 % en peso de por lo menos un principio activo de la fórmula general (B)



en la que

35 el radical R^{B1} es elegido de entre el grupo de los radicales fenileno, naftileno, fenantrileno y antracileno no sustituidos, sustituidos con metilo y/o etilo, los radicales R^{B2} representan independientemente uno de otro hidrógeno o radical alquilo con 1 a 3 átomos de carbono,

los radicales R^{B3} representan independientemente uno de otro grupos fenileno, naftileno, fenantrileno y antracileno no sustituidos, sustituidos con metilo y/o etilo, y

40 los radicales R^{B4} son elegidos independientemente uno de otro de entre el grupo consistente en radicales alquilo o alquenilo lineales o ramificados con en cada caso 7 a 15 átomos de carbono y radicales $R^{B5}(O-R^{B6})_n$, en los que el radical R^{B5} representa un grupo alquilo con 1 a 6 átomos de carbono, los n radicales R^{B6} representan independientemente uno de otro, etileno y/o propileno y n = 1 a 14, preferiblemente es 2 a 13,

los números x presentan independientemente uno de otro 0, 1, 2 o 3,

y los datos porcentuales están referidos al peso total del agente para el control de la reología.

En el sentido de la presente invención, el concepto "saturado" significa que el elemento estructural en cuestión no exhibe ningún enlace múltiple carbono-carbono duradero. Un ejemplo de un enlace múltiple carbono-carbono no duradero es un enlace doble carbono-carbono que puede formularse en el curso de la tautomería ceto-enol.

5 Los principios activos (A) y (B) mencionados anteriormente así como los otros componentes (Z) de aditivos citados posteriormente pueden contener una o varias especies que caen bajo la respectiva definición de los respectivos componentes. Todos los límites porcentuales para los componentes son válidos tanto para el caso en que el componente consista respectivamente solo en una especie, como también para el caso en que varias especies formen el respectivo componente, en lo cual entonces la suma en las proporciones en peso de las especies
10 individuales tiene que estar en los límites porcentuales.

Para el caso en que uno o varios de los componentes esté limitado a una especie especial o a un grupo de especies especiales, entonces se permite que las especies excluidas en adelante de este componente estén presentes concretamente aún en los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología, sin embargo no en una cantidad que en total con la especie remanente en el respectivo componente supere los límites
15 porcentuales originales del componente.

Si por ejemplo en una forma de realización particular de la invención se excluyen del principio activo (B) aquellas especies en las cuales $x = 2$ o 3 , entonces es válido para las especies remanentes en el principio activo (B) con $x = 0$ o 1 , que se permita que éstas estén presentes en una cantidad de 5 a 90 % en peso, referida al peso total del agente para el control de la reología. Sin embargo, si las especies remanentes están presentes solo en una
20 proporción de 80 % en peso, entonces se permite que esté presente máximo 10 % en peso, referido al peso total del agente para el control de la reología, de las especies excluidas con $x = 2$ o 3 de la definición limitada del principio activo (B).

Aquellas especies que originalmente eran atribuibles a uno de los componentes (A) o (B), sin embargo por especificación de los respectivos componentes ya no caen bajo su definición, son entonces entendidas como
25 especies del componente (Z) de aditivos, como se define posteriormente. Ellas están por debajo entonces obligatoriamente respecto a su fracción porcentual, junto con las especies remanentes en el componente del cual fueron excluidas, de los límites porcentuales originales del respectivo componente, como se ejemplificó en el párrafo precedente. Están por debajo preferiblemente pero también adicionalmente de los límites indicados preferiblemente para el componente (Z) de aditivos.

30 En una forma particular de realización de la invención, el radical R^{A1} del principio activo (A) contiene al menos un átomo de carbono como átomo del anillo, el cual porta un sustituyente metilo. Preferiblemente el radical R^{A1} no porta ningún otro sustituyente y preferiblemente de modo muy particular porta sólo un sustituyente metilo.

En una forma de realización particularmente preferida del agente de acuerdo con la invención para el control de la reología, el radical R^{A1} del principio activo (A) es totalmente no sustituido. preferiblemente de modo muy particular
35 en este caso el radical R^{A1} es un radical n-propileno o n-butileno, un radical que contiene máximo un átomo de oxígeno como átomo de anillo y este no está unido directamente al radical $O=C-N-R^{A2}$, como en particular un radical CH_2-O-CH_2 , $CH_2-O-CH_2-CH_2$ o $CH_2-CH_2-O-CH_2$.

De modo particularmente preferido, el radical R^{A1} del principio activo (A) contiene exclusivamente átomos de carbono como átomos del anillo, en los que de modo muy particularmente preferido estos son no sustituidos y están
40 unidos cada caso a dos átomos de hidrógeno.

En otra forma de realización del principio activo (A), el radical R^{A1} es un radical hidrocarburo, que está interrumpido como máximo por un átomo de oxígeno, como átomo de anillo.

En una forma preferida de realización del agente de acuerdo con la invención para el control de la reología, el radical R^{A1} del principio activo (A) forma con los grupos $O=C$ y $N-R^{A2}$ un anillo con 5 a 7 átomos de anillo.

45 Para todas las formas de realización previamente mencionadas del principio activo (A) es válido que éste puede combinarse de cualquier forma con los principios activos (B) citados anteriormente, para obtener agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología. Esto es válido de modo muy particular para los principios activos (A) denominados como preferidos.

En el principio activo (B) el radical R^{B1} representa preferiblemente un grupo fenileno o naftileno no sustituido o
50 sustituido con metilo, de modo muy particularmente preferido representa un grupo fenileno, en particular un grupo m-fenileno o un grupo p-fenileno. Tales radicales R^{B1} han probado ser ventajosos para la ejecución del procedimiento de acuerdo con la invención descrito aquí así mismo para la preparación del agente para el control de la reología. Se presume que esto es atribuible a una pequeña envoltura estérica.

Se prefieren agentes para el control de la reología, en los que la cifra x en la fórmula (B) del principio activo (B) representa independientemente uno de otro, 0 o 1.

De modo particularmente preferido, el radical R^{B1} representa un grupo m-fenileno o un grupo p-fenileno y x representa 0 o 1, de modo muy particularmente preferido x representa 1.

5 De modo particularmente preferido, el radical R^{B2} representa hidrógeno.

En otra forma de realización particularmente preferida de los principios activos de la fórmula (B), el radical R^{B1} representa un grupo m-fenileno o un grupo p-fenileno, el radical R^{B2} representa hidrógeno y x representa 0 o 1.

10 De modo particularmente preferido el radical R^{B3} representa un grupo fenileno no sustituido o sustituido con metilo, de modo muy particularmente preferido representa un grupo m-fenileno sustituido con un metilo, como por ejemplo un grupo 6-metil-m-fenileno.

En otra forma particularmente preferida de los principios activos de la fórmula (B), el radical R^{B1} representa un grupo m-fenileno o un grupo p-fenileno, el radical R^{B2} representa hidrógeno, R^{B3} representa un grupo fenileno no sustituido o sustituido con metilo, de modo muy particularmente preferido representa un grupo m-fenileno sustituido con un metilo y x representa 0 o 1, en particular representa 1.

15 Aún más preferidos son los agentes para el control de la reología cuyos radicales R^{B4} son elegidos independientemente uno de otro de entre el grupo consistente en grupos alquilo lineales con en cada caso 7 a 15 átomos de carbono y radicales $R^{B5}(OR^{B6})_n$, en los que el radical R^{B5} representa un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, los n radicales R^{B6} representan independientemente uno de otro etileno y/o propileno y $n = 1$ a 14, preferiblemente es 2 a 13. Entre los radicales R^{B4} mencionados anteriormente se usan ventajosamente de modo
20 particular los grupos alquilo lineales con 7 a 15 átomos de carbono, aún más preferido 8 a 15 átomos de carbono y de modo muy particularmente preferido 9 a 14 átomos de carbono como por ejemplo 10 a 13 átomos de carbono. En una forma de realización preferida de modo muy particular, los radicales R^{B4} son radicales elegidos de entre el grupo consistente en n-decilo, n-undecilo, n-dodecilo, n-tridecilo y n-tetradecilo. Las preferencias mencionadas en este párrafo no son válidas exclusivamente, sino en particular para el uso de los agentes auxiliares de reología en
25 preparaciones que contienen solvente o están libres de solvente, preferiblemente no acuosas.

En una forma de realización particularmente preferida de los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología, es válido que el radical R^{A1} es un radical alquileno no sustituido o sustituido con metilo, que mediante la unión al radical $O=C-NR^{A2}$ forma un anillo con 5 o 6 átomos del anillo,

el radical R^{B1} es un grupo fenileno o naftileno no sustituido o sustituido con metilo,

30 los radicales R^{B2} representan independientemente uno de otro, hidrógeno, metilo o etilo, los radicales R^{B3} representan independientemente uno de otro, grupos fenileno o naftileno no sustituidos o sustituidos con metilo,

los radicales R^{B4} son elegidos independientemente uno de otro de entre el grupo consistente en alquilo lineales o ramificados con en cada caso 7 a 15 átomos de carbono y radicales $R^{B5}(O-R^{B6})_n$, en los que el radical R^{B5} representa un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, los n radicales R^{B6} representan independientemente uno
35 de otro etileno y/o propileno y $n = 1$ a 14, preferiblemente es 2 a 13.

En una forma de realización muy particularmente preferida de los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología, es válido que

el radical R^{A1} es un radical alquileno no sustituido, el cual mediante la unión al radical $O=C-N-R^{A2}$ forma un anillo con 5 o 6 átomos del anillo,

40 el radical R^{B1} es un grupo fenileno no sustituido,

los radicales R^{B2} independientemente uno de otro, son hidrógeno, metilo o etilo, preferiblemente hidrógeno,

los radicales R^{B3} independientemente uno de otro son grupos fenileno no sustituidos o sustituidos con metilo, de modo particularmente preferido grupos fenileno sustituidos con metilo, y

45 los radicales R^{B4} independientemente uno de otro, son elegidos de entre el grupo consistente en grupos alquilo lineales o ramificados con en cada caso 7 a 15 átomos de carbono.

De modo muy particularmente preferido es válido para todas las formas de realización de la invención, en las cuales está presente un radical R^{B5} , que es un radical alquilo con 1 a 4 átomos de carbono como por ejemplo un radical metilo o n-butilo.

De modo muy particularmente preferido, es válido para todas las formas de realización de la invención, en las cuales está presente un radical R^{B6} , que la relación molar de etileno propileno en el radical R^{B6} es por lo menos 3 a 1, preferiblemente por lo menos 5 a 1. De modo particularmente preferido el radical R^{B6} es exclusivamente etileno.

5 Los agentes para el control de la reología, que exhiben los radicales R^{B6} , poseen una compatibilidad particularmente alta en preparaciones polares, en particular cuando el radical R^{B6} es un radical etileno. Es ventajoso también para las preparaciones polares cuando $n = 6$ a 13. Es preferido de modo particular para el uso en preparaciones polares, cuando $n = 6$ a 13 y R^{B6} representa etileno. Tales agentes para el control de la reología son usados preferiblemente en preparaciones polares, y de modo particularmente preferido en preparaciones a base de agua.

10 Preferiblemente los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología contienen los principios activos (A) y (B), en total hasta 40 a 100 % en peso, referido al peso total del agente para el control de la reología, aún más preferido hasta 55 a 100 % en peso, de modo particularmente preferido hasta 65 a 100 % en peso y de modo muy particularmente preferido de 85 a 100 % en peso, referido al peso total del agente de acuerdo con la invención para el control de la reología. En una forma de realización particularmente preferida, el agente de acuerdo con la invención para el control de la reología consiste en los principios activos (A) y (B). Independientemente de
15 ello, se prefiere que la relación porcentual en peso del principio activo (A) al principio activo (B) sea 1:1,5 a 10:1, aún más preferido 1:1,3 a 9,3:1 y de modo particularmente preferido 1:0,7 a 6:1.

De modo particularmente preferido, los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología, son líquidos a temperatura ambiente (25 °C) bajo presión normal (1013 mbar). Tales agentes para el control de la reología poseen una compatibilidad particularmente buena y no tienen que ser transformados primero en
20 soluciones.

En una forma de realización particularmente preferida del agente de acuerdo con la invención para el control de la reología, el principio activo (A) está presente en hasta 20 a 90 % en peso y principio activo (B) en hasta 10 a 80 % en peso, referido en cada caso al peso total del agente para el control de la reología.

25 En una forma de realización muy particularmente preferida del agente de acuerdo con la invención para el control de la reología, el principio activo (A) está presente en hasta 30 a 90 % en peso, mejor aún 50 a 90 % en peso y el principio activo (B) en hasta 10 a 70 % en peso, mejor aún 10 a 50 % en peso, referido en cada caso al peso total del agente para el control de la reología.

30 Aparte de los principios activos (A) y (B) mencionados anteriormente, pueden estar presentes uno o varios componentes (Z) de aditivos (denominados también aquí como componentes (Z)), diferentes de aquellos. En general, es válido que todos los componentes que no caen bajo las definiciones de (A) y (B), pueden ser vistos como componentes (Z).

De este modo, el componente (Z) puede ser un solvente orgánico. Tales solventes (ZL) orgánicos están presentes preferiblemente en una cantidad inferior a 35 % en peso, aún más preferido inferior a 25 % en peso, en particular
35 preferiblemente inferior a 10 % en peso y de modo muy particularmente preferido inferior a 5 % en peso, referida al peso total del agente para el control de la reología. Si el solvente (ZL) está presente, entonces su proporción es preferiblemente 1 a 35 % en peso, de modo particularmente preferido 1 a 25 % en peso, de modo muy particularmente preferido 1 a 10 % en peso, referida al peso total del agente de acuerdo con la invención para el control de la reología.

40 Entran en consideración todos los solventes (ZL) orgánicos conocidos a partir del estado de la técnica, que se comportan de modo químicamente inerte respecto a los otros componentes del agente de acuerdo con la invención para el control de la reología. El solvente (ZL) orgánico puede ser elegido en particular respecto al ámbito posterior de uso del agente para el control de la reología. Con ello, en la elección de un solvente (ZL) correspondiente pueden jugar un papel aspectos como la temperatura de evaporación bajo las condiciones de aplicación posteriores
45 o la compatibilidad química y/o física con los sistemas de aplicación. De este modo, usualmente no es deseable que el solvente (ZL) sea reactivo respecto a los sistemas de aplicación en los cuales se van a incorporar los agentes para el control de la reología, o que conduzca a su coagulación. Los solventes (ZL) son comúnmente líquidos a 25 °C. Esto es válido en particular en presencia de los otros componentes de la composición. Si se usan solventes (ZL), entonces se prefiere que se usen máximo tres, de modo particularmente preferido máximo dos
50 solventes (ZL) diferentes uno de otro. De modo muy particularmente preferido se usa sólo un solvente (ZL).

De modo particularmente preferido, los agentes para el control de la reología están libres de solventes (ZL) orgánicos.

Los límites porcentuales mencionados anteriormente para el uso de un solvente (ZL) son válidos independientemente del número de los diferentes solventes (ZL) usados.

- 5 Preferiblemente, los solventes (ZL) son elegidos de entre el grupo consistente en hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos cicloalifáticos, terpenos, terpenoides, hidrocarburos aromáticos, hidrocarburos clorados, alcoholes, cetonas, ésteres, glicoléteres, éteres, amidas, sulfonas, sulfóxidos, acetales y nitroalcanos. En Kittel, Lehrbuch der Lacke und Beschichtungen, volumen 4 "Lösemittel, Weichmacher und Additive", segunda edición, editorial S. Hirzel Stuttgart, 2007, en particular en la tabla 4.1.23 en las páginas 81-85 se mencionan ejemplos de solventes adecuados que caen entre los conceptos mencionados previamente.
- 10 Preferiblemente, los solventes (ZL) poseen masas molares de 32 a 300 g/mol, preferiblemente de aproximadamente 250 g/mol, de modo particularmente preferido de 32 a aproximadamente 200 g/mol. De modo muy particularmente preferido, los solventes son compuestos monoméricos.
- 15 En una forma de realización de la invención, los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología contienen como componentes (Z) de aditivos de 0,5 a 4,0 % en peso de una sal (ZS), en la que 50 a 100 % en peso, preferiblemente 100 % en peso de la sal (ZS) es una sal de metal alcalino o alcalinotérreo o una sal de amonio, preferiblemente una sal de litio, calcio o magnesio, de modo particularmente preferido una sal de litio o de calcio, la cual posee como anión preferiblemente un anión monovalente, preferiblemente como ion contrario en particular un halogenuro, pseudohalogenuro, formiato, acetato y/o nitrato, de modo muy particularmente preferido un cloruro, acetato y/o nitrato.
- 20 Entre las sales (ZS) se cuentan también los denominados líquidos iónicos, que son diferentes de los solventes (ZL). En el marco de la presente invención, se entienden por líquidos iónicos las sales orgánicas o mezclas de sales orgánicas, cuyo punto de fusión está por debajo de 80 °C, preferiblemente su punto de fusión está por debajo de 50 °C, de modo particularmente preferido por debajo de 30 °C y de modo muy particularmente preferido por debajo de 20 °C. Los líquidos iónicos particularmente preferidos aquí, son líquidos a temperatura ambiente. Por ejemplo, los líquidos iónicos descritos en el documento WO 2010/063358 A1 son líquidos iónicos utilizables de modo muy particularmente preferido como sales (ZS).
- 25 Si la composición contiene como sal (ZS) un líquido iónico, entonces éste está presente preferiblemente en una cantidad de 5 a 50 % en peso.
- Aparte de los mencionados componentes (A), (B), (ZL) y (ZS), pueden estar presentes uno o varios componentes (ZV) diferentes de aquellos componentes. En general, es válido que todos los componentes que no caen bajo las definiciones de (A), (B), (ZL) y (ZS) sean vistos como componentes (ZV).
- Para ello, pueden ser por ejemplo otras sustancias (ZV) monoméricas, oligoméricas o poliméricas.
- 30 Preferiblemente está presente 0 a máximo 20 % en peso, de modo particularmente preferido 0 a 10 % en peso y de modo muy particularmente preferido 0 a 5 % en peso, en especial preferiblemente 0 a 3 % en peso de componentes (ZV), referidos al peso total del agente para el control de la reología. Preferiblemente, el agente para el control de la reología está libre de componentes (ZV).
- 35 Con total independencia de las cantidades preferidas de componentes (ZV) referidas al peso total del agente para el control de la reología, es válido que la relación en peso de las especies que forman el componente (B) al peso total de las especies que forman el componente (ZV) es preferiblemente $>1 : 0,5$, de modo particularmente preferido $>1 : 0,25$ y de modo muy particularmente preferido $>1 : 0,1$.
- 40 Si el componente (ZV) contiene especies que tienen grupos hidroxilo, entonces su número de hidroxilo es preferiblemente inferior a 15 mg KOH/g. Preferiblemente, en las respectivas especies está presente máximo un grupo hidroxilo. De modo muy particularmente preferido el componente (ZV) no contiene ninguna especie que contiene grupos hidroxilo.
- 45 El componente (ZV) está preferiblemente libre de los denominados agentes de entrecruzamiento. En el sentido de esta invención, los agentes de entrecruzamiento son en particular poliisocianatos con grupos isocianato libres o bloqueados, resinas de amino, como por ejemplo resinas de melamina, resinas de urea-formaldehído, y resinas de benzoguanamina, poliaminas y poliepóxidos.
- Los componentes (Z) de aditivos consisten, en tanto sean usados en los agentes para el control de la reología, en una o varias especies elegidas de entre el grupo consistente en solventes (ZL) orgánicos, sales (ZS) y otros aditivos (ZV) monoméricos, oligoméricos o poliméricos.
- 50 En una forma preferida de realización, el agente de acuerdo con la invención para el control de la reología, referido en cada caso al peso total del agente para el control de la reología, consiste en
- i. 20 a 85 % en peso de (A),

ii. 10 a 65 % en peso de (B),

iii. 0 a 35 % en peso de (ZL),

5 iv. 0,5 a 4 % en peso de (ZS), cuando (ZS) representa una o varias sales de metales alcalinos o alcalinotérreos o una sal de amonio con anión monovalente elegido de entre el grupo de los halogenuros, pseudohalogenuros, formiatos, acetatos y/o nitratos, o 5 a 50 % en peso de (ZS), cuando (ZS) representa un líquido iónico,

v. 0 a 20 % en peso de (ZV).

En una forma particularmente preferida de realización, el agente de acuerdo con la invención para el control de la reología consiste, referido en cada caso al peso total del agente para el control de la reología, en

i. 30 a 80 % en peso de (A),

10 ii. 15 a 60 % en peso de (B),

iii. 0 a 25 % en peso de (ZL),

iv. 0,5 a 4 % en peso de (ZS), cuando (ZS) representa una o varias sales de metal alcalino o alcalinotérreo o sal de amonio con anión monovalente elegido de entre el grupo de los halogenuros, pseudohalogenuros, formiatos, acetatos y/o nitratos, o 5 a 50 % en peso de (ZS), cuando (ZS) representa un líquido iónico,

15 v. 0 a 10 % en peso de (ZV).

En una forma de realización muy particularmente preferida, el agente de acuerdo con la invención para el control de la reología consiste, referido en cada caso al peso total del agente para el control de la reología, en

i. 35 a 75 % en peso de (A),

ii. 20 a 55 % en peso de (B),

20 iii. 0 a 25 % en peso de (ZL),

iv. 0,5 a 4 % en peso de (ZS), cuando (ZS) representa una o varias sales de metales alcalinos o alcalinotérreos o una sal de amonio con anión monovalente elegido de entre el grupo de los halogenuros, pseudohalogenuros, formiatos, acetatos y/o nitratos, o 5 a 50 % en peso de (ZS), cuando (ZS) representa un líquido iónico,

v. 0 a 5 % en peso de (ZV).

25 Para todas las formas de realización mencionadas anteriormente, en particular las preferidas, particularmente preferidas y muy particularmente preferidas, es válido que preferiblemente no están presentes los componentes (ZL) o (ZV), en particular (ZL) y (ZV).

30 Para todas las formas de realización mencionadas anteriormente, en particular las preferidas, particularmente preferidas y muy particularmente preferidas, es válido que preferiblemente los componentes (ZL) contienen como especies, exclusivamente solventes orgánicos con un peso molecular de hasta 300 g/mol.

Para todas las formas de realización mencionadas anteriormente, en particular las preferidas, particularmente preferidas y muy particularmente preferidas, es válido que en el componente (ZV), en tanto esté presente y en tanto contenga especies que tienen grupos hidroxilo, el número de hidroxilo de las especies es preferiblemente inferior a 15 mg KOH/g.

35 Preferiblemente entonces, en las respectivas especies está presente máximo un grupo hidroxilo. De modo muy particularmente preferido el componente (ZV) no contiene especies que tienen grupos hidroxilo.

40 Para todas las formas de realización mencionadas anteriormente, en particular las preferidas, particularmente preferidas y muy particularmente preferidas, es válido que el componente (ZV) es preferentemente libre de los denominados agentes de entrecruzamiento. En el sentido de esta invención, los agentes de entrecruzamiento son en particular poliisocianatos con grupos isocianato libres o bloqueados, resinas amino, como por ejemplo resinas de melamina, resinas de urea-formaldehído y resinas de benzoguanamina, poliaminas y poliepóxidos.

45 Los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología pueden contener, como fue presentado anteriormente, aparte de los componentes (A), (B), (ZL) y (ZS) aún los otros componentes (ZV) mencionados anteriormente y consisten en tal caso preferiblemente en los componentes (A), (B), (ZL), (ZS) y (ZV), en los que (ZL), (ZS) y (ZV) son facultativos. Con ello, los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología pueden consistir también en los componentes (A), (B), (ZL) y (ZS). En una forma preferida de realización, ellos

consisten en (A), (B) y (ZL) o en particular (A), (B) y (ZS), y en una forma muy particularmente preferida de realización en (A) y (B). Las combinaciones preferidas y particularmente preferidas mencionadas anteriormente de los componentes son independientes de la realización específica de los componentes individuales.

5 Los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología no contienen preferiblemente pigmentos ni materiales de relleno. Independientemente de ello, los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología contienen preferiblemente menos de 5 % en peso, de modo particularmente preferido menos de 3 % en peso y de modo muy particularmente preferido menos de 1 % en peso de agua, referido al peso total del agente para el control de la reología. De modo muy particularmente preferido, los agentes para el control de la reología son esencialmente anhídros.

10 Puesto que los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología exhiben comúnmente una buena estabilidad al almacenamiento, los componentes allí presentes son preferiblemente químicamente inertes uno respecto a otro. Esto es válido en particular para los componentes (A), (B), (ZL), (ZS) y (ZV) entre ellos.

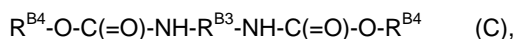
15 Otro objetivo de la invención son preparaciones que comprenden de 0,05 a 10 % en peso, preferiblemente de 0,1 a 9 % en peso, de modo particularmente preferido 0,2 a 5 % en peso y de modo muy particularmente preferido 0,5 a 3 % en peso de un agente de acuerdo con la invención para el control de la reología, referido al peso total de la preparación, en el que la preparación es elegida preferiblemente de entre el grupo consistente en composiciones de agentes de recubrimiento, formulaciones de plásticos, pastas de pigmentos, formulaciones de materiales sellantes, cosméticos, formulaciones cerámicas, formulaciones de adhesivos, masas para inyección, formulaciones para materiales para construcción, lubricantes, masillas, colores para impresión y tintas, así como agentes auxiliares, para la minería de petróleo y gas natural.

20 Las preparaciones son preferiblemente preparaciones que tienen solventes, o son libres de solvente, en particular no acuosas. En el sentido de esta invención, como "no acuosas" se entienden aquellas preparaciones, que poseen un contenido de agua inferior a 5 % en peso, preferiblemente inferior a 2 % en peso, referido al peso total de la preparación. De modo muy particularmente preferido, las preparaciones son esencialmente anhídras, es decir contienen, si se requiere, trazas de agua, entendiéndose por tales las cantidades inferiores a 0,5 % en peso, referidas al peso total de la preparación.

25 En una forma alternativa de realización, son preparaciones acuosas. Se entienden por tales, aquellas que contienen por lo menos 15 % en peso, preferiblemente por lo menos 40 % en peso de agua. En particular en tales preparaciones se usan de manera ventajosa los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología, que como radicales R^{B4} exhiben radicales de la fórmula $R^{B5}(O-R^{B6})_n$ en el marco de las definiciones anteriores, en las que R^{B6} representa de modo muy particularmente preferido etileno.

30 Para otras formas de realización, los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología contienen menos de 0,5 % molar, de modo particularmente preferido menos de 0,2 % molar y de modo muy particularmente preferido no contienen grupos isocianato, referido a la cantidad total de los compuestos de acuerdo con las fórmulas (A) y (B). Tales agentes para el control de la reología tienen en particular baja tendencia a las reacciones secundarias y poseen una estabilidad al almacenamiento particularmente buena.

35 Para otras formas de realización, la combinación de acuerdo con la invención de principios activos contiene menos de 3 % molar de compuestos de acuerdo con la fórmula (C), preferiblemente menos de 2 % molar, de modo muy particularmente preferido inferior a 1 % molar, referido al peso total de compuestos de acuerdo con la fórmula (B) y fórmula (C)

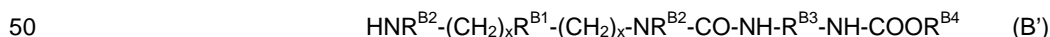


en la que R^{B3} y R^{B4} tienen los significados de acuerdo con la fórmula (B).

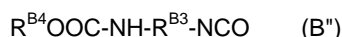
45 El compuesto previamente mencionado de acuerdo con la fórmula (C) describe un producto secundario de las rutas convencionales de síntesis. Ha probado ser ventajoso mantener tan baja como sea posible la cantidad de este producto secundario.

Otro objetivo de la invención es también un procedimiento para la fabricación de un agente de acuerdo con la invención para el control de la reología, en el que

(a) se fabrica por lo menos un principio activo de la fórmula general (B), mediante reacción de un compuesto de la fórmula general (B')



con un compuesto (B")



en el que

el radical R^{B1} es elegido de entre el grupo de los radicales fenileno, naftileno, fenantrileno y antracileno no sustituidos, sustituidos con metilo y/o etilo,

- 5 los radicales R^{B2} representan independientemente uno de otro hidrógeno o radical alquilo con 1 a 3 átomos de carbono,

los radicales R^{B3} representan independientemente uno de otro radicales fenileno, naftileno, fenantrileno y antracileno no sustituidos, sustituidos con metilo y/o etilo, y

- 10 el radical R^{B4} es elegido independientemente uno de otro de entre el grupo consistente en radicales alquilo o alqueno lineales o ramificados con en cada caso 7 a 15 átomos de carbono y radicales $R^{B5}(O-R^{B6})_n$, en los que

el radical R^{B5} representa un grupo alquilo con 1 a 6 átomos de carbono, los n radicales R^{B6} representan independientemente uno de otro etileno y/o propileno y n = 2 a 13, y

los dígitos x representan independientemente uno de otro 0, 1, 2 o 3; y

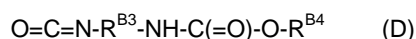
- 15 (b1) la preparación del por lo menos un principio activo de la fórmula general (B) ocurre en presencia de por lo menos un principio activo de la fórmula (A) o

(b2) a continuación de la preparación del por lo menos un principio activo de la fórmula general (B) se mezcla por lo menos un principio activo de la fórmula (A) con el principio activo de la fórmula (B).

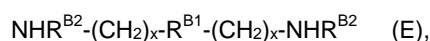
- 20 En las formas de realización anteriores, pero también en otras, del procedimiento de preparación de acuerdo con la invención, la preparación del principio activo de acuerdo con la fórmula (B) ocurre preferiblemente en presencia de una sal de un metal alcalino o alcalinotérreo, preferiblemente de litio, magnesio y calcio. En particular, las sales de litio han probado ser particularmente ventajosas. Preferiblemente, la sal se elige de entre el grupo de los halogenuros, pseudohalogenuros, formiatos, acetatos y nitratos, de modo particularmente preferido de entre el grupo de los cloruros y nitratos. Son ejemplos de sales alcalinas y sales alcalinotérricas, que han probado ser particularmente ventajosas, LiCl y LiNO₃.

- 25 En otras formas de realización, la cantidad de sales de litio en los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología es preferiblemente de por lo menos 0,5 % en peso, de modo más preferido por lo menos 0,75 % en peso, aún más preferido por lo menos 1,0 % en peso, y de modo muy particularmente preferido 1,5 % en peso, referida a la cantidad total de principios activos de acuerdo con la fórmula (A) y principios activos de acuerdo con la fórmula (B).

- 30 En otra forma de realización, el compuesto de acuerdo con la fórmula (B) es preparado mediante reacción de un compuesto de acuerdo con la fórmula (D)



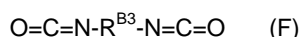
con un compuesto de acuerdo con la fórmula (E)



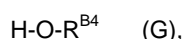
- 35 en la que todos los radicales son definidos como para la fórmula (B).

También, la preparación de los compuestos de acuerdo con la fórmula (D) puede ocurrir por medio de procedimientos familiares para los expertos. Por ejemplo, esto puede suceder mediante reacción de ésteres de ácido clorocarbónico con aminas o de isocianatos con alcoholes. Ha probado ser muy ventajoso el procedimiento de preparación mediante reacción de isocianatos con alcoholes.

- 40 Por ejemplo, el compuesto de acuerdo con la fórmula (D) puede ser preparado mediante reacción de un compuesto de acuerdo con la fórmula (F)



con un compuesto de acuerdo con la fórmula (G)



- 45 en la que todos los radicales están definidos como anteriormente.

- En otras formas de realización, la preparación del compuesto de acuerdo con la fórmula (D) ocurre mediante uso de cantidades aproximadamente equimolares de compuestos de acuerdo con la fórmula (F) y la fórmula (G). Preferiblemente, la relación de compuestos de acuerdo con la fórmula (F) a compuestos de acuerdo con la fórmula (G) es 1,25:1 a 1:1,25, de modo más preferido 1,15:1 a 1:1,15, aún más preferido 1,07:1 a 1:1,07. En particular se prefiere que los compuestos de acuerdo con la fórmula (F) y la fórmula (G) sean usados en cantidad equimolar. Esto ofrece un acceso muy eficiente a los compuestos en cuestión, sin embargo requiere gran cuidado en la conducción de la reacción. En particular, ha probado ser ventajoso mantener baja la temperatura de reacción, preferiblemente por debajo de 45 °C, más preferiblemente por debajo de 40 °C.
- En otra forma de realización, la preparación del compuesto de acuerdo con la fórmula (D) ocurre mediante el uso de compuestos de acuerdo con la fórmula (F) y la fórmula (G), en la que se usa un exceso molar del compuesto de acuerdo con la fórmula (F). Preferiblemente la relación molar de compuestos de acuerdo con la fórmula (F) a compuestos de acuerdo con la fórmula (G) es 4:1 a 1,25:1, de modo más preferido 3:1 a 1,5:1, aún más preferido 2,5:1 a 1,75:1, de modo muy particularmente preferido aproximadamente 2:1.
- Otro objetivo de la invención es el uso de los agentes de acuerdo con la invención para el control de la reología, para el espesamiento y/o la tixotropía de preparaciones líquidas, en particular de preparaciones de los tipos mencionados antes y posteriormente, que se especifican más a continuación.
- Aparte de los componentes mencionados anteriormente de los agentes para el control de la reología, las preparaciones pueden contener adicionalmente aditivos corrientes. Son ejemplos de aditivos los agentes antibloqueo, estabilizantes, antioxidantes, pigmentos, humectantes, agentes de dispersión, emulsificantes, sustancias que absorben UV, captore de radicales, aditivos de deslizamiento, antiespumantes, promotores de adherencia, agentes de fluidez, ceras, nanopartículas, agentes auxiliares que forman película, agentes ignífugos u otros agentes para el control de la reología, diferentes de la composición de acuerdo con la invención. Son aditivos preferidos los humectantes, agentes de dispersión y/o emulsificantes.
- Las lacas, colorantes para impresión y tintas, como por ejemplo tintas para inyección a chorro pueden ser tanto lacas, colorantes para impresión y tintas que tienen solvente, como también libres de solvente o a base de agua. Las lacas son utilizables en los campos más diversos de aplicación, entre otros en el campo de las lacas para automóviles, lacas para construcción, lacas protectoras (entre otros el lacado de barcos y puentes), lacas para la cobertura de latas y bobinas, lacas para madera y muebles, lacas industriales, lacas plásticas, lacas para alambres, recubrimientos de alimentos y semillas así como también las denominadas resistencias de color, que son usadas para filtros de color, por ejemplo en pantallas de cristal líquido así como tintas electrónicas. El campo de aplicación de los agentes de recubrimiento, en particular de las lacas, comprende también materiales pastosos, los cuales exhiben por regla general una cantidad muy elevada de sólidos y una baja fracción de componentes líquidos y sirven en la fabricación de agentes de recubrimiento, por ejemplo las denominadas pastas de pigmentos o también pastas a base de partículas metálicas o polvos metálicos finamente divididos (por ejemplo a base de plata, cobre, zinc, aluminio, bronce, latón).
- En las formulaciones de plásticos pueden ser los materiales de partida (líquidos) para la fabricación de los materiales plásticos, que reaccionan preferiblemente mediante un proceso de entrecruzamiento químico ("curado" hasta dar un durómero). Por ello, las preparaciones plásticas preferidas son resinas de poliéster insaturado, resinas de vinilo, resinas de acrilato, resinas de epóxido, resinas de poliuretano, resinas de formaldehído (como resinas de melanina-formaldehído o resinas de urea-formaldehído). Estas pueden ser curadas bajo las más diversas condiciones, así por ejemplo temperatura ambiente (sistemas de curado en frío) o a temperatura elevada (sistema de curado en caliente), dado el caso también bajo aplicación de presión (aplicación de "molde cerrado", composición de moldeo en lámina o composición de moldeo a granel). Entre las formulaciones plásticas preferidas se cuentan también los plastisoles de PVC.
- En las composiciones para cosméticos pueden ser composiciones líquidas diversas, que son usadas en el denominado campo de cuidado personal o también de cuidado de la salud, así por ejemplo, lociones, cremas, pastas (por ejemplo pasta dental), espumas (por ejemplo espuma para afeitarse), geles (por ejemplo gel para afeitarse, gel para ducha, principios activos medicinales en forma de formulación en gel), champú para el cabello, jabones líquidos, laca para uñas, lápices labiales y colorantes para el cabello.
- En las formulaciones para la construcción pueden ser materiales líquidos o pastosos para el procesamiento, que se usan en el sector de la construcción y después del curado se tornan duros, así por ejemplo aglutinantes hidráulicos como hormigón, cemento, mortero, adhesivo para baldosas y yeso.
- En los lubricantes son agentes que sirve para lubricar, es decir para reducir la fricción y desgaste, así como para la transmisión de fuerza, enfriamiento, amortiguación de las vibraciones, acción de sellamiento y la protección contra la corrosión, en los que se prefieren lubricantes líquidos y grasas lubricantes. También se cuentan en la definición de lubricantes, los aditivos de deslizamiento y agentes líquidos para taladrar ("fluidos para taladrar", como se usa

en la extracción de petróleo).

En los aditivos puede ser todos los materiales de trabajo líquidos bajo condiciones de procesamiento, que puede unir componentes de ensamble mediante adherencia de superficies y resistencia interna. Los adhesivos pueden tener solventes, ser libres de solvente o basarse en agua.

- 5 Los siguientes ejemplos sirven para aclarar adicionalmente la presente invención, sin permitir entenderlos sin embargo como limitación.

Fabricación y prueba técnica de aplicación de las combinaciones de principio activo adecuadas como agentes para el control de la reología

Fabricación de los principios activos del tipo (A):

- 10 Fabricación de n-propilbutirolactama:

En un autoclave con agitación se colocaron previamente 60,0 g (1 mol) de n-propilamina y se calentó a 60 °C. En un periodo de 45 minutos se añadieron bajo agitación 86,0 g (1 mol) de butirolactona. Con ello, la temperatura se elevó a 95 °C. Se agitó por otras 4 horas a 90 °C. Después de esto se transfirió la mezcla de reacción a un matraz redondo con agitador, enfriador de reflujo, separador de agua y embudo de goteo y se calentó a 100 °C. Bajo agitación a continuación se aumentó entonces la temperatura en 15 °C por hora. La reacción posterior ocurrió adicionalmente por 10 horas a 200 °C. Durante la totalidad del tiempo de reacción se separó mediante destilación el agua de reacción formada.

- 15 Se obtuvo un líquido amarillo claro con un número de amina de 4 mg KOH/g. Se purificó el producto de reacción por destilación mediante un evaporador de capa delgada, a 120 °C y <1 mbar.

- 20 Fabricación de n-pentilbutirolactama:

En un recipiente de reacción (matraz redondo con agitador, enfriador de reflujo, separador de agua y embudo de goteo) se colocaron previamente bajo atmósfera de nitrógeno a 60 °C, 104,4 g (1,2 mol) de n-pentilamina. En un periodo de 35 minutos se agregaron gota a gota bajo agitación 86,0 g (1,0 mol) de butirolactona. Con ello, la temperatura aumentó a 80 °C. Se aumentó la temperatura por 2 horas a 110 °C, a continuación por 4 horas a 200 °C, después por 7 horas a 230 °C y al respecto se separó por destilación de manera continua el agua de reacción formada. Una vez terminado el tiempo de reacción surgió un líquido poco viscoso amarillo marrón con un número de amina de 4,5mg KOH/g. Se purificó el producto de reacción mediante destilación por medio de un evaporador de capa delgada a 120 °C y <1 mbar. El número de amina fue entonces <1 mg KOH/g.

- 25 Fabricación de n-hexilbutirolactama (ejemplo de comparación no de acuerdo con la invención):

Fabricación de n-hexilbutirolactama (ejemplo de comparación no de acuerdo con la invención):

- 30 En un recipiente de reacción (matraz redondo con agitador, enfriador de reflujo, separador de agua y embudo de goteo) se colocaron previamente bajo atmósfera de nitrógeno a 60 °C, 121,0 g (1,2 mol) de n-hexilamina. En un periodo de 45 minutos se agregaron gota a gota bajo agitación 86,0 g (1,0 mol) de butirolactona. Con ello, la temperatura aumentó a 75 °C. Se aumentó la temperatura por 2 horas a 110 °C, a continuación por 4 horas a 200 °C, después por 7 horas a 230 °C y al respecto se separó por destilación de manera continua el agua de reacción formada. Una vez terminado el tiempo de reacción surgió un líquido naranja claro con un número de amina de 4,5mg KOH/g y un número de hidroxilo de 12,4 mg KOH/g. Se purificó el producto de reacción mediante destilación por medio de un evaporador de capa delgada a 120 °C y <1 mbar.

- 35 Fabricación de las combinaciones de acuerdo con la invención de principios activos y una combinación de ejemplo

Ejemplo 1

- 40 Paso 1

Primero se preparan 64,4 g de un producto de monoación de diisocianato de acuerdo con el documento EP 1188779 a partir de un polietilenglicolmonobutiléter con un número de hidroxilo de 220 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN / ISO 4629) y una mezcla de 35% de 2,4-toluidiisocianato y 65% 2,6-toluidiisocianato.

Paso 2

- 45 Se provee un matraz de cuatro cuellos, con agitador, embudo de goteo, termómetro y enfriador de reflujo. Se colocan previamente 64,5 g de propilbutirolactama y bajo atmósfera de nitrógeno y bajo agitación se calienta a 120 °C. Se añaden 5,1 g de cloruro de litio y a esta temperatura se disuelven bajo agitación en 1 hora. A continuación se reduce la temperatura a 80 °C. Se añaden 10,2 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla. Se añade lentamente gota a gota a la solución de amina el producto de adición de isocianato preparado de antemano (Paso

1), bajo agitación en el intervalo de 1 hora, de modo que la temperatura no supera 85 °C. Para completar la reacción, se agita la mezcla de reacción por otras 3 horas a 80 °C. Se obtiene un producto ligeramente turbio, amarillento y viscoso. El número de amina está en 5,2 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN 16945). El producto contiene 52 % en peso del principio activo (B).

5 Ejemplo 2

Paso 1

Primero se preparan 64,4 g de un producto de monoación de diisocianato de acuerdo con el documento EP 1188779 a partir de un polietilenglicolmonobutiléter con un número de hidroxilo de 220 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN / ISO 4629) y una mezcla de 35% 2,4-tolulendiisocianato y 65% 2,6-tolulendiisocianato.

10 Paso 2

Se provee un matraz de cuatro cuellos, con agitador, embudo de goteo, termómetro y enfriador de reflujo. Se colocan previamente 118,2 g de pentilbutirolactama y bajo atmósfera de nitrógeno y bajo agitación se calienta a 120 °C. Se agregan 4,2 g de cloruro de litio y a esta temperatura se disuelven bajo agitación en 1 hora. A continuación se reduce la temperatura a 80 °C. Se añaden 10,2 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla. Se añade lentamente gota a gota a la solución de amina el producto de adición de isocianato preparado de antemano (Paso 1), bajo agitación en el intervalo de 1 hora, de modo que la temperatura no supera 85 °C. Para completar la reacción, se agita la mezcla de reacción por otras 3 horas a 80 °C. El número de amina está en 3,6 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN 16945). El producto contiene 38 % en peso del principio activo (B)

Ejemplo 1 de comparación

20 Paso 1

Primero se preparan 64,4 g de un producto de monoación de diisocianato de acuerdo con el documento EP 1188779 a partir de un polietilenglicolmonobutiléter con un número de hidroxilo de 220 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN / ISO 4629) y una mezcla de 35% de 2,4-tolulendiisocianato y 65% de 2,6-tolulendiisocianato.

Paso 2

25 Se provee un matraz de cuatro cuellos, con agitador, embudo de goteo, termómetro y enfriador de reflujo. Se colocan previamente 72,7 g de etilbutirolactama y bajo atmósfera de nitrógeno y bajo agitación se calienta a 120 °C. Se añaden 4,2 g de cloruro de litio y a esta temperatura se disuelven bajo agitación en 1 hora. A continuación se reduce la temperatura a 80 °C. Se agregan 10,2 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla. Se añade lentamente gota a gota a la solución de amina el producto de adición de isocianato preparado de antemano (Paso 1), bajo agitación en el intervalo de 1 hora, de modo que la temperatura no supera 85 °C. Para completar la reacción, se agita la mezcla de reacción por otras 3 horas a 80 °C. Se obtiene un producto amarillo claro. El número de amina está en 1 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN 16945). El producto contiene 49 % en peso del principio activo (B), sin embargo no principio activo (A), no obstante en su lugar etilbutirolactama.

Ejemplo 2 de comparación

35 Paso 1

Primero se preparan 64,4 g de un producto de monoación de diisocianato de acuerdo con el documento EP 1188779 a partir de un polietilenglicolmonobutiléter con un número de hidroxilo de 220 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN / ISO 4629) y una mezcla de 35% de 2,4-tolulendiisocianato y 65% de 2,6-tolulendiisocianato.

Paso 2

40 Se provee un matraz de cuatro cuellos, con agitador, embudo de goteo, termómetro y enfriador de reflujo. Se colocan previamente 72,7 g de metilbutirolactama y bajo atmósfera de nitrógeno y bajo agitación se calienta a 120 °C. Se añaden 4,2 g de cloruro de litio y a esta temperatura se disuelven bajo agitación en 1 hora. A continuación se reduce la temperatura a 80 °C. Se agregan 10,2 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla. Se añade lentamente gota a gota a la solución de amina el producto de adición de isocianato preparado de antemano (Paso 1), bajo agitación en el intervalo de 1 hora, de modo que la temperatura no supera 85 °C. Para completar la reacción, se agita la mezcla de reacción por otras 3 horas a 80 °C. Se obtiene un producto amarillo claro. El producto contiene 49 % en peso del principio activo (B), sin embargo no principio activo (A), no obstante en su lugar metilbutirolactama.

Ejemplo 3 de comparación

Paso 1

Primero se preparan 64,4 g de un producto de monoación de diisocianato de acuerdo con el documento EP 1188779 a partir de un polietilenglicolmonobutiléter con un número de hidroxilo de 220 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN / ISO 4629) y una mezcla de 35% de 2,4-toluidiisocianato y 65% de 2,6-toluidiisocianato.

5 Paso 2

Se provee un matraz de cuatro cuellos, con agitador, embudo de goteo, termómetro y enfriador de reflujo. Se colocan previamente 118,2 g de hexilbutirolactama y bajo atmósfera de nitrógeno y bajo agitación se calienta a 120 °C. Se añaden 4,2 g de cloruro de litio y a esta temperatura se disuelven bajo agitación en 1 hora. A continuación se reduce la temperatura a 80 °C. Se añaden 10,2 g de m-xililendiamina y se homogeneiza la mezcla. Se añade lentamente gota a gota a la solución de amina el producto de adición de isocianato preparado de antemano (Paso 1), bajo agitación en el intervalo de 1 hora, de modo que la temperatura no supera 85 °C. Para completar la reacción, se agita la mezcla de reacción por otras 3 horas a 80 °C. El número de amina está en 3,1 mg KOH/g (determinado de acuerdo con DIN 16945). El producto contiene 38 % en peso del principio activo (B), sin embargo no principio activo (A), no obstante en su lugar hexilbutirolactama.

15 Sistema de ensayo para la valoración de la fuerza de gel y la turbidez

Para esta serie de ensayos se ajusta - en caso de ser necesario - mediante adición de otra cantidad del respectivo compuesto del tipo (A) (o el respectivo compuesto metilbutirolactama o etilbutirolactama presente en los ejemplos de comparación no de acuerdo con la invención) a la composición para todos los productos ensayados, un contenido del compuesto (B) de urea de 38 % en peso en la composición de aditivo.

20 En un matraz de vidrio de 100 ml se colocan previamente 50 g de la mezcla de solvente consistente en n-butilacetato/Dowanol PM 75:25 (p/p) y a continuación se incorpora el respectivo aditivo bajo agitación con un aparato de disolución del tipo Dispermat CV (disco dentado d = 2,5 cm a 1000 rpm). Al respecto, se eligió en todos los casos una dosificación que correspondía a 0,5 % en peso del principio activo (B) (referida a la masa total de butilacetato y Dowanol PM). Una vez ocurrió la adición se agitó adicionalmente por 1 minuto.

25 A continuación se dejaron las muestras por 1 hora a temperatura ambiente y a continuación se evaluó visualmente la fuerza de gel, como medida de la eficacia reológica y la compatibilidad del aditivo en el sistema, en virtud de la turbidez.

Para la fuerza del gel, es válida en ello la siguiente escala de valoración: 1 (muy fuerte), 2 (fuerte), 3 (media), 4 (muy débil) y 5 (sin gel). Para la evaluación de la turbidez (compatibilidad) es válida la siguiente escala: 1 (clara), 2 (ligeramente turbia), 3 (turbia), 4 (fuertemente turbia) y 5 (muy fuertemente turbia). Por ello, tanto para la fuerza del gel como también para la turbidez es válido que son ventajosos valores bajos en las respectivas escalas.

30

Tabla 1

Producto	Principio activo (A)	Fuerza del gel	Turbidez
Sin agentes para el control de la reología	-	5	1
Ejemplo 1 de comparación	Etil butirolactama *	4	1 - 2
Ejemplo 1	Propil butirolactama	1-2	1
Ejemplo 2	Pentilbutirolactama	1	1
Ejemplo 3 de comparación	Hexilbutirolactama *	2-3	2
*ningún principio activo (A) de acuerdo con la invención			

35 En la tabla 1 es detectable que los ejemplos 1 y 3 de comparación no de acuerdo con la invención poseen una fuerza de gel claramente más mala que la de los Ejemplos 1 y 2 de acuerdo con la invención.

Sistema de prueba para la evaluación de la estabilidad bajo carga:

De manera análoga a la serie de pruebas anterior, se ajustan - en caso de ser necesario - mediante adición de otra cantidad del respectivo compuesto del tipo (A) (o el respectivo compuesto metilbutirolactama o etilbutirolactama

presente en los ejemplos de comparación no de acuerdo con la invención) a la composición para todos los productos ensayados, de un contenido de compuesto (B) de urea de 38 % en peso en la composición de aditivo.

5 En un matraz de vidrio de 150 ml se colocan previamente 75,0 g de formulación de película gruesa Epikote 1001 (componente 1) y a continuación se incorpora el respectivo aditivo bajo agitación con el Dispermat CV (disco dentado d = 2,5 cm a 1000 rpm). Al respecto, se eligió en todos los casos una dosificación que correspondía a 1,0 % en peso del principio activo (B) (referida a la laca total). Una vez ocurrida la adición, se agita adicionalmente por 1 minuto. A continuación se dejan las muestras por 1 día a 25 °C y se evalúa la estabilidad bajo carga, después de incorporar el agente de curado (componente 2), como una medida de la eficacia reológica. Para ello, se somete a cizallamiento la muestra primero 5 min en un vibrador Andalok (modelo "Natalie"). Directamente después del cizallamiento ocurre la aplicación con la rasqueta en pasos (modelo: Erichsen 421/S, grosores de capa 50-500 µm así como 550-1000 µm) y un banco automático de tracción de BYK-Gardner a una velocidad de 5 cm/s sobre cartas de contraste. Después de la aplicación se suspenden las cartas de contraste de manera directamente horizontal, para el secado. Después del secado se determina el grosor de capa en "µm húmedo", con el cual la laca no escurre, es decir no es perceptible corrimiento o formación de protuberancias. Cuanto mayor es el valor para la estabilidad bajo carga mediante uso de la misma sustancia activa, tanto mejor es la eficacia reológica después de la carga de cizallamiento.

Receta:

Componente 1:

Epikote 1001-X-75 ¹	42,7
BYK-052 ²	0,3
Bayferrox 130 M ³	5,0
Blanc Fixe N ⁴	38,0
50 °C, 30 min., 8500 U./min., 4cm disco dentado	
Metil isobutil cetona / iso-butanol (7:3)	14,0
	100,0

¹ resina de Bisfenol A, disuelta en xileno (Hexion Specialty Chemicals)

² antiespumante libre de silicona a base de polímero (Byk Chemie GmbH)

³ pigmento de óxido de hierro rojo micronizado (Lanxess)

⁴ sulfato de varios sintético (Sachtleben)

20 Componente 2:

Epikure 3115-X-70 ⁵	15,0
	115,0

⁵ solución de un agente de curado de poliamida en xileno (Momentive)

Tabla 2

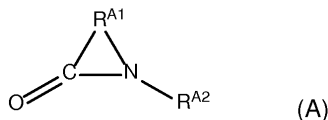
Producto	Estabilidad del producto bajo carga (µm húmedo)
Sin agentes para el control de la reología	150
Ejemplo 1 de comparación *	450
Ejemplo 2 de comparación *	450
Ejemplo 2	600
*no contiene principios activos (A) de acuerdo con la invención	

En la tabla 2 es detectable que los ejemplos 1 y 2 de comparación no de acuerdo con la invención hacen posible una estabilidad bajo carga más mala (es decir menor espesor máximo de capa), comparados con el producto de acuerdo con la invención del Ejemplo 2.

REIVINDICACIONES

1. Agente para el control de la reología, que comprende

10 a 95 % en peso de por lo menos un principio activo de la fórmula general (A)

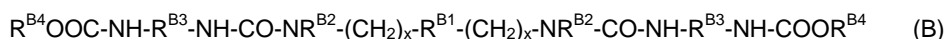


5 en la que

R^{A1} representa un radical que forma dos enlaces, saturado, acíclico, no sustituido o sustituido con metilo, el cual mediante la unión al radical O=C-N-R^{A2} forma un anillo con 5 a 8 átomos del anillo, y el radical R^{A2} representa un grupo alquilo con 3 a 5 átomos de carbono,

y

10 5 a 90 % en peso de por lo menos un principio activo de la fórmula general (B)



en la que

15 el radical R^{B1} es elegido de entre el grupo de los radicales fenileno, naftileno, fenantrileno y antracileno no sustituidos, sustituidos con metilo y/o etilo, los radicales R^{B2} representan independientemente uno de otro hidrógeno o radical alquilo con 1 a 3 átomos de carbono,

los radicales R^{B3} representan independientemente uno de otro grupos fenileno, naftileno, fenantrileno y antracileno no sustituidos, sustituidos con metilo y/o etilo, y

los radicales R^{B4} son elegidos independientemente uno de otro de entre el grupo consistente en radicales alquilo o alqueno lineales o ramificados con en cada caso 7 a 15 átomos de carbono y radicales R^{B5}(O-R^{B6})_n, en los que

20 el radical R^{B5} representa un grupo alquilo con 1 a 6 átomos de carbono, los n radicales R^{B6} representan independientemente uno de otro, etileno y/o propileno y n = 2 a 13, y

los números x presentan independientemente uno de otro 0, 1, 2 o 3, y los datos porcentuales están referidos al peso total del agente para el control de la reología.

25 2. Agente para el control de la reología de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el radical R^{A1} contiene al menos un átomo de carbono como átomo del anillo, el cual está sustituido con metilo.

3. Agente para el control de la reología de acuerdo con la reivindicación 1, en el que R^{A1} es no sustituido.

4. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el radical R^{A1} contiene máximo un átomo de oxígeno como átomo del anillo y este no está unido directamente al radical O=C-N-R^{A2}.

30 5. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el radical R^{A1} contiene exclusivamente en átomos de carbono como átomos del anillo.

6. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que R^{A1} con los grupos O=C y N-R^{A2} forma un anillo con 5 a 7 átomos del anillo.

35 7. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que R^{A1} es un radical hidrocarburo, que está interrumpido por máximo un átomo de oxígeno como átomo del anillo.

8. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, en el que R^{B1} es un grupo fenileno o naftileno no sustituido o sustituido con metilo.

9. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, en el que los números x representan independientemente uno de otro 0 o 1.

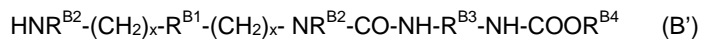
40 10. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, en el que los radicales R^{B4} son elegidos independientemente uno de otro de entre el grupo consistente en grupos alquilo lineales con en

cada caso 7 a 15 átomos de carbono y radicales $R^{B5}(O-R^{B6})_n$, en el que el radical R^{B5} representa un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, los n radicales R^{B6} representan independientemente uno de otro etileno y/o propileno y $n = 2$ a 13.

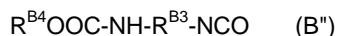
11. Agente para el control de la reología de acuerdo con la reivindicación 1, en el que
- 5 el radical R^{A1} es un radical no sustituido o sustituido con metilo, el cual mediante la unión con el radical $O=CN-R^{A2}$ forma un anillo con 5 o 6 átomos del anillo,
- el radical R^{B1} es un grupo fenileno o naftileno no sustituido o sustituido con metilo,
- los radicales R^{B2} representan independientemente uno de otro hidrógeno, metilo o etilo, los radicales R^{B3} representan independientemente uno de otro grupos fenileno o naftileno no sustituidos o sustituidos con metilo, y
- 10 los radicales R^{B4} son elegidos independientemente uno de otro de entre el grupo consistente en radicales alquilo lineales o ramificados con en cada caso 7 a 15 átomos de carbono y radicales $R^{B5}(O-R^{B6})_n$, en el que el radical R^{B5} representa un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, los n radicales R^{B6} representan independientemente uno de otro etileno y/o propileno y $n = 2$ a 13.
12. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la relación molar de etileno a propileno en el radical R^{B6} es por lo menos 3 a 1.
- 15 13. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, en el que éste contiene los principios activos (A) y (B), en total hasta 40 a 100 % en peso, referido al peso total del agente para el control de la reología.
14. Agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, en el que la relación porcentual en peso del principio activo (A) al principio activo (B) es 1:1,5 a 10:1.
- 20 15. Agentes para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14, en el que el principio activo (A) está presente hasta 20 a 90 % en peso y el principio activo (B) está presente hasta 10 a 80 % en peso, referido en cada caso al peso total del agente para el control de la reología.
16. Agente para el control de la reología de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 15, que contiene uno o varios componentes (Z), que es diferente de los componentes (A) y (B) y es elegido de entre el grupo que consiste en solventes (ZL) orgánicos, sales (ZS) y otros aditivos (ZV) monoméricos, oligoméricos o poliméricos, diferentes de (ZL) y (ZS).
- 25 17. Agente para el control de la reología de acuerdo con la reivindicación 16, en el que componente (ZV), referido al peso total del agente para el control de la reología, está presente en hasta 0 a 20 % en peso.
- 30 18. Agente para el control de la reología de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 16 o 17, en el que los componentes (ZV) son elegidos libres de agentes de entrecruzamiento de entre el grupo consistente en poliisocianatos con grupos isocianato libres o bloqueados, resinas de amino, poliaminas y poliepóxidos.
19. Agente para el control de la reología de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 16 a 18, en el que el componente (ZV) contiene como especie que tiene grupos hidroxilo, sólo aquellas especies que exhiben un número hidroxilo inferior a 15 mg KOH/g.
- 35 20. Agente para el control de la reología de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 19, en el que éste contiene, referido al peso total, menos de 5 % en peso de agua.
21. Agentes para el control de la reología de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 20, en el que éste está libre de pigmentos y materiales de relleno.
- 40 22. Agentes para el control de la reología de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 21, en el que los componentes (A), (B), (ZL), (ZS) y (ZV) son químicamente inertes uno respecto a otro.
23. Preparaciones que comprenden 0,05 a 10 % en peso de un agente para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 22, referido al peso total de la preparación, en el que la preparación es elegida de entre el grupo consistente en agentes de recubrimiento, formulaciones de plásticos, formulaciones de pigmentos, formulaciones de materiales sellantes, cosméticos, formulaciones cerámicas, formulaciones de adhesivos, masas para inyección, formulaciones para materiales para construcción, lubricantes, masillas, colores y tintas para impresión, así como agentes auxiliares, para la minería de petróleo y gas natural.
- 45 24. Procedimiento para la fabricación de un agente para el control de la reología de acuerdo con una de las

reivindicaciones 1 a 22, en el que

(a) se prepara por lo menos un principio activo de la fórmula general (B), mediante reacción de un compuesto de la fórmula general (B')



5 con un compuesto (B'')



en las que

el radical $\text{R}^{\text{B}1}$ es elegido de entre el grupo de los radicales fenileno, naftileno, fenantrileno y antracileno no sustituidos, sustituidos con metilo y/o etilo,

10 los radicales $\text{R}^{\text{B}2}$ representan independientemente uno de otro hidrógeno o radical alquilo con 1 a 3 átomos de carbono,

los radicales $\text{R}^{\text{B}3}$ representan independientemente uno de otro grupos fenileno, naftileno, fenantrileno y antracileno no sustituidos, sustituidos con metilo y/o etilo, y

15 los radicales $\text{R}^{\text{B}4}$ son elegidos independientemente uno de otro de entre el grupo consistente en radicales alquilo o alquenilo lineales o ramificados con en cada caso 7 a 15 átomos de carbono y radicales $\text{R}^{\text{B}5}(\text{O}-\text{R}^{\text{B}6})_n$, en los que

el radical $\text{R}^{\text{B}5}$ representa un grupo alquilo con 1 a 6 átomos de carbono, los n radicales $\text{R}^{\text{B}6}$ representan independientemente uno de otro, etileno y/o propileno y n = 2 a 13, y

los números x presentan independientemente uno de otro 0, 1, 2 o 3; y

20 (b1) la preparación del por lo menos un principio activo de la fórmula general (B) ocurre en presencia de por lo menos un principio activo de la fórmula general (A), o

(b2) a continuación de la preparación del por lo menos un principio activo de la fórmula general (B), se mezcla por lo menos un principio activo de la fórmula (A) con el principio activo de la fórmula (B).

25. Uso de los agentes para el control de la reología de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 22 para el espesamiento o tixotropía de preparaciones que contienen solvente, libres de solvente, acuosas o no acuosas.