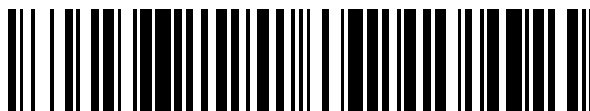


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 729 333**

51 Int. Cl.:

B29C 33/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.08.2014** **E 14181336 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2019** **EP 2987598**

54 Título: **Dispersión híbrida y su empleo**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.10.2019

73 Titular/es:

EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

72 Inventor/es:

LÜTHGE, THOMAS;
BALBO BLOCK, MAIKE VIVIAN;
BEAMAN, ANDY;
WESTPHAL, GUDRUN;
KLUTH, CHRISTIAN y
VUIN, ALFRED

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 729 333 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

Dispersión híbrida y su empleo

5 La invención se refiere a una dispersión que contiene un agente dispersante (fase I) y una fase dispersa líquida II, que está caracterizada por que ambas fases I y II contienen otra fase dispersada III, y esta fase dispersada III comprende un agente separador activo, a un procedimiento para la producción de la dispersión y al empleo como o para la producción de barnices, pinturas, dispersiones poliméricas y agentes separadores.

Son conocidos numerosos agentes de separación, en especial para el empleo en la producción de cuerpos moldeados de poliuretano.

10 El documento DE 102005059142 A1 se refiere a dispersiones de agente separador para la producción de cuerpos moldeados de poliuretano que contienen esencialmente al menos un agente separador activo del grupo de jabones, aceites, ceras y siliconas, talco, un agente espesante y disolvente orgánico.

15 El documento DE 102005054036 A1 se refiere a dispersiones acuosas que contienen agentes separadores activos, emulsionantes y agentes auxiliares y aditivos habituales, empleándose como agente separador activo una combinación de al menos un agente separador activo seleccionado a partir del grupo de jabones, aceites, ceras y siliconas, y talco.

El documento DE 102005054034 A1 se refiere a dispersiones acuosas que contienen agentes separadores activos y agentes auxiliares y aditivos habituales, empleándose como agentes separadores activos una combinación de al menos un agente separador activo seleccionado a partir del grupo jabones, aceites, ceras y siliconas, y poliéster.

20 El documento DE 102005054033 A1 se refiere a dispersiones acuosas que contienen agentes separadores activos y agentes auxiliares y aditivos habituales, empleándose como agentes separadores activos una combinación de al menos un agente separador activo seleccionado a partir del grupo jabones, aceites, ceras y siliconas, y poliisobutileno.

25 El documento DE 102005021059 A1 se refiere a un procedimiento para la producción de cuerpos moldeados compactos que contienen celulosa mediante reacción de poliisocianatos orgánicos, en caso dado modificados, con celulosa, en especial lignocelulosa, en presencia de agentes desmoldeantes en una herramienta de moldeo abierta o cerrada, empleándose como agentes desmoldeantes compuestos de siloxano que contienen grupos aminopropilo.

30 El documento DE 102006040009 A1 se refiere a dispersiones acuosas de agentes separadores para la producción de cuerpos moldeados de poliuretano que contienen esencialmente: al menos un agente separador activo del grupo de jabones, aceites, ceras y siliconas, y emulsionantes, y en caso dado estabilizadores de espumado, y en caso dado modificadores de viscosidad, y en caso dado agentes auxiliares y aditivos, y al menos un carboxilato de bismuto y agua.

35 El documento DE 102006026870 A1 se refiere a dispersiones de agentes separadores para la producción de cuerpos moldeados de poliuretano que contiene esencialmente al menos un agente separador activo del grupo de jabones, aceites, ceras y siliconas, y al menos un carboxilato de bismuto y disolvente orgánico, y en caso dado agentes auxiliares y aditivos habituales.

El documento DE 102007033430 A1 se refiere a un aceite de corte que contiene al menos un polialquilenglicol, y en caso dado disolventes, y en caso dado otros agentes auxiliares y aditivos, así como su empleo para el serrado de espumas de poliuretano.

40 El documento DE 102007037571 A1 se refiere a composiciones acuosas de agentes separadores, que contienen como agentes separadores activos al menos un jabón metálico y al menos un polialquilenglicol.

El documento EP 2017053 se refiere a agentes separadores para la producción de cuerpos moldeados de poliuretano que contienen al menos una cera separadora activa, al menos un aceite separador activo, y en caso dado otros agentes auxiliares y aditivos, con la condición de que el agente separador no presente agua ni disolventes volátiles orgánicos, y el aceite separador activo esté esencialmente exento de hidrocarburos insaturados.

45 El documento DE 102007024493 A1 se refiere a dispersiones acuosas de agentes de separación para la producción de cuerpos moldeados de poliuretano, que contienen esencialmente al menos un agente separador activo del grupo de jabones, aceites, ceras y siliconas, y emulsionantes, y en caso dado estabilizadores de espuma, y en caso dado

modificadores de viscosidad, y en caso dado agentes auxiliares y aditivos, y al menos un carboxilato alcalino o alcalinotérreo, y agua.

5 El documento DE 102009047764 A1 se refiere a composiciones de agente separador que contienen como componentes al menos un fosfato y al menos un compuesto que presenta al menos dos grupos hidroxilo, con un peso molecular menor que 250 g/mol, ascendiendo la proporción de componente a) en la composición de 0,1 a 70 % en peso, y la proporción de componente b) de 0,5 a 90 % en peso, a un procedimiento para la producción de cuerpos moldeados compuestos, en los que se emplean estas composiciones de agentes separadores, a cuerpos moldeados compuestos obtenibles correspondientemente, así como a su empleo.

10 El documento DE 102010031376 A1 se refiere a un procedimiento para la producción de cuerpos moldeados compactos que contienen celulosa mediante reacción de poliisocianatos orgánicos, en caso dado modificados, con material que contiene celulosa, en especial material que contiene lignocelulosa, en presencia de agentes desmoldeantes en una herramienta de moldeo abierta o cerrada, empleándose un agente desmoldeante que contiene compuestos de siloxano especiales funcionalizados, que presentan grupos alquilo o alcoxi, y al menos un fosfato, o bien éster de ácido fosfórico, a agentes desmoldeantes correspondientes y a los cuerpos moldeados
15 obtenibles con el procedimiento según la invención.

El documento WO 2008/139595 A1 da a conocer una composición que contiene un agente separador, disolvente lipófilo e hidrófilo, agente tensioactivo, oligómero liposoluble y agua. Ésta se obtiene mediante puesta a disposición de fase acuosa y oleaginoso, y adición de agente separador.

20 El documento DE 198 24 279 C1 da a conocer un agente separador, que contiene cera y silicona, en un soporte, presentándose el soporte en forma de una dispersión de agua en aceite. Éste se obtiene produciéndose en primer lugar por separado una primera mezcla de agua y, en caso dado, al menos una parte de un agente tensioactivo, y una segunda, y en caso dado una tercera mezcla, que contiene hidrocarburos, las sustancias separadoras activas y los demás aditivos, y dispersándose a continuación la segunda, o bien la tercera mezcla, lentamente en la primera mezcla.

25 Para la transición de dispersiones que contienen disolvente a dispersiones de base puramente acuosa se requieren productos con dos disolventes no miscibles. Hasta el momento se pudieron producir dispersiones con dos disolventes solo con determinadas proporciones de disolvente, si en uno de los disolventes no se presentan otras sustancias contenidas. En la fabricación se produjo una dispersión en un disolvente, y después se se dispersó en un
30 segundo disolvente. Tales dispersiones se distribuyen, por ejemplo como agentes separadores, por la firma Evonik Gorapur GmbH, por ejemplo bajo la denominación de tipo LK 8700-7BW.

Era tarea de la presente invención la puesta a disposición de dispersiones que se basan en dos disolventes o mezclas de disolventes no miscibles.

35 Sorprendentemente se descubrió que las dispersiones se pueden generar fácilmente a partir de dos fases no miscibles, si en una o ambas fases, antes de la mezcla de éstas, se dispersaron al menos un agente separador activo, en especial una cera, y en caso dado otros aditivos, como por ejemplo uno o varios emulsionantes.

Por lo tanto, son objeto de la presente invención dispersiones que contienen un agente dispersante (fase I) y una fase dispersa líquida II, que están caracterizadas por que ambas fases I y II contienen otra fase dispersada III, y esta fase dispersada III comprende un agente separador activo.

40 Es igualmente objeto de la presente invención un procedimiento para la producción de las dispersiones y su empleo como o para la producción de barnices, pinturas, dispersiones poliméricas y agentes separadores.

Las dispersiones según la invención tienen la ventaja de que con ellas se pueden poner a disposición por primera vez dispersiones que presentan dos disolventes o mezclas de disolventes no miscibles entre sí, en dispersión homogénea, en las que las mismas o diferentes sustancias contenidas se presentan respectivamente disueltas y/o dispersadas.

45 Las dispersiones según la invención son más estables que las dispersiones convencionales.

Las dispersiones según la invención muestran además ventajas en la aplicación, ya que las dispersiones convencionales con proporción de agua elevada se pueden aplicar solo con dificultad, por ejemplo con instalaciones de pulverización electrostáticas. De este modo, la resistencia específica de dispersiones que se deben aplicar con instalaciones de pulverización electrostáticas, no será preferentemente menor que 5 MOhm/cm.

Mediante la posible proporción elevada de fases de disolvente con sustancias contenidas, en especial agentes separadores activos, preferentemente ceras, se puede obtener una mejora de la formación de película en la herramienta.

5 Las dispersiones según la invención, así como su empleo, se describen a continuación de manera ejemplar, sin que la invención se limite a estas formas de realización ejemplares. Si a continuación se indican intervalos, fórmulas generales o clases de compuestos, éstos deben comprender no solo los correspondientes intervalos o grupos de compuestos que se mencionan explícitamente, sino también todos los intervalos parciales y grupos parciales de compuestos, que se pueden obtener mediante extracción de valores (intervalos) o compuestos individuales. Si en el ámbito de la presente descripción se citan documentos, su contenido, en especial respecto a las circunstancias en cuyo contexto se citó el documento, pertenecerá completamente al contenido divulgativo de la presente invención. Si no se indica lo contrario, en el caso de datos porcentuales se trata de datos en porcentaje en peso. Si a continuación se indican valores medios, si no se indica lo contrario se trata de la media ponderal. Si a continuación se indican parámetros que se determinaron mediante medición, si no se indica lo contrario, las mediciones se realizaron a una temperatura de 25°C y una presión de 101.325 Pa.

15 Las dispersiones según la invención, que contienen un agente dispersante (fase I) y una fase dispersa líquida II, se distinguen por que ambas fases I y II contienen otra fase dispersada III, y esta fase dispersada III comprende un agente separador activo. Si están presentes más de una fase dispersada III, éstas pueden presentar diversos agentes separadores activos.

20 Preferentemente, las dos fases I y II no son solubles entre sí a temperatura ambiente en más de 0,5 % en peso, referido respectivamente a la otra fase (es decir, miscibles sin formación de un límite de fase). La suma de proporciones de las fases I y II (sin fase(s) III) en la dispersión según la invención es preferentemente mayor o igual a 50 % en peso, preferentemente mayor o igual a 80 % en peso, de modo especialmente preferente mayor o igual a 85 % en peso, y de modo muy especialmente preferente mayor o igual a 90 % en peso.

25 La proporción másica de fase I respecto a fase II (sin fase(s) III presente(s) eventualmente) asciende preferentemente a 1 a 100 hasta 100 a 1, de modo preferente de 1 a 5 hasta 5 a 1, de modo especialmente preferente 1 a 2 hasta 2 a 1, y de modo muy especialmente preferente 1 a 1,2 hasta 1,2 a 1, en las dispersiones según la invención.

30 En la dispersión según la invención, la fase II está constituida por agua preferentemente en más de 55 % en peso. En el agua se pueden presentar disueltas o dispersadas otras sustancias, como por ejemplo emulsionantes, agentes auxiliares de dispersión, biocidas y aditivos apolares, como aceites minerales. La proporción de sustancias disueltas en agua asciende preferentemente como máximo a 10 % en peso, preferentemente como máximo a 1 % en peso, referido a la suma de agua y sustancias disueltas.

35 En las dispersiones según la invención, la fase I está constituida por un hidrocarburo o una mezcla de hidrocarburos preferentemente en más de 75 % en peso. Son hidrocarburos o mezclas de hidrocarburos preferentes aquellos que presentan un punto de inflamación de 25 a 750°C, preferentemente 50 a 500°C, de modo especialmente preferente de 50 a 75°C. Los hidrocarburos o las mezclas de hidrocarburos empleados en la fase I se deben presentar como líquido a temperatura ambiente. Son (mezclas de) hidrocarburos empleados preferentemente, por ejemplo, fracciones de petróleo, en especial aquellas que presentan un punto de inflamación de 50 a 500°C, preferentemente de 50 a 75°C. El punto de inflamación se determina preferentemente en ajuste al método descrito en la norma DIN EN ISO 13736.

40 En las dispersiones según la invención, ambas fases I y II contienen una fase dispersada III. Los agentes separadores activos de ambas fases dispersadas III pueden ser iguales o diferentes. Los agentes separadores activos de ambas fases dispersadas III son preferentemente diferentes. Ambas fases I y II contienen preferentemente una o varias microceras como agente separador activo.

45 La proporción de agentes separadores activos en ambas fases I y II son idénticas o diferentes.

Si la fase I presenta una fase dispersada III, la proporción de fase III en la fase I asciende preferentemente a 0,1 hasta 20 % en peso, preferentemente a 1 hasta 7,5 % en peso, referido a la suma de fase I y fase III.

Si la fase II presenta una fase dispersada III, la proporción de fase III en la fase II asciende preferentemente a 1 hasta 40 % en peso, preferentemente 5 a 20 % en peso, referido a la suma de fase II y fase III.

50 Como agente separador activo, la dispersión según la invención puede contener todos los agentes separadores activos comunes. La dispersión según la invención contiene preferentemente una o varias ceras como agente

- 5 separador activo. Son ceras preferentes aquellas que presentan una temperatura de solidificación de 25 a 250°C, preferentemente de 30 a 200°C, y de modo especialmente preferente de 40 a 150°C. La determinación de la temperatura de solidificación se efectúa preferentemente según calorimetría diferencial dinámica en ajuste a la norma DIN EN ISO 11357-3. Las determinaciones se realizan preferentemente con un instrumento de medición DSC con periferia, de tipo Q 1000 de la firma TA-Instruments, bajo empleo de mini cubetas de aluminio estándar de la firma TA-Instruments (Nº de pedido 900786.901) y una microbalanza de análisis, Sartorius M 3 P. El programa de temperatura tiene 2 fases de calefacción 1 y de refrigeración, que se ajustan de la siguiente manera: calefacción de 20 - 160°C con 10K/min, 2 min por vía isotérmica a 160°C, refrigeración de 160-20°C con 10 K/min, 2 min por vía isotérmica a 20°C y calefacción de 20-160°C con 10 K/min. De la muestra homogeneizada se pesan 10 mg ± 0,5 mg en la mini cubeta de aluminio estándar, y se funden en la placa de calefacción. Después se cierra la mini cubeta, y ahora debe permanecer al menos 24 h a temperatura ambiente. Después se perfora un pequeño orificio en la tapa de la mini cubeta, y se realiza la medición con el programa de temperatura indicado según las instrucciones del aparato. En las valoraciones de la curva se determina el punto de solidificación por medio de la curva de refrigeración. Como punto de solidificación se indica la temperatura de cristalización inicial extrapolada T_{eic} .
- 10
- 15 Son ceras empleadas preferentemente, por ejemplo, ceras de Fischer-Tropsch, ceras de polietileno, en especial ceras de polietileno no ramificadas, ceras de polietileno etoxiladas y microceras. Se entiende por microceras (también llamadas ceras microcristalinas) ceras que se obtienen, por ejemplo, a partir del residuo de vacío de la refinería de aceite de motor. En este caso, mediante aplicación de un procedimiento de refinado especial (<http://de.wikipedia.org/wiki/Raffination>) (por ejemplo desasfaltado de propano) se eliminan los componentes pesados del petróleo. Después, el desarrollo (desparafinación, desaceitado, refinado) es análogo al de las demás parafinas o ceras.
- 20
- Si se emplean como ceras ceras de polietileno, éstas presentan preferentemente una temperatura de solidificación de 40 a 140°C, preferentemente 50 a 120°C. Si se emplean microceras como ceras, éstas presentan preferentemente una temperatura de solidificación de 40 a 90°C, preferentemente 60 a 80°C. Si se emplean ceras de polietileno etoxiladas como ceras, éstas presentan preferentemente una temperatura de solidificación de 40 a 140°C.
- 25
- Puede ser ventajoso que las dispersiones según la invención presenten más de una cera. Las dispersiones según la invención presentan preferentemente una microcera y al menos una cera, que es diferente a la microcera.
- 30
- La proporción de suma de agentes separadores activos en la dispersión según la invención asciende preferentemente a 0,1 hasta 20 % en peso, preferentemente 1 a 15 % en peso, y de modo especialmente preferente 2 a 10 % en peso, referido a la composición total de la dispersión. Si en la dispersión está presente más de un tipo de agentes separadores activos, preferentemente ceras, la proporción de clases individuales asciende preferentemente a 0,05 hasta 10 % en peso, preferentemente 0,1 a 7,5, y de modo especialmente preferente 0,2 a 5,5 % en peso, referido a la composición total.
- 35
- Según fin de empleo, las dispersiones pueden presentar otros componentes. Si las dispersiones según la invención se emplean como agentes separadores en la producción de cuerpos moldeados de (espuma de) poliuretano, puede ser ventajoso que las dispersiones presenten uno o varios catalizadores, uno o varios aditivos para influir sobre las propiedades de la espuma y/o uno o varios estabilizadores de espuma.
- 40
- Son catalizadores preferentes sustancias que catalizan la reacción de gelificación (isocianato-poliol), la reacción de propulsión (isocianato-agua) o la di-, o bien trimerización de isocianato. Son ejemplos típicos las aminas trietilamina, dimetilciclohexilamina, tetrametilendiamina, tetrametilhexanodiamina, pentametildietiltri-aminas, pentametildipropiltri-aminas, trietilendiamina, dimetilpiperazina, 1,2-dimetilimidazol, N-etilmorfolina, tris(dimetilaminopropil)hexahidro-1,3,5-triazina, dimetilaminoetanol, dimetilaminoetoxietanol y bis(dimetilaminoetil)éter, así como compuestos que contienen metal, como por ejemplo compuestos de estaño, como dilaurato de dibutylestaño, dioctylestañobis(mercaptoacetato de 2-etilhexilo), dineodecanoato de dimetilestaño o 2-etilhexanoato de estaño-II y sales potásicas, como acetato potásico y 2-etilhexanoato potásico. Se citan catalizadores apropiados, a modo de ejemplo, en los documentos DE 102007046860, EP 1985642, EP 1985644, EP 1977825, US 2008/0234402, EP 0656382 B1 y US 2007/0282026, y las solicitudes de patente citadas en los mismos. También se pueden emplear catalizadores que contienen bismuto en lugar de catalizadores que contienen estaño. Son compuestos que contienen bismuto especialmente preferentes, por ejemplo, bi(III)trisisononanoato, bi(III)trisneodecanoato, bitris-2-etilhexanoato o bi(III)trisooctoato.
- 45
- 50

La suma de la masa de catalizadores empleados se ajusta al tipo de catalizador, y se sitúa preferentemente en el intervalo de 0,05 a 5 % en peso, preferentemente 0,1 a 2 % en peso, referido a la composición total de la dispersión.

Para influir sobre las propiedades de espumado de espumas de poliuretano se pueden añadir aditivos a la dispersión según la invención. Tales aditivos pueden ser en especial siloxanos, o bien siloxanos con modificación orgánica, pudiéndose emplear las sustancias conocidas en el estado de la técnica. Preferentemente se emplean aquellos compuestos que son especialmente apropiados para los respectivos tipos de espuma (espumas duras, espumas blandas en caliente, espumas viscoelásticas, espumas de éster, espumas de HR, espumas semiduras). Se describen siloxanos (con modificación orgánica) apropiados, a modo de ejemplo, en los siguientes documentos: EP 0839852, EP 1544235, DE 10 2004 001 408, EP 0839852, WO 2005/118668, US 20070072951, DE 2533074, EP 1537159 EP 533202, US 3933695, EP 0780414, DE 4239054, DE 4229402, EP 867465. La producción de estos compuestos se puede efectuar como se describe en el estado de la técnica. Se describen ejemplos, por ejemplo, en los documentos US 4,147,847, EP 0493836 y US 4,855,379.

Como estabilizadores (de espuma) se pueden emplear todos los estabilizadores conocidos por el estado de la técnica. Preferentemente se emplean estabilizadores de espuma a base de copolímeros de polidialquilsiloxano-polioxialquileno, como se emplean generalmente en la producción de materiales celulares de uretano. Estos compuestos se constituyen preferentemente de modo que, por ejemplo, un copolímero de cadena larga constituido por óxido de etileno y propileno está unido a un resto polidimetilsiloxano. La unión entre el polidialquilsiloxano y la parte de poliéter se puede efectuar en este caso a través de una unión SiC, o un enlace Si-O-C. Estructuralmente, el poliéter o los diferentes poliéteres pueden estar unidos al polidialquilsiloxano terminalmente o en posición lateral. En este caso, el resto alquilo o los diversos restos alquilo pueden ser alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos. En este caso son muy especialmente ventajosos los grupos metilo. En este caso, el polidialquilsiloxano puede ser lineal, o también contener ramificaciones. Se describen estabilizadores apropiados, en especial estabilizadores de espuma, entre otros, en los documentos US 2834748, US2917480, así como en el documento US3629308. Se pueden adquirir estabilizadores apropiados de Evonik Industries AG bajo el nombre comercial TEGOSTAB®, o de Air Products bajo la denominación DC® bezogen werden.

La suma de la masa de aditivos y estabilizadores de espuma empleados se ajusta al tipo de cuerpo moldeado (de espuma) de poliuretano a producir, y se sitúa preferentemente en el intervalo de 0,05 a 5 % en peso, preferentemente 0,1 a 2,5 % en peso, referido a la composición total de la dispersión.

Son dispersiones especialmente preferentes según la invención aquellas en las que la proporción de la suma de fases I y II (sin fase(s) III) en la dispersión es mayor-igual a 50 % en peso, preferentemente mayor-igual a 80 % en peso, de modo especialmente preferente mayor-igual a 85 % en peso, y de modo muy especialmente preferente mayor-igual a 90 % en peso, la fase II es o contiene preferentemente agua, y la fase I es o contiene preferentemente un hidrocarburo o una mezcla de hidrocarburos, los agentes separadores activos son ceras, presentan una temperatura de solidificación de 25 a 250°C, preferentemente de 30 a 200°C, y de modo especialmente preferente de 40 a 150°C, y se seleccionan a partir de ceras de polietileno, ceras de polietileno etoxiladas y microceras, la proporción de la suma de ceras en la dispersión es preferentemente de 0,1 a 20 % en peso, de modo preferente 1 a 15 % en peso, y de modo especialmente preferente 2 a 10 % en peso, referido a la composición total de la dispersión y, si en la dispersión está presente más de un tipo de cera, la proporción de ceras individuales asciende preferentemente a 0,05 hasta 10 % en peso, de modo preferente a 0,1 hasta 7,5, y de modo especialmente preferente a 0,2 hasta 5,5 % en peso, referido a la composición total de la dispersión. Puede ser ventajoso que estas dispersiones especialmente preferentes según la invención presenten uno o varios catalizadores seleccionados a partir de trietilamina, dimetilciclohexilamina, tetrametiletildiamina, tetrametilhexanodiamina, pentametildietilentriamina, pentametildipropilentriamina, trietilendiamina, dimetilpiperazina, 1,2-dimetilimidazol, N-etilmorfolina, tris(dimetilaminopropil)hexahidro-1,3,5-triazina, dimetilaminoetanol, dimetilaminoetoxietanol, bis(dimetilaminoetil)éter, dilaurato de dibutilestaño, 2-etilhexanoato de estaño-II, acetato potásico y 2-etilhexanoato potásico, situándose la suma de la masa de catalizadores empleados en el intervalo de 0,05 a 5 % en peso, preferentemente 0,1 a 2 % en peso, referido a la composición total de la dispersión, uno o varios aditivos, seleccionados a partir de siloxanos o siloxanos con modificación orgánica, para influir sobre las propiedades de espuma y/o uno o varios copolímeros de polidialquilsiloxano-polioxialquileno como estabilizadores de espuma, situándose la masa de aditivos empleados como estabilizadores de espuma preferentemente en el intervalo de 0,05 a 5 % en peso, preferentemente 0,1 a 2,5 % en peso, referido a la composición total de la dispersión.

El procedimiento según la invención para la producción de una dispersión según la invención se distingue por que se pone a disposición una fase I y una fase II, se dispersa en ambas fases un agente separador activo como fase III, y a continuación se mezclan entre sí las fases I y II. Preferentemente se emplean aquellas fases I y II que no son solubles entre sí a temperatura ambiente en mas de 0,5 % en peso, referido respectivamente a la otra fase. Fases I y II empleadas preferentemente son aquellas que se describen anteriormente.

Como agente separador activo, en el procedimiento según la invención se emplean preferentemente ceras, en especial las ceras descritas anteriormente. Como agente separador activo se emplea(n) cera(s) fundida(s) como agente separador activo.

5 En el procedimiento según la invención se dispersa en ambas fases I y II un agente separador activo como fase III, y a continuación se mezclan entre sí las fases I y II. Los agentes separadores activos dispersados como fase III pueden ser iguales o diferentes. La cantidad de agentes separadores activos dispersados se selecciona de modo que se obtengan dispersiones con las proporciones de agentes separadores activos preferentes indicadas anteriormente.

10 Los componentes, en especial los agentes separadores activos y/o las condiciones de procedimiento para la producción de la fase I y/o II, en la que está dispersada la fase III, se seleccionan preferentemente en cada caso de modo que la fase I y/o II, en la que está dispersada la fase III, sean estables en sí. En el ámbito de la presente invención, estable significa que no se forma ningún límite de fase macroscópico (límite de fase visible a simple vista) en el intervalo de las primeras 24 h tras la producción.

El mezclado de las fases I y II, preferentemente en las proporciones indicadas anteriormente, se puede efectuar de las más diversas maneras, por ejemplo mediante agitación intensiva de las dispersiones, que se añadieron a un depósito, o mediante la reunión y mezclado de ambas dispersiones en un inliner, o similar.

15 Las dispersiones según la invención se pueden emplear como barnices, pinturas, dispersiones poliméricas y agentes separadores, o para la producción de barnices, pinturas, dispersiones poliméricas y agentes separadores. Es preferente el empleo de dispersiones como agentes separadores, de modo especialmente preferente como agentes separadores en la producción de cuerpos moldeados (de espuma) de poliuretano, piezas moldeadas de goma, piezas moldeadas compuestas, piezas moldeadas por fundición a presión de metal, vidrios, hormigón o productos alimenticios, de modo muy especialmente preferente como agente separador en la producción de cuerpos
20 moldeados (de espuma) de poliuretano. Si la dispersión según la invención se emplea como agente separador en la producción de cuerpos moldeados (de espuma) de poliuretano, la dispersión según la invención se emplea preferentemente como agente separador externo, es decir, se añade al molde antes del verdadero proceso de conformación. La aplicación de la dispersión sobre la superficie del molde se efectúa preferentemente mediante pulverización.

25 Las dispersiones según la invención presentan preferentemente un comportamiento de separación característico que se puede determinar por medio de un análisis de estabilidad bajo empleo del analizador de estabilidad LUMiFuge® de la firma LUM GmbH con una unidad óptica, presenta los siguientes parámetros

Principio de medida:	fotométrico
Fuente lumínica:	NIR-LED pulsada, 870 nm
Intervalo de intensidad lumínica:	0,25 a 6
Detector:	CCD-Line, 2048 elementos
Máscara de sombra de detector:	14 m
Longitud de detección:	25 mm
Intervalo de extinción:	0,1 - 4,0
Anchura de cubeta:	4,5 mm

30 A tal efecto se diluyen con agua muestras de la dispersión a analizar en proporción másica 1 : 1, se agitan brevemente y por último se analizan en el analizador de estabilidad a 25°C de temperatura de medición según las instrucciones de uso (1h a 3500 rpm), y se evalúan por medio del software SEPView® (versión SEPView6) de la firma LUM GmbH.

Tras la separación a través de centrifugado, las dispersiones según la invención muestran al menos 3 fases, que son identificables como fases con diferente grado de transmisión (T):

35 Una fase superior 1; ésta es preferentemente transparente a ligeramente turbia (T₁). Por debajo una fase 3 no transparente con mínima transmisión (T₃), en la que puede ser visible a su vez un límite de fase (T_{3a}) y (T_{3b}), pudiendo ser similar el grado de transmisión de ambas fases parciales de la fase 3. Por debajo de la(s) fase(s) 3 se encuentra la fase 2, que presenta un grado de transmisión (T₂) más elevado en comparación con la fase 3. El grado de transmisión de la fase 1 y 2 puede ser idéntico o diferente, pero en cualquier caso es más elevado que el grado
40 de transmisión de la fase 3. Por consiguiente, las dispersiones según la invención muestran preferentemente un comportamiento de separación, determinado por medio de LUMiFuge® de la firma LUM GmbH (1h a 3500 U/min), en el que, para el grado de transmisión de las fases 1 a 3, se considera: T₁ ≥ T₂ > T_{3,a}; T_{3,b}.

En contrapartida, las dispersiones no según la invención presentan otro comportamiento de separación bajo empleo del mismo método de análisis. La fase con el mínimo grado de transmisión (T_i) precipita como fase superior. Por debajo se encuentran una o dos fases, que muestran un grado de transmisión más elevado que la fase i (T_{ii} ; T_{iii}), de modo que, para dispersiones no según la invención, se considera preferentemente: $T_i < T_{ii} \leq T_{iii}$.

- 5 La presente invención se explica más detalladamente mediante las figuras Fig. 1 y Fig. 2, sin que la invención se deba limitar a éstas. En la Fig. 1 se muestra el comportamiento de transmisión de una muestra de una dispersión según el ejemplo 1c según la invención separada según el Ejemplo 6. En este caso, en el eje x se indica la posición en la cubeta de medición en mm, y en el eje y se indica la transmisión en %. En la Fig. 2 se representa el comportamiento de transmisión de una dispersión no según la invención según el Ejemplo 1d.
- 10 En los ejemplos indicados a continuación se describe la presente invención de manera ejemplar, sin que se limite la invención, cuyo espectro de aplicación resulta de la descripción total y de las reivindicaciones, a las formas de realización citadas en los ejemplos.

Ejemplos:

Lista de sustancias empleadas:

- 15 Cera de polietileno = cera de la firma Evonik Industries AG con un punto de solidificación de 60 °C

Hidrocarburos = fracción de petróleo de la firma Shell con un punto de inflamación de 56 °C.

Kosmos 19 = dilaurato de dibutilestano (DBTL); fabricante: Evonik Industries AG

Microcera = cera Microwax HH de la firma Paramelt con una temperatura de solidificación de 70°C

Tegostab® B8443 = polietersiloxano, fabricante: Evonik Industries AG

- 20 Marlipal 1618/11, fabricante: Sasol Olefin & Surfactants GmbH

Genamin 16R; fabricante: TerHell

Ácido acético, proveedor: Brenntag

Desmophen® PU 50REII= polieterpoliol, fabricante: Bayer

Tegoamin® TA 33, fabricante: Evonik Industries AG

- 25 Dietanolamina, fabricante: Bayer MaterialScience

Tegostab® B4113, fabricante: Evonik Industries AG

Suprasec® X 2412, fabricante: Huntsman

Lista de aparatos empleados:

Para la agitación se empleó el mecanismo agitador RW 20 digital de la firma IKA con un agitador de dos palas.

- 30 Como agregado de dispersión rotor-estator se utilizó un T50 digital Ultra-Turrax con una herramienta de dispersión S 50 N - G 45 G.

Como molino de perlas se empleó un DISPERMAT® SL de la firma VMA-GETZMANN GMBH.

Como homogeneizador de alta presión se empleó el 2000/04-SH5 de la firma IKA.

Para los ensayos de goteo se utilizaron placas de acero de tipo R 64 Q-Panel de la firma Q-Lab.

Ejemplo 1: producción de dispersiones (de agente separador)

Ejemplo 1a: agente separador no según la invención

5 Se funden 2,5 partes en peso de cera de polietileno (punto de solidificación 60°C) y 2,5 partes en peso de microcera (punto de solidificación 70°C), y se mezclan con 45 partes en peso de hidrocarburo (punto de inflamación 56°C). Se mezclan 48,5 partes en peso de hidrocarburo (punto de inflamación 56°C) con 0,5 partes en peso de dilaurato de dibutilestano y 1 parte en peso de Tegostab® B 8443, y se añaden a la dispersión de cera.

Ejemplo 1b: agente separador no según la invención

10 Se funden 2,5 partes en peso de cera de polietileno (punto de solidificación 60°C) y 2,5 partes en peso de microcera (punto de solidificación 70°C), y se mezclan con 5 partes en peso de cera de polietileno etoxilada, 0,9 partes en peso de Genamin 16R y 0,2 partes en peso de ácido acético. A continuación se añade la fusión a 90°C a 88,9 partes en peso de agua, y se agita intensivamente.

Ejemplo 1c: agente separador según la invención

Se añadieron a un vaso 50 % en peso de agente separador del Ejemplo 1a y 50 % en peso de agente separador del Ejemplo 1b, y se agitaron 20 minutos intensivamente a temperatura ambiente.

15 **Ejemplo 1d: agente separador no según la invención**

20 Se funden 2,5 partes en peso de cera de polietileno (punto de solidificación 60°C) y 2,5 partes en peso de microcera (punto de solidificación 70°C) y se mezclan con 15 partes en peso de hidrocarburo (punto de inflamación 56°C). A continuación se añaden 0,9 partes en peso de Genamin, y se añade la mezcla a 78,5 partes en peso de agua y se agita intensivamente. Finalmente se introducen con agitación 0,5 partes en peso de dilaurato de dibutilestano y 1 parte en peso de Tegostab® B 8443 en la dispersión.

Ejemplo 1e: agente separador no según la invención

25 Se funden 2,5 partes en peso de cera de polietileno (punto de solidificación 60°C) y 2,5 partes en peso de microcera (punto de solidificación 70°C) y se mezclan con 35 partes en peso de hidrocarburo (punto de inflamación 56°C). A continuación se añaden 0,9 partes en peso de Genamin, y se añade la mezcla a 58,5 partes en peso de agua y se agita intensivamente. Finalmente se introducen con agitación 0,5 partes en peso de dilaurato de dibutilestano y 1 parte en peso de Tegostab® B 8443 en la dispersión.

Ejemplo 1f: agente separador no según la invención

30 Se funden 2,5 partes en peso de cera de polietileno (punto de solidificación 60°C) y 2,5 partes en peso de microcera (punto de solidificación 70°C) y se mezclan con 55 partes en peso de hidrocarburo (punto de inflamación 56°C). A continuación se añaden 0,9 partes en peso de Genamin, y se añade la mezcla a 38,5 partes en peso de agua y se agita intensivamente. Finalmente se introducen con agitación 0,5 partes en peso de dilaurato de dibutilestano y 1 parte en peso de Tegostab® B 8443 en la dispersión.

Ejemplo 1g: agente separador según la invención

35 Se añadieron a un vaso 50 % en peso de agente separador del Ejemplo 1a y 50 % en peso de agente separador del Ejemplo 1b, y se dispersaron 30 minutos intensivamente a temperatura ambiente con un Ultraturax a 5000 rpm.

Ejemplo 1h: agente separador según la invención

Se dispersaron 50 % en peso de agente separador del Ejemplo 1a y 50 % en peso de agente separador del Ejemplo 1b en un molino de perlas (dispositivo de separación rotor-camisa, perlas de circonio 2 micrómetros) 45 minutos intensivamente a temperatura ambiente.

40 **Ejemplo 1i: agente separador según la invención**

Se dispersaron 50 % en peso de agente separador del Ejemplo 1a y 50 % en peso de agente separador del Ejemplo 1b con un homogeneizador de alta presión (1000 bar, 20 l/h) 45 minutos intensivamente a temperatura ambiente.

Ejemplo 1j: agente separador según la invención

Se dispersaron 30 % en peso de agente separador del Ejemplo 1a y 70 % en peso de agente separador del Ejemplo 1b 45 minutos intensivamente a temperatura ambiente con un mecanismo agitador con agitador de dos palas.

Ejemplo 1k: agente separador según la invención

- 5 Se dispersaron 70 % en peso de agente separador del Ejemplo 1a y 30 % en peso de agente separador del Ejemplo 1b 45 minutos intensivamente a temperatura ambiente con un mecanismo agitador con agitador de dos palas.

Ejemplo 2: ensayos de separación

- 10 Se aplicaron los agentes separadores según los Ejemplos 1a, 1b y 1c sobre placas metálicas por medio de una tobera en cantidades de 30 g/m² sobre placas metálicas. A continuación se espumó a 55°C un sistema de poliuretano constituido por 100 partes en peso de Desmophen® PU 50REII, 3,5 partes en peso de agua, 0,5 partes en peso de Tegoamin® 33, 1,5 partes en peso de dietanolamina, 1 parte en peso de Tegostab® B4113, 78 partes en peso de Suprasec® X 2412 en un molde de caja formado a partir de las placas, cubriéndose el molde de caja con una placa metálica pulverizada con agente separador, y una vez concluida la formación de espuma se valoraron la fuerza de separación y la superficie de espuma. Los resultados se indican en la Tabla 1.

- 15 Tabla 1: valoración de los ensayos de agente separador:

Agente separador	Fuerza para la extracción de la placa metálica de la espuma [Kg]	Valoración de la superficie de espuma
1a	1,5	Muy irregular, en parte de poros abiertos considerablemente
1b	1,8	Muy irregular, en parte de poros abiertos considerablemente
1c	0,3	Muy uniforme, apenas de poros abiertos

Ejemplo 3: estabilidad de dispersión

La estabilidad de dispersión se estimó ópticamente. A tal efecto se verificaron diariamente las pruebas y se compararon con muestras recién producidas. Los resultados se enumeran en la Tabla 2.

- 20 Tabla 2: valoración de la estabilidad de dispersión:

Agente separador	Separación a temperature ambiente comienza a ser visible después de
1a	> 20 días
1b	> 10 días
1c	> 50 días
1d	5 días
1e	2 días
1f	1 día
1g	> 50 días
1h	> 50 días
1i	> 50 días
1j	> 50 días
1k	> 50 días

Ejemplo 4: conductividad eléctrica de las dispersiones

- 25 La conductividad específica de las dispersiones se midió con un Voltcraft 96 de la firma METEX. A tal efecto se sumergió el cabezal de medición del aparato en la dispersión a temperatura ambiente hasta que se pudo leer un valor de medición constante. Los resultados se reflejan en la Tabla 3.

Tabla 3: conductividad de las dispersiones:

Agente separador	Resistencia específica [MΩ/cm]
1a	> 5
1b	0,03
1c	> 5
1d	0,02
1e	0,01
1f	0,01
1g	> 5
1h	> 5
1i	> 5
1j	0,01
1k	> 5

Ejemplo 5: formación de película de las dispersiones

- 5 La formación de película de las dispersiones se determinó mediante medición de longitud del goteo de 0,5 ml de dispersión en una placa metálica calentada a 60°C. A tal efecto se posicionó la placa en un ángulo de 45°. Se midió la longitud del curso tras el secado del disolvente. Los resultados se indican en la Tabla 4.

Tabla 4: longitudes de goteo determinadas

Agente separador	Longitud de goteo en cm
1a	5,1
1b	2,3
1c	5,3
1d	2,5
1e	2,2
1f	2,4
1g	2,3
1h	2,2
1i	2,3
1j	2,5
1k	2,2

10 **Ejemplo 6: comportamiento de separación tras centrifugado**

Para el análisis de estabilidad se empleó el analizador de estabilidad LUMiFuge® de la firma LUM GmbH, y éste se accionó con los parámetros descritos anteriormente en la descripción. Se analizaron muestras de dispersión según la invención según el Ejemplo 1c y de la dispersión no según la invención 1d.

- 15 Tras la separación mediante centrifugado, el análisis de la dispersión según la invención según el Ejemplo 1c condujo al menos a 3 fases, que eran identificables como fases con diferente grado de transmisión (T):

La fase 1 precipitó como fase superior. Ésta es transparente a ligeramente turbia (T₁). Por debajo se encontraba la fase 3 no transparente con mínima transmisión (T₃). Dentro de la fase 3 era visible a su vez un límite de fase. El grado de transmisión de ambas fases parciales de la fase 3 es similar. Por debajo hasta el fondo del depósito se encontraba la fase 2, que presenta un grado de transmisión (T₂) más elevado en comparación con la fase 3.

El grado de transmisión de la fase 1 y 2 era casi idéntico, en cualquier caso era esencialmente más elevado que el grado de transmisión de la fase 3, de modo que se considera: $T_1 \geq T_2 > T_{3,a}; T_{3,b}$.

5 Tras la separación a través de centrifugado, el análisis de la dispersión no según la invención según el Ejemplo 1d condujo a la precipitación de una fase superior con el mínimo grado de transmisión (T_i). Dispuesta directamente por debajo se encontraba una fase que mostraba una transmisión más elevada que la fase i (T_{ii}), de modo que se considera: $T_i < T_{ii}$.

REIVINDICACIONES

- 1.- Dispersión que contiene un agente de dispersión (fase I) y una fase dispersa líquida II, caracterizada por que ambas fases I y II contienen otra fase dispersada III, y esta fase dispersada III comprende un agente separador activo.
- 5 2.- Dispersión según la reivindicación 1, caracterizada por que ambas fases I y II no son solubles entre sí a temperatura ambiente en más de 0,5 % en peso, referido respectivamente a la otra fase.
- 3.- Dispersión según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que la proporción másica de fase I respecto a fase II asciende a 0,1 a 100 hasta 100 a 0,1.
- 10 4.- Dispersión según la reivindicación 2 o 3, caracterizada por que la fase II está constituida por agua en más de 75 % en peso.
- 5.- Dispersión según al menos una de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizada por que la fase I está constituida en más de 75 % en peso por un hidrocarburo o una mezcla de hidrocarburos.
- 6.- Dispersión según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que la proporción de fase III en la fase I asciende a 0,1 hasta 20 % en peso, preferentemente a 1 hasta 7,5 % en peso, referido a la suma de fase I y fase III.
- 15 7.- Dispersión según la reivindicación 6, caracterizada por que la proporción de fase III en la fase II asciende a 1 hasta 40 % en peso, preferentemente a 5 hasta 20 % en peso, referido a la suma de fase II y fase III.
- 8.- Dispersión según al menos una de las reivindicaciones 2 a 7, caracterizada por que como agente separador activo en la fase III están contenida una o varias microceras, ceras de polietileno y/o ceras de polietileno etoxiladas, preferentemente una o varias microceras y/o ceras de polietileno etoxiladas.
- 20 9.- Procedimiento para la producción de una dispersión según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizada por que se pone a disposición una fase I y una fase II, se dispersa un agente separador activo como fase III en ambas fases I y II, y a continuación se mezclan entre sí las fases I y II.
- 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que las dos fases I y II no son solubles entre sí a temperatura ambiente en más de 0,5 % en peso, referido respectivamente a la otra fase.
- 25 11.- Procedimiento según la reivindicación 9 o 10, caracterizado por que se emplea una cera fundida como agente separador activo.
- 12.- Empleo de una dispersión según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8 como o para la producción de barnices, pinturas, dispersiones poliméricas y agentes separadores.

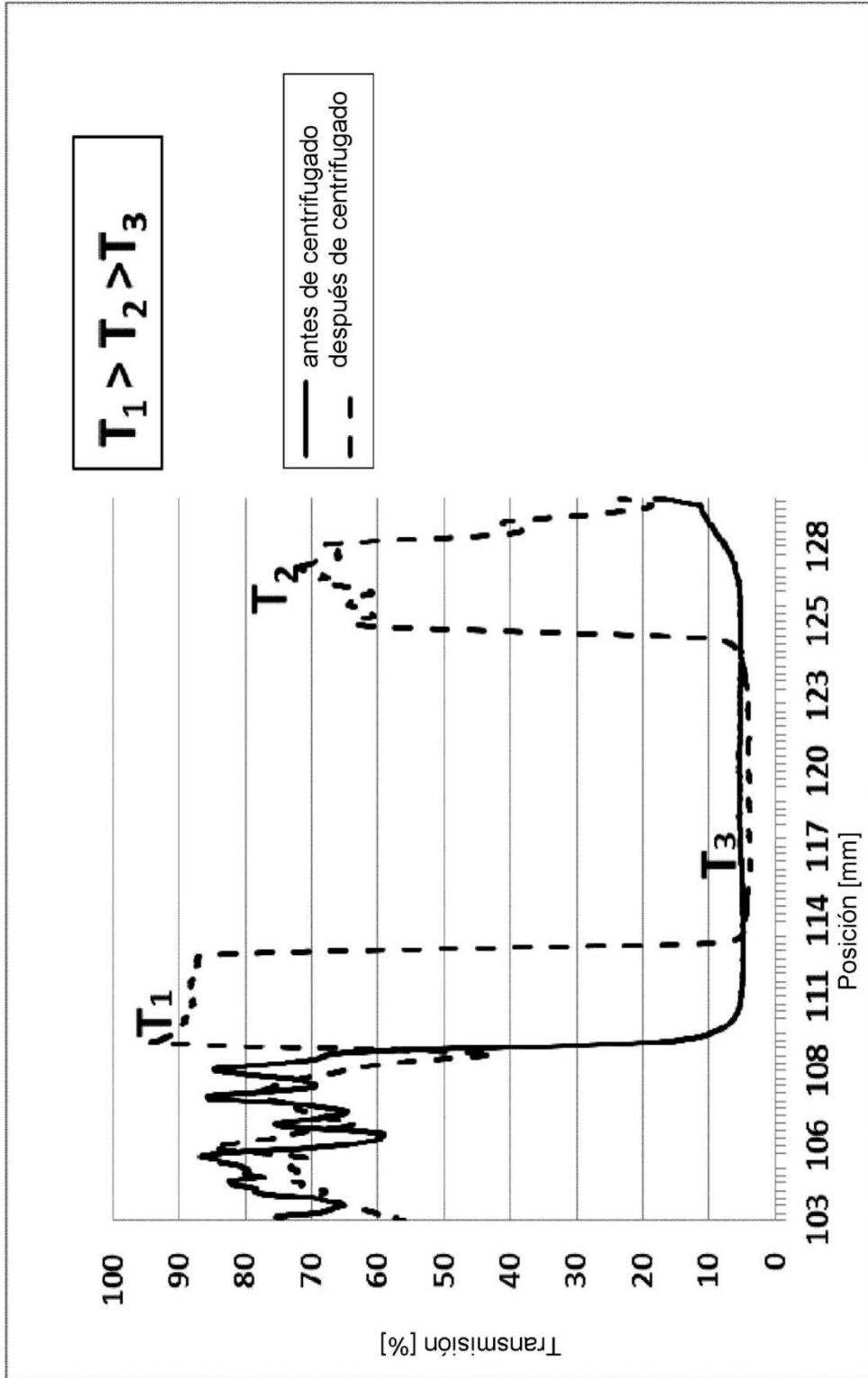


Fig. 1

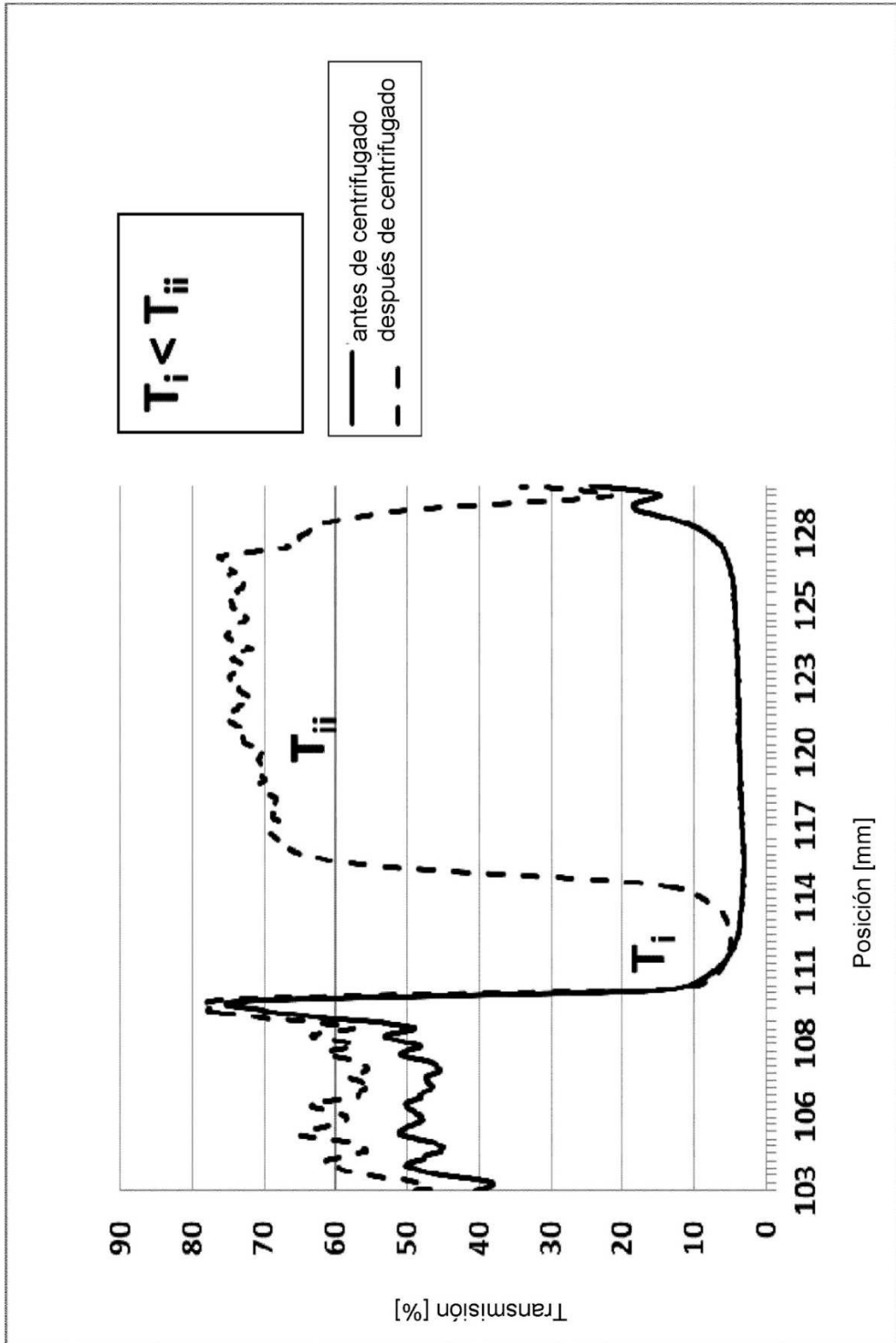


Fig. 2