

## ÖZET

### REOLOJİ KONTROL AJANI OLARAK KULLANIMA UYGUN, SAKLAMA-STABİLİTELİ ÜRE PREPARATLARI

5

Buluş, bileşiminde (A) % 5 ilâ 75 ağırlık oranında olmak üzere,  $\geq 350$  g/mol molekül ağırlığına sahip olan ve bunun yanında en az bir üre grubu içeren bir veya birden çok üre bileşeni; (B) % 15 ilâ 95 ağırlık oranında, tercihen % 30 ilâ 80 ağırlık oranında olmak üzere, 155 ilâ

10 700 g/mol molekül ağırlığına sahip olan, üre grupları içermeyen ve aşağıdaki formül (I)'e sahip olan, N-alkilamidler grubundan bir veya birden çok organik çözücü – ki burada, (a), (b) ve (c) için her durumda  $x+y+z \geq 8$  bağıntısı geçerli olmak kaydıyla, (a)  $R^1$ ,  $x = 1$  ilâ 24 karbon atomu içeren bir hidrokarbon köküdür,

15  $R^2$ ,  $y = 1$  ilâ 12 karbon atomu içeren bir organik köktür ve  $R^3$ ,  $z = 1$  ilâ 12 karbon atomu içeren bir organik köktür veya (b)  $R^1$ ,  $R^2$  ve  $R^3$  (a)'da tanımlandıkları gibidirler, fakat  $R^1$  ve  $R^2$  bir kimyasal bağla birbirine bağlanmıştır ve birlikte, C(=O)N grubunun da eklenmesiyle 4 ilâ 10 halka atomlu bir halka oluştururlar ve 4 veya 5 halka atomlu bir halka

20 durumunda,  $R^3$  en az 6 karbon atomu ve en fazla 11 karbon atomu içerir veya (c)  $R^1$ ,  $R^2$  ve  $R^3$  (a)'da tanımlandıkları gibidirler, fakat  $R^2$  ve  $R^3$  bir kimyasal bağla birbirine bağlanmıştır ve birlikte, genel formül (I) yapısında nitrojen atomunun eklenmesiyle 4 ilâ 10 halka atomlu bir halka oluştururlar -; (C) % 0 ilâ 35 ağırlık oranında olmak

25 üzere, hiç üre grubu ve hiç bir iyonik grup içermeyen, bunun yanında nitrojen ve oksijen elementlerinin oluşturduğu gruptan maksimum iki heteroatoma sahip olan, (B)'den farklı bir veya birden çok organik

çözücü ve (D) % 0 ilâ 50 ağırlık oranında olmak üzere, (A) üre bileşeninden veya bileşenlerinden, (B) çözücüsünden veya çözücülerinden ve (C) çözücüsünden veya çözücülerinden farklı bir tuz içeren bir üre preparatıyla ilgilidir ve burada verilen tüm ağırlık 5 yüzdesi oranları üre preparatının toplam ağırlığı bazındadır. Buluş, ayrıca, üre preparatının sıvı bileşimler için reoloji katkısı olarak kullanımıyla ve üre preparatlarını içeren sıvı ortamlarla ilgilidir.

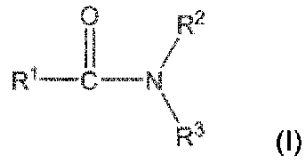
## İSTEMLER

### 1. Üre preparatı olup, bileşiminde

(A) % 5 ilâ 75 ağırlık oranında olmak üzere,  $\geq 350$  g/mol molekül ağırlığına sahip olan ve bunun yanında en az bir üre grubu içeren bir veya birden çok üre bileşeni,

(B) % 15 ilâ 95 ağırlık oranında, tercihen % 30 ilâ 80 ağırlık oranında olmak üzere, 155 ilâ 700 g/mol molekül ağırlığına sahip olan, üre grupları içermeyen ve aşağıdaki genel formül (I)'e sahip olan, N-alkilamidler grubundan bir veya birden çok organik çözücü olup,

10



burada

(a), (b) ve (c) için her durumda  $x+y+z \geq 8$  bağıntısı geçerli olmak kaydıyla,

15 (a)  $\text{R}^1$ ,  $x = 1$  ilâ 24 karbon atomu içeren bir hidrokarbon köküdür,  $\text{R}^2$ ,  $y = 1$  ilâ 12 karbon atomu içeren bir organik köktür ve  $\text{R}^3$ ,  $z = 1$  ilâ 12 karbon atomu içeren bir organik köktür veya

(b)  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  ve  $\text{R}^3$  (a)'da tanımlandıkları gibidirler, fakat  $\text{R}^1$  ve  $\text{R}^2$  bir kimyasal bağla birbirine bağlanmıştır ve birlikte,  $\text{C}(=\text{O})\text{N}$  grubunun da eklenmesiyle 4 ilâ 10 halka atomlu bir halka oluştururlar ve  $x+y <$

20

4 olduğu 4 veya 5 halka atomlu bir halka durumunda,  $R^3$  kökü en az 6 karbon atomu ve en fazla 11 karbon atomu içerir

veya

(c)  $R^1$ ,  $R^2$  ve  $R^3$  (a)'da tanımlandıkları gibidirler, fakat  $R^2$  ve  $R^3$  bir kimyasal bağla birbirine bağlanmıştır ve birlikte, genel formül (I) yapısında nitrojen atomunun eklenmesiyle 4 ilâ 10 halka atomlu bir halka oluştururlar,

(C) % 0 ilâ 35 ağırlık oranında olmak üzere, hiç üre grubu ve hiç bir iyonik grup içermeyen, bunun yanında nitrojen ve oksijen elementlerinin oluşturduğu gruptan maksimum iki heteroatoma sahip olan, (B)'den farklı bir veya birden çok organik çözücü ve

(D) % 0 ilâ 50 ağırlık oranında olmak üzere, (A) üre bileşeninden veya bileşenlerinden, (B) çözücüsünden veya çözücülerinden ve (C) çözücüsünden veya çözücülerinden farklı bir tuz içerir ve

burada verilen tüm ağırlık yüzdesi oranları, üre preparatının toplam ağırlığı bazındadır.

**2. İstem 1'e uygun üre preparatı olup, bileşiminde**

(A) % 10 ilâ 65 ağırlık oranında olmak üzere, 350 ilâ 60000 g/mol ağırlık ortalamalı molekül ağırlığına sahip olan ve bunun yanında en az bir üre grubu içeren üre bileşeni veya üre bileşenleri,

(B) % 20 ilâ 85 ağırlık oranında olmak üzere, 155 ilâ 700 g/mol molekül ağırlığına sahip olan, üre grupları içermeyen ve genel formül

(I)'e sahip olan, N-alkilamidler grubundan bir veya birden çok organik çözücü,

(C) % 0 ilâ 25 ağırlık oranında olmak üzere, hiç üre grubu ve hiç bir iyonik grup içermeyen, bunun yanında nitrojen ve oksijen elementlerinin oluşturduğu gruptan maksimum iki heteroatoma sahip olan, (B)'den farklı bir veya birden çok organik çözücü ve

(D) tercihen % 0 ilâ % 15 ağırlık oranında tuz içerir ve

burada verilen tüm ağırlık yüzdesi oranları, üre preparatının toplam ağırlığı bazındadır.

10

3. İstem 1'e veya 2'ye uygun üre preparatı olup, burada, çözücünün (B) toplam ağırlığı bazında, genel formül (I) yapısındaki çözücünün (B) ağırlıkça % 50 ilâ % 100'ü bir intermoleküler amid (B1) olup, burada

15  $R^1$ ; 3 ilâ 17 karbon atomu içeren, dallanmış veya dallanmamış, doymuş veya doymamış, tercihen doymuş hidrokarbon köküdür;

$R^2$  ve  $R^3$  her durumda aynı veya farklıdır ve birbirinden bağımsız olarak, 1 ilâ 6, tercihen 1 ilâ 4 karbon atomu içeren bir dallanmış veya dallanmamış, doymuş veya doymamış organik köktürler

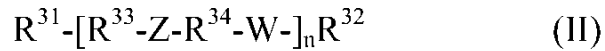
20 veya

$R^2$  ve  $R^3$  bir kimyasal bağla birbirine bağlanmıştır ve genel formül (I) yapısında bir nitrojenin eklenmesiyle 5 ilâ 7 halka atomlu bir halka oluştururlar.

4. İstem 1'e veya 2'ye uygun üre preparatı olup, burada, çözücünün (B) toplam ağırlığı bazında, genel formül (I) yapısındaki çözücünün (B) ağırlıkça % 50 ilâ % 100'ü bir intramoleküler amid (B2) olup, burada R<sup>1</sup> ve R<sup>2</sup> bir kimyasal bağla birbirine bağlanmışlardır ve  
 5 C(=O)N grubunun eklenmesiyle 4 ilâ 8 halka atomlu bir halka oluştururlar ve bu durumda opsiyonel olarak bir veya birden çok halka karbon atomu bir C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkil köküyle süstitüe edilmiştir.

5. 1'den 4'e kadar olan istemlerden birine uygun üre preparatları olup, burada üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında, üre bileşeninin  
 10 (A) ağırlıkça % 70 ilâ % 100'ü ya en az iki üre grubuna sahiptir ya da en az bir üre grubuna ve en az bir üretan grubuna, tercihen de en az iki üre grubuna ve iki üretan grubuna sahiptir.

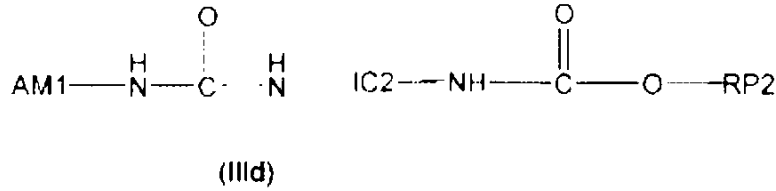
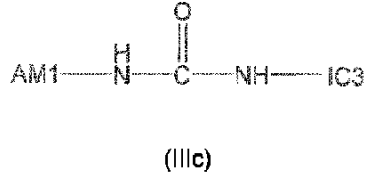
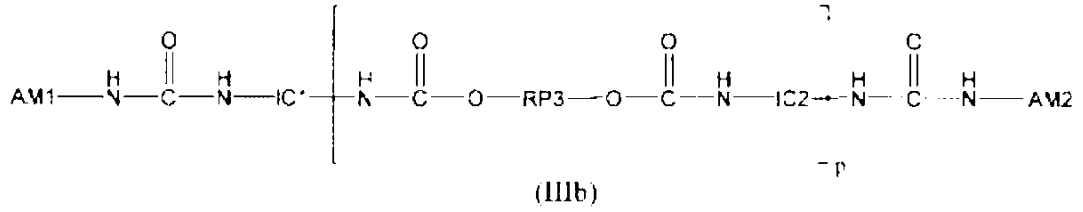
6. 1'den 5'e kadar olan istemlerden birine uygun üre preparatları olup,  
 15 burada  
 (i) üre bileşenlerinin (A) ağırlıkça % 50 ilâ % 100'ü, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında genel formül (II)'e uygun yapıda bulunurlar



20 ve burada

R<sup>31</sup> ve R<sup>32</sup> her durumda aynıdırlar veya farklıdırlar ve ayrıca, her durumda birbirinden bağımsız olarak, her biri maksimum bir üre grubu ve her biri maksimum bir üretan grubuna sahip olan ve 1 ilâ 100 karbon atomu içeren bir dallanmış veya dallanmamış, doymuş veya  
 25 doymamış organik köktürler,





5

ve burada

AM; 2 ilâ 50 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik organik köktür,

- 10 AM1 ve AM2, her durumda aynıdırlar veya farklıdırlar ve ayrıca, her durumda birbirinden bağımsız olarak, 1 ilâ 50 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik organik köktürler ve bu organik kök, hidroksil grupları veya amino grupları gibi başka fonksiyonel gruplar
- 15 içerebilirler,

IC1 ve IC2, her durumda aynıdırlar veya farklıdırlar ve ayrıca, her durumda birbirinden bağımsız olarak, 2 ilâ 40 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik hidrokarbon köküdürler,

IC3, 2 ilâ 24 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik hidrokarbon köküdür,

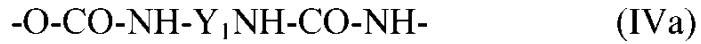
RP1 ve RP2, her durumda aynıdır veya farklıdır ve ayrıca, her  
5 durumda birbirinden bağımsız olarak, 1 ilâ 24 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik organik kök ve/veya 1 ilâ 120 eter oksijen atomuna sahip bir polieter kökü ve/veya 1 ilâ 100 ester grubuna sahip, opsiyonel olarak eter grupları içeren bir polyester kökü  
10 ve/veya 1 ilâ 100 amid grubuna sahip bir poliamid kökü ve/veya 3 ilâ 100 silisyum atomuna sahip bir polisiloksan köküdürler,

RP3 aynı veya farklıdır ve ayrıca 2 ilâ 24 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik hidrokarbon kökü ve/veya 1 ilâ 120 eter oksijen  
15 atomuna sahip bir poli(eter) kökü ve/veya 1 ilâ 100 amid grubuna sahip bir poliamid kökü ve/veya 3 ilâ 100 silisyum atomuna sahip bir polisiloksan kökü ve/veya 1 ilâ 100 ester grubuna sahip, opsiyonel olarak eter grupları içeren bir polyester köküdür ve p, 0 veya 1'dir.

7. 1'den 6'ya kadar olan istemlerden birine uygun üre preparatları  
20 olup, burada üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında üre bileşenlerinin (A) ağırlıkça % 70 ilâ % 100'ü, her durumda, izosiyanürat ve/veya üredion oluşumu yoluyla oligomerleştirilmiş izosiyanatların monofonksiyonel aminlerle reaksiyonu yoluyla üretilebilir.

8. 1'den 7'ye kadar olan istemlerden birine veya birden çoğuna uygun üre preparatları olup, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında üre bileşenlerinin (A) ağırlıkça % 95 ilâ % 100'ü, her durumda genel formül (IVa) yapısında en az bir molekül segmenti içerir

5



ve burada

10 Y<sub>1</sub> 4 ilâ 20, tercihen 5 ilâ 18, özellikle tercihen 6 ilâ 13 karbon atomu içeren doymuş veya doymamış, dallanmış veya dallanmamış bir hidrokarbon köküdür;

öte yandan, her durumda, genel formül (IVb) yapısında hiçbir molekül  
15 segmenti içermez



ve burada

20 Y<sub>2</sub>, 4 ilâ 20, tercihen 5 ilâ 18, özellikle tercihen 6 ilâ 13 karbon atomu içeren doymuş veya doymamış, dallanmış veya dallanmamış bir hidrokarbon köküdür.

9. 1'den 8'e kadar olan istemlerden birine uygun üre preparatları olup,  
25 buradaki çözücü (C), alifatik hidrokarbonların, sikloalifatik hidrokarbonların, terpenlerin, terpenoidlerin, aromatik hidrokarbonların, klorohidrokarbonların, alkollerin, ketonların,

esterlerin, glikoeterlerin, eterlerin, amidlerin, sülfoksitlerin, sülfonların, asetallerin ve nitroalkanların oluşturduğu gruptan seçilir.

10 **10.** 1'den 9'a kadar olan istemlerden birine veya birden çoğuna uygun  
5 üre preparatları olup, buradaki tuz (D), halojenürler, yalancı  
halojenürler, formiatlar, asetatlar ve/veya nitratlar grubundan tek-  
değerli anyonlara sahip olan (i) iyonik sıvıların ve/veya (ii) alkali  
metal tuzlarının, toprak alkali metal tuzunun ve/veya amonyum  
tuzlarının oluşturduğu gruptan seçilir.

10

**11.** 1'den 10'a kadar olan istemlerden birine veya birden çoğuna  
uygun üre preparatları olup, bunlar (A) ve (B) veya (A), (B) ve (C)  
veya (A), (B) ve (D) bileşenlerinden oluşur.

15 **12.** 1'den 11'e kadar olan istemlere uygun üre preparatlarının, sıvı  
ortamlar için reoloji yardımcı maddesi olarak kullanımındır.

20 **13.** İstem 12'ye göre kullanım olup, buradaki reoloji yardımcı  
maddesi, bir kıvamlaştırma ajanı ve/veya bir tiksotropikleştirme  
ajanıdır.

**14.** 1'den 11'e kadar olan istemlerden birine veya birden çoğuna  
uygun bir üre preparatı içeren bir sıvı ortamıdır.

25 **15.** İstem 14'e uygun sıvı ortam olup, bu sıvı ortam, lakların, baskı  
boyalarının, mürekkeplerin, pigment macunlarının, polimer  
formülasyonların, kozmetik preparatların, inşaat malzemesi  
formülasyonlarının, seramik formülasyonlarının, yağlama

maddelerinin, döküm bileşiklerinin, sızdırmazlık macunlarının, püskürtme ajanlarının, yapıştırıcıların ve doğalgaz ve petrol sondajında kullanılan formülasyonların oluşturduğu gruptan seçilir.

24435

## TARİFNAME

**REOLOJİ KONTROL AJANI OLARAK KULLANIMA****5 UYGUN, SAKLAMA-STABİLİTELİ ÜRE PREPARATLARI**

Mevcut buluş saklama stabilitesi artırılmış üre preparatlarıyla ve onların, buluşa uygun üre preparatlarını içeren sıvı karışımlarda ve formülasyonlarda reoloji kontrolü için kullanımıyla ilgilidir.

10

Sıvı sistemlerin, özellikle sıvı kaplama sistemlerinin reolojisini kontrol etmek için reoloji yardımcı maddesi olarak çoğunlukla organik modifiye edilmiş bentonitler, silikalar, hidrojenize kastor yağı ve poliamid reçineleri kullanılır.

15

Bu reolojik yardımcı maddelerin çoğunlukla kuru katı maddeler formunda bulunması bunların kullanımında dezavantajlı bir noktadır. Neticede bundan dolayı sözü edilen reolojik yardımcı maddeler kullanılmadan önce, çözücüler ve kesme kuvvetleri uygulanarak ilk önce bir yarı mamul halini alacak şekilde çözünürleştirilir. Alternatif olarak, henüz çözünürleştirilmemiş olan yardımcı maddeler, spesifik sıcaklık kontrolü yoluyla sıvı uygulama sistemine, örneğin kaplama ajanı sistemine eklenmek suretiyle de kullanılabilir. Bu sıcaklık kontrolü hedef parametrelere uygun olarak yapılmadığı takdirde, bitmiş kaplama sisteminde tipik olarak kaplamada hatalara yol açabilecek kristalitler ortaya çıkar.

25

Bu gibi reolojik yardımcı maddelerin genel bir dezavantajı, özellikle berrak şeffaf kaplamalarda bulanmalara ve sis oluşumuna (haze) neden olabilmeleridir. Buna ilaveten, işleme sırasında tozlanmaya neden olabilen kuru, toz-formunda ürünlerin elleçlenmesi arzu edilen bir durum değildir.

Belirli üre bileşiklerinin çözeltileri, bu katı reoloji kontrol ajanlarına karşı bir sıvı uygulama alternatifi oluşturur. Bu gibi çözeltiler pratikte sıklıkla kullanılırlar ve örneğin EP-A-1188779'da tarif edilmişlerdir.

Burada çözücü olarak, açıkça dimetil sülfoksit, dimetilformamid, dimetilasetamid, N-metilpirolidon ve N-bütil-pirolidon gibi polar/aprotik çözücülerden bahsedilmekte olup, örneklerde sadece dimetilasetamid ve N-metil-pirolidon kullanılmaktadır. DE-A-19919482'de, üre türevlerinin çözülmesi için uygun ortamlar olarak dimetil sülfoksit, dimetilformamid ve -asetamid, N-metil-pirolidon, N-bütil-pirolidon ve benzer N-alkil-pirolidonların kullanımı açıklanmış olup, bunlardan en son bahsedilenler açıkça belirtilmemiş veya hiç kullanılmamıştır. EP-A-0006252'de uygun çözücü olarak, N-metil-pirolidon, N-bütil-pirolidon, dimetil sülfoksit, dimetilformamid ve -asetamidin yanında N,N,N',N'-tetrametil üreden bahsedilmektedir.

Ancak mevcut buluş çerçevesindeki örneklerde sadece dimetil sülfoksit, dimetilformamid ve N-metil pirolidon kullanılmıştır. N-metil pirolidona karşı avantajlı bir alternatif olarak DE-A-102008059702'de iyonik sıvılar olarak adlandırılan ajanların kullanımı önerilmiş olup, bunlar gerçekte mutedil sıcaklık şartlarında (çoğunlukla 80°C'nin altında, ideal durumda oda sıcaklığında) sıvı halde bulunan tuz eriyikleridirler. Çözünmüş üre bileşiklerinin reoloji kontrol eden özellikleri çoğunlukla gayet iyi olmakla birlikte, birçok

durumda çok daha fazla optimize edilmiş bir reolojik davranış beklentisi devam etmektedir. Optimize edilmiş bir davranış, çoğunlukla sadece daha iyi bir reolojik etkinlikte değil, fakat bunun yanında uygulamayla ilgili formülasyonlarda, örneğin farklı bağlayıcılar içeren sistemlerde çok daha geniş bir geçimlilik profiliyle de kendini açığa vurur.

Sıvı formda hazırlanan reoloji kontrol ajanları bağlamında dikkate alınması gereken bir başka özellik bunların saklama stabilitesidir. Bu bakımdan, örneğin sıcaklık dalgalanmaları altında saklama sırasında daha uzun saklama süreleri veya daha yüksek saklama stresi saklama stabilitesinin düşmesine ve buna paralel olarak hedef sistem içindeki etkinin düşmesine yol açabilir. Bunun nedeni, üre bileşenlerinin uygulama sistemlerinde reoloji kontrol edici etkilerini bu sistemlerdeki kristalizasyon yoluyla göstermeleri gerekirken, bu üre bileşenlerinin kıvamlaştırıcı bir etki göstermelerinin veya hatta üre preparatının saklama formu içinde kristalleşmelerinin hiç mi hiç arzu edilmeyen bir durum olmasıdır. Saklama-stabiliteli preparatların şimdiye kadarki seçimi esasen yukarıda sözü edilen çözücüleri içeren sistemlerle kısıtlı kalmıştır. Bu nedenle uygun çözücülerin seçimi zordur, çünkü bunların bir yandan özellikle ilerideki uygulama sistemleriyle geçimli olması, aynı zamanda tercihen sıvı olan bileşimin yeterli saklama stabilitesini güvenceye alması ve başka ilave şartları da (örn. çözücünün uygulama sisteminin reoloji kontrol bileşenleriyle veya başka bileşenleriyle reaksiyona girmemesi) karşılaması gerekir.

Bundan dolayı, reolojik etkinlik ve saklama stabilitesi bakımlarından

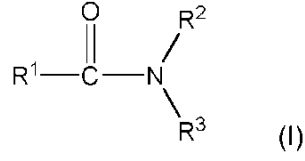
iyileştirilmiş olan üre preparatlarına olan ihtiyaç hala devam etmektedir. Bir preparatın reolojik etkinliği, örneğin, üre preparatıyla formüle edilmiş olan kaplama ajanının stres dayanımı, yani akma sınırı temelinde saptanabilir. Buna ilaveten, uygulamayla ilgili formülasyonlarda, örneğin boyalarda geniş bir geçimlilik profiline sahip olan üre preparatlarına da gerek duyulmaktadır. Özellikle, bunlarla hazırlanmış olan boyalar mümkün mertebe hiç benek, sis ve/veya bulanıklık oluşumu göstermemelidir.

10 Dolayısıyla mevcut buluşun amacı, özellikle daha iyi saklama stabilitesine sahip olan, kalite olarak yüksek değerli ve iyi etkili bir reoloji kontrol ajanının hazırlanması olarak saptanmıştır.

Bu amaca, bileşiminde

15 (A) % 5 ilâ 75 ağırlık oranında, tercihen % 10 ilâ 65 ağırlık oranında, özellikle tercihen % 15 ilâ 60 ağırlık oranında, bilhassa tercihen % 20 ilâ 55 ağırlık oranında olmak üzere,  $\geq$  350 g/mol molekül ağırlığına sahip olan ve bunun yanında en az bir üre grubu içeren bir veya birden çok üre bileşeni,

20 (B) % 15 ilâ 95 ağırlık oranında, tercihen % 20 ilâ 85 ağırlık oranında, özellikle tercihen % 30 ilâ 80 ağırlık oranında olmak üzere, 155 ilâ 700 g/mol molekül ağırlığına sahip olan, üre grupları içermeyen ve aşağıdaki genel formül (I)'e sahip olan, N-alkilamidler grubundan bir veya birden çok organik çözücü  
25 olup,



burada

(a), (b) ve (c) için her durumda  $x+y+z \geq 8$  bağıntısı geçerli olmak kaydıyla,

5 (a)  $\text{R}^1$ ,  $x = 1$  ilâ 24 karbon atomu içeren bir hidrokarbon köküdür,  
 $\text{R}^2$ ,  $y = 1$  ilâ 12 karbon atomu içeren bir organik köktür  
ve  $\text{R}^3$ ,  $z = 1$  ilâ 12 karbon atomu içeren bir organik köktür  
veya

10 (b)  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  ve  $\text{R}^3$  (a)'da tanımlandıkları gibidirler, fakat  $\text{R}^1$   
ve  $\text{R}^2$  bir kimyasal bağla birbirine bağlanmıştır ve  
birlikte,  $\text{C}(=\text{O})\text{N}$  grubunun da eklenmesiyle 4 ilâ 10 halka  
atomlu bir halka oluştururlar ve  $x+y < 4$  olduğunda 4  
veya 5 halka atomlu bir halka durumunda,  $\text{R}^3$  en az 6  
15 karbon atomu ve en fazla 11 karbon atomu içerir

veya

(c)  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  ve  $\text{R}^3$  (a)'da tanımlandıkları gibidirler, fakat  $\text{R}^2$   
ve  $\text{R}^3$  bir kimyasal bağla birbirine bağlanmıştır ve  
birlikte, genel formül (I) yapısında nitrojen atomunun  
20 eklenmesiyle 4 ilâ 10 halka atomlu bir halka oluştururlar,

(C) % 0 ilâ 35 ağırlık oranında, tercihen % 0 ilâ 25 ağırlık  
oranında olmak üzere, hiç üre grubu ve hiç bir iyonik grup

içermeyen, bunun yanında nitrojen ve oksijen elementlerinin oluşturduğu gruptan maksimum iki heteroatoma sahip olan, (B)'den farklı bir veya birden çok organik çözücü ve

(D) % 0 ilâ 50 ağırlık oranında, tercihen % 0 ilâ 15 ağırlık oranında olmak üzere, (A) üre bileşeninden veya bileşenlerinden, (B) çözücüsünden veya çözücülerinden ve (C) çözücüsünden veya çözücülerinden farklı bir tuz içeren bir üre preparatıyla ulaşılmıştır ve

burada verilen tüm ağırlık yüzdesi oranları üre preparatının toplam ağırlığı bazındadır.

Yukarıda sözü edilen (A), (B), (C) ve (D) bileşenleri ve ayrıca aşağıda sözü edilen (E) bileşeni, her bir bileşenin kendi tanımı kapsamına giren bir veya birden çok türü içerebilir. Bileşenler için verilen tüm yüzdeler, hem bileşenlerin her durumda sadece bir türden meydana geldiği haller için, hem de her bir bileşeni birden çok türün oluşturduğu haller için geçerli olup, bu durumda tek tek türlerin ağırlık oranlarının toplamı yüzdeler sınır değerler dahilinde bulunmalıdır.

20

Bir veya birden çok bileşenin özel bir türle veya özel türlerin bir grubuyla kısıtlandığı durumda, artık bu bileşenlerin kapsamından dışlanan türler buluşa uygun üre preparatında yine de içerilebilmekle birlikte, her bileşen içindeki geriye kalan türlerle toplandıklarında, o bileşenlerin asıl orijinal yüzdeler sınırlarını aşacak bir miktarda içerilemezler.

25

Orneğin buluşun özel bir yapısında, 60000 g/mol ve üzerinde ağırlık-ortalama molekül ağırlığına sahip olan türler (A) üre bileşenlerinin kapsamından dışlanmışsa, bu durumda, yine üre bileşeni (A) olarak tanımlanıp  $\geq 350$  g/mol molekül ağırlığına ve aynı zamanda 60000 g/mol'ün altında ağırlık-ortalama molekül ağırlığına sahip olan diğer bileşenler için, üre preparatının toplam ağırlığı bazında % 5 ilâ 75 ağırlık oranı miktarında içerilebilmeleri kuralı geçerlidir. Ancak geriye kalan türler sadece % 65 ağırlık oranında içeriliyorlarsa, bu durumda üre bileşeni (A)'nın kısıtlanmış tanımının dışında kalıp 60000 g/mol veya üzerine bir ağırlık-ortalama molekül ağırlığına sahip olan üre türleri, üre preparatının toplam ağırlığı bazında maksimum % 10 ağırlık oranında içerilebilirler.

Aslında (A), (B), (C) veya (D) bileşenlerinden biri kapsamında sayılabilecek olan, ancak her bir bileşenin spesifikasyonu gereği artık onların tanımı kapsamına girmeyen türler, bu durumda, aşağıda tanımlanmış olan (E) bileşenlerinin türleri kapsamına girerler. Bu durumda bunlar, yüzdeler miktarları bakımından, kapsamından dışlandıkları bileşen içinde geriye kalan türlerle birlikte, zorunlu olarak yukarıdaki paragrafta örneklendirilen şekilde her bir bileşenin orijinal yüzdeler sınırlarına tabi olurlar. Ancak bunlar, tercihen ilave olarak, (E) bileşenleri için belirtilmiş olan ve (E) bileşenlerinin maksimum oranını tanımlayan sınırlara da tabi olurlar.

### **Üre bileşenleri (A)**

İstemlere uygun (A) üre bileşenlerinin molekül ağırlığı, 350 g/mol'ün altında molar kütleyle sahip olan üre bileşenleri (A) genellikle reolojik

olarak daha az etkili veya reolojik olarak tamamen etkisiz olacak şekilde düşük molekül ağırlığı aralığında sınırlandırılır. Molekül ağırlığı 350 g/mol'ün altında olan bu gibi düşük etkili veya etkisiz maddeler, genellikle, belirli molekül ağırlığına sahip spesifik monomer veya düşük molekül ağırlıklı oligomer bileşiklerdir ve neticede bu bileşikler genellikle moleküler homojensizlik göstermediklerinden dolayı bunları için ağırlık ortalamalı veya sayısal ortalamalı bir molekül ağırlığının belirtilmesine gerek yoktur. Dolayısıyla istemlere uygun olarak seçilen 350 g/mol alt sınırı türlerin gerçek molekül ağırlığıdır ve örneğin NMR yoluyla belirlenebilir. Sonuç olarak "üre bileşenleri" terimi, hem saf maddeler anlamında kesin tanımlanmış molekül ağırlığına sahip kimyasal bileşikler, hem de oligomer veya polimer bileşenleri, yani polidisperse bileşenleri kapsar. Farklı üre bileşenlerinden bahsediliyorsa, bununla kastedilen, bunların – örneğin oligomerde veya polimerlerde – sadece zincir uzunluğu veya molekül ağırlığı bakımından değil, aynı zamanda kullanılan kimyasal temel birimler itibariyle tür ve/veya miktar olarak da farklı olduklarıdır.

Buna karşılık, üre bileşenlerinin (A) reoloji kontrol ajanının diğer bileşenleriyle ve üre bileşenlerinin (A) sonradan kullanılacağı preparatla geçimliliği temin edildiği müddetçe üre bileşenlerinin (A) molekül ağırlığının üst sınırı kritik değildir. Tipik geçimlilik sınırlarına, genellikle sadece ortalama molekül ağırlıkları belirtilebilen polimer üre bileşenleri ulaşır. Üre bileşenleri (A) olarak, genellikle ağırlık ortalamalı molekül ağırlığı 60000 g/mol'ün altında olan bileşenler uygun olmakla birlikte, ilgili sistemler içindeki geçimlilik güvenceye alındığı müddetçe, örneğin 80000 veya 100000 g/mol gibi

daha yüksek bir molekül ağırlığına sahip olan üre bileşenleri de münferit durumlarda kullanılabilir. Ortalama bilgi ve beceri sahibi bir uzman, geçimliliğin yetersiz olduğu durumlarda daha düşük bir ağırlık ortalamalı molekül ağırlığına sahip olan üre bileşenlerine (A) kolayca başvurabilir.

Ortalama bilgi ve beceri sahibi bir uzman daha yüksek molekül ağırlığı aralıkları için, molekül ağırlıklarının tayininde NMR spektroskopisi yerine başka yöntemlere öncelik verileceğini bilir.

10 1000 g/mol'ün üzerinde molar kütleyle sahip üre bileşenlerinin (A) ağırlık ortalamalı molekül ağırlığı tayini, aşağıdaki tarife uygun olarak, jel permeasyon kromatografisi (GPC) yoluyla tayin edilen molar kütle dağılımının ağırlıklı ortalaması olarak yapılır. GPC-molar kütle dağılımı, Ocak 2008 tarihli DIN 55672 normunun 2. bölümüne

15 göre belirlenir. Elüan olarak, dimetilasetamid içinde lityum bromür (içerik 5 g/l) çözeltisi kullanılır. Kalibrasyon için, 1000000 ve 102 g/mol arasında molekül ağırlıklarına sahip olan dar-dağılımlı, doğrusal yapılı polimetil metakrilat standartları kullanılır. Toplam GPC-sisteminin sıcaklığı (enjektör, numune kabı, detektörler ve kolonlar)

20 80°C'dir. 350 g/mol ilâ yaklaşık 1000 g/mol aralığında üre bileşenlerinin (A) ağırlık ortalamalı molar kütleleri, örneğin ilgili NMR-rezonans sinyallerinin integrallerinin birbirine oranlanması suretiyle NMR yoluyla saptanabilir. Ote yandan, istemlere göre sadece üre bileşenlerinin (A) – yukarıda açıklandığı gibi - en az 350 g/mol

25 molekül ağırlığına sahip olmalarının güvenceye alınması gerektiğinden dolayı bu aralıktaki tayin yönteminin seçimi kritik değildir.

Buluşun özellikle tercih edilen bir yapısında, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında bu üre bileşenlerinin (A) ağırlıkça % 70 ilâ % 100'ü ya en az iki üre grubuna sahiptir ya da en az bir üre grubuna ve en az bir üre grubuna sahiptir.

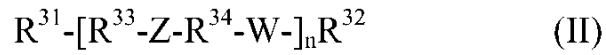
5

Üre bileşenleri (A) bilhassa tercihen üre üreteranlarıdır. Üre üreteranları arasından, özellikle en az iki üre grubu ve en az iki üreteran grubu taşıyanlar tercih edilir. Bilhassa da, ortalama iki üre grubu ve iki üreteran grubu taşıyanlar tercih nedenidir.

10

Çoğunlukla, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında üre bileşenlerinin (A) ağırlıkça % 50 ilâ % 100'ü genel formül (II)'e uygun yapıda bulunurlar

15



ve burada

$R^{31}$  ve  $R^{32}$  her durumda aynıdır veya farklıdır ve ayrıca, her durumda birbirinden bağımsız olarak, her biri maksimum bir üre grubu ve her biri maksimum bir üreteran grubuna sahip olan ve 1 ilâ 100, tercihen 10 ilâ 90, özellikle tercihen 20 ilâ 80 karbon atomu içeren bir dallanmış veya dallanmamış, doymuş veya doymamış organik köktürler,

$R^{33}$  ve  $R^{34}$  her durumda aynıdır veya farklıdır ve ayrıca, her durumda birbirinden bağımsız olarak, 1 ilâ 300, tercihen 5 ilâ 200, özellikle tercihen 6 ilâ 150 karbon atomu içeren, opsiyonel olarak eter

grupları içeren dallanmış veya dallanmamış polyester kökleri; 2 ilâ 300, tercihen 3 ilâ 150, özellikle tercihen 4 ilâ 100 karbon atomu içeren dallanmış veya dallanmamış polieter kökleri; 1 ilâ 300, tercihen 5 ilâ 200, özellikle tercihen 6 ilâ 150 karbon atomu içeren dallanmış veya dallanmamış poliamid kökleri; 3 ilâ 100, tercihen 6 ilâ 60, özellikle tercihen 9 ilâ 39 silisyum atomu içeren polisiloksan kökleri; dallanmış veya dallanmamış C<sub>2</sub>-C<sub>22</sub>-alkilen kökleri, dallanmış veya dallanmamış C<sub>3</sub>-C<sub>18</sub>-alkilen kökleri, C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-arilen kökleri ve/veya dallanmış veya dallanmamış C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> arilalkilen kökleridirler,

10 Z ve W her durumda aynıdırlar veya farklıdırlar ve ayrıca, her durumda birbirinden bağımsız olarak NH-CO-O ve/veya NH-CO-NH'tırlar ve

n, 1 ilâ 150, tercihen 2 ilâ 120, özellikle tercihen 4 ilâ 50 arasında bir tam sayıdır.

15 Buluşun özel bir yapısında, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında üre bileşenlerinin (A) ağırlıkça % 50 ilâ % 100'ü her durumda 2000 ilâ 60000 g/mol, tercihen 3000 ilâ 30000 g/mol, özellikle tercihen 4000 ilâ 20000 g/mol aralığında bir ağırlık ortalamalı molekül ağırlığına sahiptir ve 4 ilâ 150, tercihen 5 ilâ 65 ve özellikle  
20 tercihen 6 ilâ 35 üre grubu içerir.

Buluşun tipik bir yapısında, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında üre bileşenlerinin (A) ağırlıkça % 50 ilâ % 100'ü, her durumda (IIIa), (IIIb), (IIIc) ve (IIId)'nin oluşturduğu gruptan seçilen genel formüllerden birine veya birden çoğuna uygun formda bulunur;



hidroksil grupları, eter grupları veya amino grupları gibi başka fonksiyonel gruplar içerebilirler,

IC1 ve IC2, her durumda aynıdırlar veya farklıdırlar ve ayrıca, her durumda birbirinden bağımsız olarak, 2 ilâ 40, tercihen 4 ilâ 20, özellikle tercihen 5 ilâ 18, bilhassa tercihen 6 ilâ 13 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik hidrokarbon köküdürler;

IC3, 1 ilâ 24, tercihen 2 ilâ 20, bilhassa tercihen 6 ilâ 18 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik hidrokarbon köküdür;

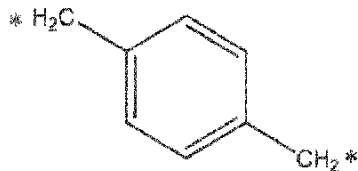
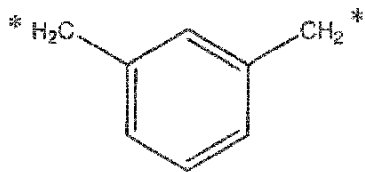
RP1 ve RP2, her durumda aynıdırlar veya farklıdırlar ve ayrıca, her durumda birbirinden bağımsız olarak, 1 ilâ 24, tercihen 2 ilâ 20, özellikle tercihen 4 ilâ 18, bilhassa tercihen 8 ilâ 14 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik organik kök ve/veya 1 ilâ 120, tercihen 1 ilâ 50, özellikle tercihen 2 ilâ 20, bilhassa tercihen 3 ilâ 15 eter oksijen atomuna sahip bir polieter kökü ve/veya 1 ilâ 100, tercihen 1 ilâ 50, özellikle tercihen 2 ilâ 20 ester grubuna sahip, opsiyonel olarak eter grupları içeren bir polyester kökü ve/veya 1 ilâ 100, tercihen 1 ilâ 50, özellikle tercihen 2 ilâ 20 amid grubuna sahip bir poliamid kökü ve/veya 3 ilâ 100, tercihen 3 ilâ 60, özellikle tercihen 6 ilâ 39 silisyum atomuna sahip bir polisiloksan köküdürler,

RP3 aynı veya farklıdır ve ayrıca 1 ilâ 24, tercihen 2 ilâ 18, özellikle tercihen 2 ilâ 14 karbon atomuna sahip bir doğrusal veya dallanmış, doymuş veya doymamış, alifatik, aromatik veya alifatik-aromatik

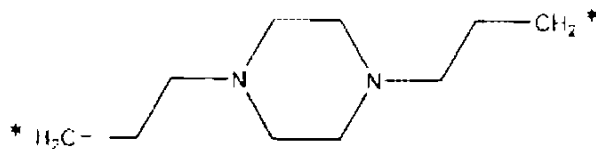
hidrokarbon kökü ve/veya 1 ilâ 120, tercihen 1 ilâ 25, özellikle tercihen 2 ilâ 20, bilhassa tercihen 2 ilâ 15 eter oksijen atomuna sahip bir poli(eter) kökü ve/veya 1 ilâ 100, tercihen 1 ilâ 30, özellikle tercihen 2 ilâ 20 amid grubuna sahip bir poliamid kökü ve/veya 3 ilâ 5 100, tercihen 3 ilâ 60, özellikle tercihen 6 ilâ 30 silisyum atomuna sahip bir polisiloksan kökü ve/veya 1 ilâ 100, tercihen 1 ilâ 25, özellikle tercihen 2 ilâ 20, bilhassa tercihen 2 ilâ 15 ester grubuna sahip, opsiyonel olarak eter grupları içeren bir polyester köküdür ve p, 0 veya 1'dir.

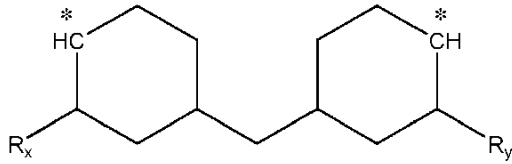
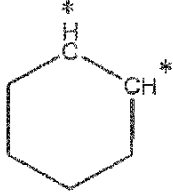
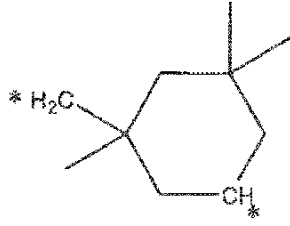
10 Böyle bir durumda, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında üre bileşenlerinin (A) tercihen ağırlıkça % 70 ilâ % 100'ü (IIIa), (IIIb), (IIIc) ve (IIId)'nin oluşturduğu gruptan seçilen genel formüllerden birine veya birden çoğuna uygun formda bulunur ve bu durumda,

15 AM aşağıdakilerin oluşturduğu gruptan seçilir,

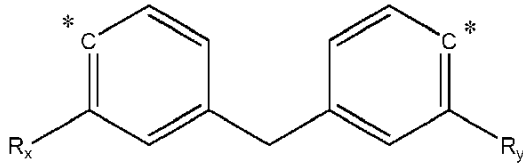


20



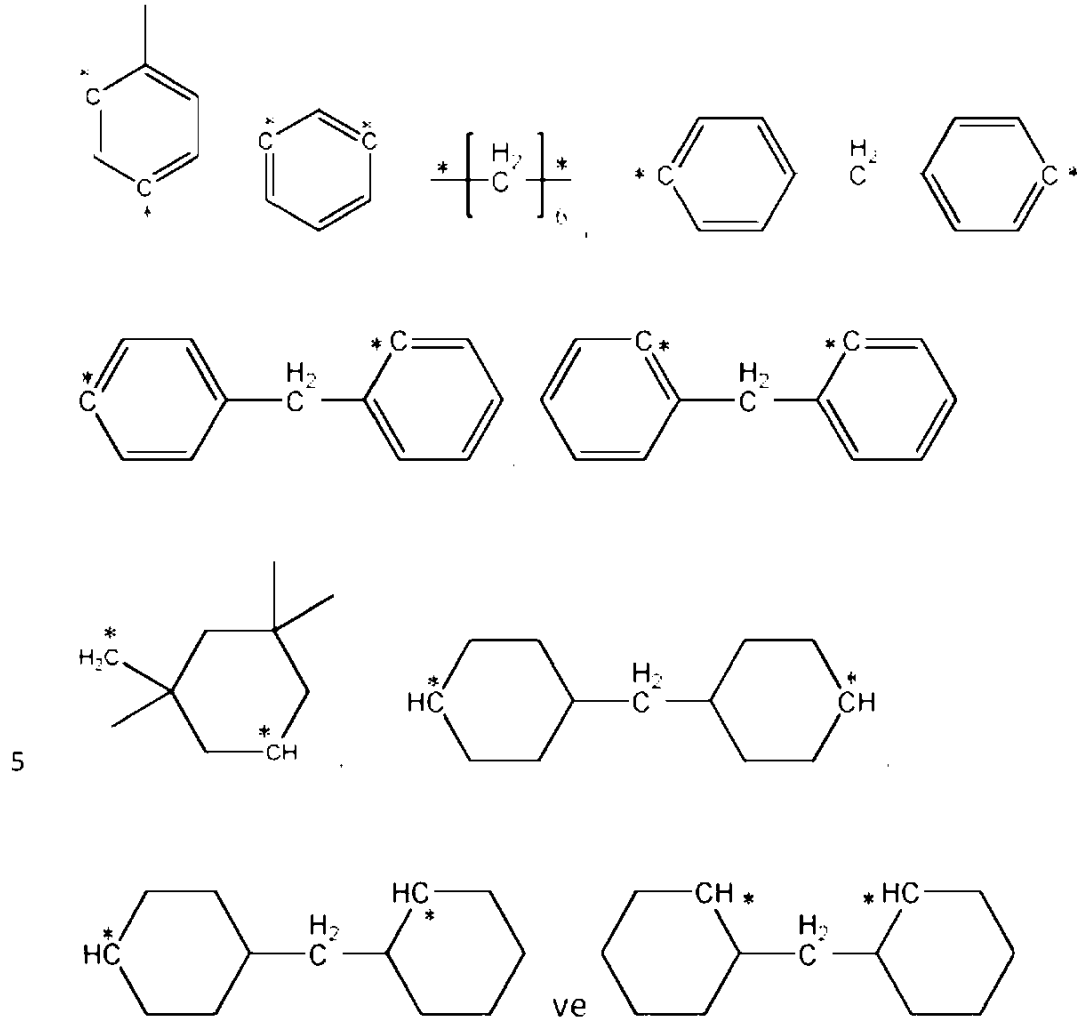


5


 $(CH_2)_q$ 

ve burada  $R_x$  ve  $R_y$  aynı veya farklıdırlar ve ayrıca, her durumda bağımsız olarak  $CH_3$  ve/veya hidrojenler ve  $q$  aynı veya farklı olmak üzere 2 ilâ 12, tercihen 2 ilâ 8, özellikle tercihen 2 ilâ 6 arasında bir tamsayıdır; AM1 ve AM2 her durumda aynı veya farklıdırlar ve ayrıca, n-propil, izopropil, bütül, izobütül, tert-bütül, lauril, oleil, stearil, 2 ilâ 40, tercihen 2 ilâ 20, özellikle tercihen 3 ilâ 15 eter oksijen atomuna sahip polieter kökleri, benzil, metilbenzil, sikloheksil, karboksialkil, hidroksialkil ve alkilalkoksisilan elemanlarının oluşturduğu gruptan seçilirler,

IC1 ve IC2 her durumda aynı veya farklıdırlar ve bunun yanında,



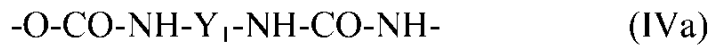
bileşiklerinin oluşturduğu gruptan seçilirler.

- 10 IC3 metil, etil, fenil, benzil, sikloheksil ve stearilin oluşturduğu gruptan seçilir; RP1 ve RP2 her durumda aynı veya farklıdır ve dallanmış veya dallanmamış C<sub>1</sub>- ilâ C<sub>18</sub>-alkil-köklerinin, bir oleil-, benzil- veya allil-kökünün, tercihen etilen oksit, propilen oksit ve/veya bütilen oksit yapı birimlerini içeren polieter köklerinin ve epsilon-
- 15 kaprolakton ve/veya delta-valerolakton yapı birimlerini içeren polieter köklerinin oluşturduğu gruptan seçilir,

RP3 aynı veya farklıdır ve bunun yanında, doğrusal ve dallanmış C<sub>1</sub>- ilâ C<sub>18</sub>-alkilen köklerinin, doğrusal ve dallanmış C<sub>2</sub>- ilâ C<sub>18</sub>-alkilen köklerinin ve tercihen, etilen oksit, propilen oksit ve/veya bütilen oksit yapı birimlerini içeren 1 ilâ 25, tercihen 2 ilâ 20, özellikle tercihen 2 ilâ 15 eter oksijen atomuna sahip polieter köklerinin oluşturduğu gruptan seçilir.

Ozel bir yapıda, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında üre bileşenlerinin (A) tercihen ağırlıkça % 70 ilâ % 100'ü, her durumda, izosiyanat ve/veya üredion oluşumu yoluyla oligomerleştirilmiş izosiyanatların monofonksiyonel aminlerle reaksiyonu yoluyla üretilebilir.

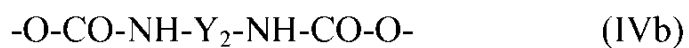
Buluşun belirli bir yapısında, üre bileşenlerinin (A) toplam ağırlığı bazında üre bileşenlerinin (A) ağırlıkça % 95 ilâ % 100'ü, tercihen % 98 ilâ 100'ü, her durumda, genel formül (IVa) yapısında en az bir molekül segmenti içerirken,



20

burada Y<sub>1</sub> 4 ilâ 20, tercihen 5 ilâ 18, özellikle tercihen 6 ilâ 13, bilhassa tercihen 6 ilâ 7 karbon atomu içeren doymuş veya doymamış, dallanmış veya dallanmamış bir hidrokarbon köküdür;

öte yandan, her durumda, genel formül (IVa) yapısında hiçbir molekül segmenti içermezken,



burada,

$Y_2$  4 ilâ 20, tercihen 5 ilâ 18, özellikle tercihen 6 ilâ 13, bilhassa tercihen 6 ilâ 7 karbon atomu içeren doymuş veya doymamış, dallanmış veya dallanmamış bir hidrokarbon köküdür.

5

Ure bileşenlerinin (A) üretimi, bilinen bir şekilde, uygun izosiyanatların aminlerle reaksiyonu yoluyla gerçekleştirilir. Bu gibi üre bileşenleri için üretim yöntemleri, örneğin, EP 0006252, DE 2822908, DE 10241853, DE 19919482, EP 1188779 ve DE 102008059702 dokümanlarında daha ayrıntılı bir şekilde tarif edilmiştir. Özellikle yüksek molekül ağırlıklı üre bileşenlerinin üretimi EP 2292675'te açıklanmıştır. Ure bileşenlerinin (B) üretimi de tercihen bu üretim yöntemlerine göre gerçekleştirilir. Dolayısıyla, reoloji kontrolü için tercih edilen buluşa uygun üre preparatları da üre bileşenleri (B) böyle bir yöntemle göre elde edilmiş olan preparatlardır.

15

### **Organik çözücü (B)**

Yukarıda verilen genel formül (I) yapısındaki  $R^1$  kökü, birden çok farklı bileşiğin (B) kullanımı durumunda her bileşik için aynı veya farklı olabilir.  $R^1$  dallanmış veya dallanmamış, doymuş veya doymamış olabilir.

20

$R^1$  özellikle tercihen 1 ilâ 20, bilhassa tercihen 1 ilâ 16, özel olarak tercihen 2 ilâ 12 karbon atomu içerir.

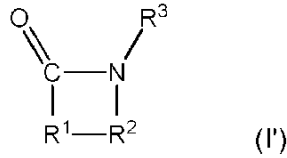
$R^2$  ve  $R^3$  kökleri, genel formül (I) yapısında bir bileşiğin içinde bir birinden bağımsız olarak her durumda aynı veya farklı olabilirler.

25

Bunlar her durumda birbirinden bağımsız olarak dallanmış veya dallanmamış, doymuş veya doymamış olabilirler.

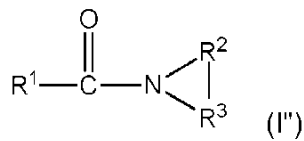
Organik  $R^2$  ve  $R^3$  kökleri özellikle tercihen birbirinden bağımsız olarak 1 ilâ 11, özellikle tercihen 1 ilâ 10 karbon atomu içerirler.  $R^2$  ve  $R^3$  kökleri özellikle tercihen birbirinden bağımsız olarak heteroatomsuz hidrokarbon kökleridirler.

$R^1$  ve  $R^2$  kökleri bir kimyasal bağla birbirine bağlanmışsa ve aşağıdaki genel formül (I)'de gösterildiği gibi CO-N grubuyla birlikte bir halka oluştururlarsa,



bu halka, tercihen 4 ilâ 8 ve bilhassa tercihen 5 ilâ 7 halka atomu içerir. Tercihen  $R^1$ - $R^2$  kökünün halka atomları karbon atomlarıdır ve opsiyonel olarak, doğrudan  $\text{O}=\text{C}-\text{NR}^3$  grubuna bağlanmamış olan maksimum bir oksijen atomudur.  $R^1$ - $R^2$  kökünün tüm halka atomları özellikle tercihen karbon atomlarıdır.

$R^2$  ve  $R^3$  kökleri bir kimyasal bağla birbirine bağlanmışsa ve aşağıdaki genel formül (II)'de gösterildiği gibi amid grubunun nitrojen atomuyla birlikte bir halka oluştururlarsa,



bu halka, tercihen 4 ilâ 8 ve bilhassa tercihen 5 ilâ 6 halka atomu içerir. Tercihen  $R^2$ - $R^3$  kökünün halka atomları karbon atomlarıdır ve opsiyonel olarak, doğrudan nitrojen atomuna bağlanmamış olan maksimum bir oksijen atomudur.  $R^2$ - $R^3$  kökünün tüm halka atomları özellikle tercihen karbon atomlarıdır.

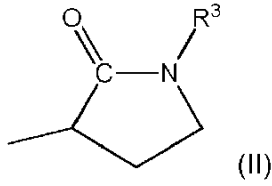
Çözücü (B), tarif edilen üre bileşenini (A) 5 ve 80 °C arasında, tercihen 15 ve 60°C arasındaki bir sıcaklıkta, özellikle tercihen oda sıcaklığında (23 °C) sıvı formda, yani üre çözeltisi formunda temin edebilen bir organik çözücüdür. Genel olarak, buluşa uygun tüm üre preparatları 23 °C'de sıvı veya macun formunda, özellikle tercihen sıvı formda bulunurlar. Çözücü (B) genellikle 23 °C'de tercihen sıvı formda bulunur.

Çözücü (B) esas olarak iki kategoriye ayrılabilir: Bunlar, bir yandan intermoleküler amidler olarak görülebilen ve  $R^1$  ve  $R^2$ 'nin bir halka oluşturmadığı durumda genel formül (I) ile ve genel formül (I'') ile gösterilen çözücüler (B1), diğer yandan, intermoleküler siklik amidler olan, yani laktamlar olarak adlandırılan ve genel formül (I') ile temsil edilen çözücülerdir (B2).

$R^1$  ve  $R^2$ 'nin bir halka oluşturmadığı formül (I) yapısındaki intermoleküler amidler (B1) arasından N,N-dialkilamidler tercih edilir. Bunlardan ise N,N-Di-( $C_{1-8}$ -alkil)amidler ve özellikle N,N-di-( $C_{1-6}$ -alkil)amidler ve bilhassa tercihen N,N-(Di- $C_{1-4}$ -alkil)amidler tercih edilir. Alkil grupları düz zincirli veya dallanmış olabilir ve tercihen düz zincirlidirler. N,N-dialkilaminlerin temel karboksilik asitleri olarak,  $C_{1-24}$  monokarboksilik asitler, tercihen  $C_{1-20}$

monokarboksilik asitler, bilhassa tercihen C<sub>1-16</sub> monokarboksilik asitler ve özellikle tercihen C<sub>1-10</sub> monokarboksilik asitler gibi C<sub>1-12</sub> monokarboksilik asitler uygundur. Monokarboksilik asitler düz zincirli, dallanmış ve tekli veya çoklu doymuş olabilir. Tercihen  
5 monokarboksilik asitler düz zincirli ve doymuştur.

Formül (I') yapısında intramoleküler amidler (B2) arasından 4 ilâ 8, tercihen 5 ilâ 7 halka atomlular tercih edilir. Varolan muhtemel yan zincirler halka atomlarından sayılmazlar. Örneğin aşağıdaki formül  
10 (II) yapısındaki bileşikler,



R<sup>1</sup> ve R<sup>2</sup> köklerinin 4 karbon atomu içeren bir ortak divalent CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub> kökünü oluşturduğu 5 halka atomlu bileşiklerdir.

15 Formül (I') bileşikleri olarak, halka sisteminin bir gama-bütürolaktam, (yani pürolidon), bir delta-valerolaktam veya epsilon-kaprolaktam olduğu bileşikler özellikle tercih edilir. Halka sistemleri, bir halka karbon atomunda, örneğin gama-valerolaktamda sübstitüentler olarak bir veya birden çok alkil grubuna sahip olabilir. Alkil sübstitüentleri  
20 tercihli olarak metil gruplarıdır. Tercihen bir halka karbon atomunda en fazla bir sübstitüent, özellikle bir metil sübstitüenti bulunur. Sübstitüe edilmemiş halka sistemleri özellikle tercih edilir.

Formül (I) bileşiklerinde,  $R^3$  kökleri olarak, en az 6 karbon atomu içerenler tercih edilir.  $R^3$  kökleri, alifatik veya aromatik kökler veya örneğin bezil kökünde veya propilimidazol kökünde olduğu gibi bu ikisinin bir kombinasyonu olabilir. Alifatik kökler sikloalifatik de  
5 olabilir. Aromatik kökler heteroatomları da içerebilir. Özellikle tercih edilen saf alifatik kökler, 6 ilâ 11 karbon atomlu alkil kökleri, tercihen 6 ilâ 10 karbon atomlu alkil kökleri ve bilhassa tercihen 6 ilâ 8 karbon atomlu alkil kökleridirler. Yukarıda sözü edilen alkil kökleri düz zincirli veya dallanmış olabilir ve tercihen düz zincirlidirler.

10

Özel bir yapıda, çözücünün (B) toplam ağırlığı bazında genel formül (I) yapısındaki çözücünün (B) ağırlıkça % 50 ilâ % 100'ü bir intermoleküler amid (B1) olup, burada

15  $R^1$ ; 3 ilâ 17, tercihen 5 ilâ 15, özellikle tercihen 7 ilâ 13, bilhassa tercihen 7 ilâ 12 karbon atomu içeren, dallanmış veya dallanmamış, doymuş veya doymamış, tercihen doymuş hidrokarbon köküdür;

$R^2$  ve  $R^3$  her durumda aynı veya farklıdırlar ve birbirinden bağımsız olarak, 1 ilâ 6, tercihen 1 ilâ 4, bilhassa tercihen 1 karbon atomu  
20 içeren bir dallanmış veya dallanmamış, doymuş veya doymamış organik köktürler veya

$R^2$  ve  $R^3$  bir kimyasal bağla birbirine bağlanmıştır ve genel formül (I) yapısında bir nitrojenin eklenmesiyle 5 ilâ 7 halka atomlu bir halka oluştururlar.

Tercihen  $R^1$  kökü bir dallanmış veya dallanmamış alkil köküdür ve özellikle tercihen 7 ilâ 12, bilhassa tercihen de 7 ilâ 11 karbon atomu içerir.

- 5 Özellikle tercih edilen bir yapıda,  $R^1$ , 7 ilâ 11 karbon atomu içeren bir dallanmış veya dallanmamış alkil köküdür ve  $R^2$  ve  $R^3$ 'ün her biri bir metil köküdür.

10 Çözücü (B1) olarak kullanılabilir her bir alkanamid bileşiğinin üretimi, yapı tipine bağlı olarak, bilinen organik-kimya yöntemleriyle gerçekleştirilir. Buna göre, yukarıda tarif edilen yapı tiplerinin üretimi, uygun bir karboksilik asidin, tercihen alkil karboksilik asidin uygun bir aminle reaksiyonu yoluyla gerçekleştirilebilir; karboksilik asidin yerine onun reaktif türevleri, özellikle karboksilik asitlerin, 15 tercihen alkil karboksilik asitlerin anhidritleri, esterleri ve asit halojenürleri de aminle reaksiyona sokulabilir. Bu tip bileşiklerin üretimi, örneğin, US 3417114 A, US 2667511 A, GB 719792 A, DE 875807, US 3288794 A, US 3751465 A, US 3674851 A, US 3856791 A, WO 2006033117 A2 dokümanlarında, ayrıca Synthetic 20 Communications 2000, 30, 4241 yayınında tarif edilmiştir.

Ozel bir başka yapıda, çözücünün (B) toplam ağırlığı bazında, genel formül (I) yapısındaki çözücünün (B) ağırlıkça % 50 ilâ % 100'ü bir intramoleküler amid (B2) olup, burada

- 25  $x+y+z \geq 8$ , tercihen  $\geq 9$ , özellikle tercihen  $\geq 11$  olmak ve  $R^3$  en az 6 karbon atomu içermek kaydıyla,

R<sup>1</sup> ve R<sup>2</sup> bir kimyasal bağla birbirine bağlanmışlardır ve C(=O)N grubunun eklenmesiyle, 4 ilâ 8, tercihen 5 ilâ 7, özellikle tercihen 5 veya 6, bilhassa tercihen 5 halka atomlu bir halka oluştururlar ve bu durumda opsiyonel olarak bir veya birden çok halka karbon atomu bir  
5 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkil köküyle süstitüe edilmiştir.

Çözücü (B2) olarak kullanılabilir her bir laktamın üretimi, yapı tipine bağlı olarak, bilinen organik-kimya yöntemleriyle gerçekleştirilir. Tercih edilen bir üretim yönteminde, yukarıdaki bileşikler alkil-, aril- veya arilalkilaminlerin uygun laktonlarla  
10 reaksiyonu yoluyla üretilirler. Bu gibi bileşiklerin üretimi, örneğin, US 4299840 A, WO 1993017787 A1, US 5508396 A, US 5986092 A, US 5101045 A, US 3767644 A, US 4814464 A, WO 1993016042 A1'de, ayrıca Tetrahedron Letters 1994, 35, 3313 ve Macromol. Chem. Phys. 1996, 197, 3123, Drug Design and Discovery 1991, 8, 37  
15 ve Studies in Surface Science and Catalysis 1997, 108, 115-122 yayınlarında, ayrıca M. B. Smith, Houben-Weyl: Methods of Molecular Transformations, Category 3, Volume 21, Product Class 10: "gamma-Lactames and Larger Ring Lactames" (G. Thieme Yayınevi, Stuttgart/New York 2005, Cilt Editörü S. M. Weinreb)  
20 yayınında da açıklanmıştır. Laktamlar, suyun elimine edildiği halka kapatma reaksiyonu yoluyla ω-N-monoalkilaminokarboksilik asitlerden de üretilebilirler. Molekülün her bir ucunda en az bir karbon-karbon çift bağı içeren açık-zincirli amidlerden halka kapatma metatezi yoluyla da laktamların sentezlenmesi mümkündür.

### Organik Çözücüler (C)

(A), (B) ve (D)'den farklı başka bir çözücünün (C) varlığı avantajlı olabilir. Ancak çözücü (C) kullanmama yoluna da gidilebilir; bu, buluşa uygun üre preparatlarının (C) özellikle tercih edilen bir yapısının çözücü (C)'yi içermemesi anlamına gelir. Tercihen buluşa uygun üre preparatları, üre preparatlarının toplam ağırlığı bazında % 35 ağırlık oranının altında, daha tercihen % 25 ağırlık oranının altında, özellikle tercihen % 10 ağırlık oranının altında, bilhassa tercihen % 5 ağırlık oranının altında çözücü (C) içerirler. Çözücü (C)'nin içerilmesi halinde, onun içerik oranı, buluşa uygun üre preparatının toplam ağırlığı bazında tercihen % 1 ilâ 35 ağırlık oranı, özellikle tercihen % 1 ilâ 25 ağırlık oranı, bilhassa tercihen % 1 ilâ 10 ağırlık oranı kadardır. Tekniğin son durumunda bilinen ve buluşa uygun üre preparatının diğer bileşenlerine karşı kimyasal olarak inert davranan tüm organik çözücüler (C) kullanılabilir. Organik çözücü (C) özellikle üre preparatının ilerideki kullanım alanı dikkate alınarak seçilebilir. Dolayısıyla, uygun bir çözücünün (C) seçiminde, ilerideki kullanım şartları altındaki buharlaşma sıcaklığı veya uygulama sistemleriyle olan kimyasal ve/veya fiziksel geçimlilik gibi özellikler hesaba katılabilir. Örneğin genel olarak, çözücülerin (C), üre preparatlarının entegre edileceği uygulama sistemlerine karşı kimyasal reaktif olmaları veya onların koagülasyonuna yol açmaları istenmez. Aynı çözücüler (B) gibi, çözücüler (C) de genellikle 23°C'de sıvıdırlar. Bu özellikle bileşimin diğer bileşenlerinin varlığında geçerlidir. Şayet çözücüler (C) kullanılıyorsa, bu durumda birbirinden farklı maksimum üç, özellikle tercihen maksimum iki çözücünün (C) kullanılması tercih edilir. Bilhassa tercihen sadece bir çözücü (C) kullanılır.

Ure preparatının organik çözücüler (C) içermemesi tercih edilir.

Yukarıda bir çözücünün (C) kullanımı bağlamında verilen yüzdelik sınırlar, kullanılan birbirinden farklı çözücülerin (C) sayısından  
5 bağımsız olarak geçerlidirler.

Çözücüler (C), tercihen, alifatik hidrokarbonların, sikloalifatik hidrokarbonların, terpenlerin, terpenoidlerin, aromatik hidrokarbonların, klorohidrokarbonların, alkollerin, ketonların, esterlerin, glikoeterlerin, eterlerin, amidlerin, sülfoksitlerin, sülfonların, asetallerin ve nitroalkanların oluşturduğu gruptan seçilir.  
10 Yukarıda sözü edilen jenerik terimlerin kapsamına giren uygun çözücülerin örnekleri Kittel'in Lehrbuch der Lacke und Beschichtungen, Cilt 4 "Lösemittel, Weichmacher und Additive",  
15 İkinci Baskı, S. Hirzel Yayınevi Stuttgart, 2007 yayınında, özellikle Sayfa 81-85'deki Tablo 4.1.23'te verilmiştir.

Tercihen çözücüler (C) 32 ilâ 300 g/mol, tercihen 32 ilâ yaklaşık 250 g/mol, özellikle tercihen 32 ilâ yaklaşık 200 g/mol aralıklarında molar  
20 kütlelere sahiptirler. Çözücüler bilhassa tercihen monomer bileşiklerdir.

### **Tuzlar (D)**

Buluşun bir yapısında, buluşa uygun bileşim % 0,5 ilâ % 4,0 ağırlık oranında bir tuz (D) içermekte olup, bu tuzun (D) ağırlıkça % 50 ilâ %  
25 100'ü, tercihen ağırlıkça % 100'ü, anyon olarak tercihen bir tek-değerli anyona, özellikle tercihen karşı iyon olarak bir halojenüre, bir

yalancı halojenüre, formiata, asetata ve/veya nitrata, bilhassa tercihen bir klorüre, asetata ve/veya nitrata sahip olan bir alkali veya toprak alkali metal tuzu veya bir amonyum tuzu, tercihen bir lityum, kalsiyum veya magnezyum tuzu, özellikle tercihen bir lityum veya kalsiyum tuzudur. Lityum tuzları özellikle tercih edilir.

Tuzların kapsamına, iyonik sıvılar olarak tabir edilen sıvılar da girer. Mevcut buluş çerçevesinde iyonik sıvılarla kastedilen, erime noktaları 80 °C'nin altında olan, tercihen erime noktaları 50 °C'nin altında, özellikle tercihen 30 °C'nin altında ve bilhassa tercihen 20 °C'nin altında olan organik tuzlar veya organik tuz karışımlarıdır. Burada özellikle tercih edilen iyonik sıvılar oda sıcaklığında sıvıdırlar. Tuz (D) olarak bilhassa tercihen kullanılabilen iyonik sıvılar örneğin WO 2010/063358 A1'de tarif edilen iyonik sıvılardır.

15

Bileşim tuz (D) olarak bir iyonik sıvı içeriyorsa, bu sıvı tercihen % 5 ilâ 50 ağırlık oranına karşılık gelen bir miktarda içerilir.

### **Bileşen (E)**

Sözü edilen (A), (B), (C) ve (D) bileşenlerinin yanında, bu bileşenlerden farklı olan bir veya daha fazla sayıda başka bileşen (E) de içerilebilir. Genel olarak, (A), (B), (C) ve (D) tanımlarının kapsamına girmeyen tüm bileşenler (E) bileşenleri olarak kabul edilebilir.

25 Bunlar örneğin ilave monomer, oligomer veya polimer maddeler (E) olabilir.

(E) bileşeni, üre preparatının toplam ağırlığı bazında tercihen % 0 ilâ maksimum % 20 ağırlık oranı, özellikle tercihen % 0 ilâ % 10 ağırlık oranı, daha tercihen % 0 ilâ % 5 ağırlık oranı ve bilhassa tercihen % 0 ilâ % 3 ağırlık oranı aralıklarında içerilir. Tercihen, üre preparatı (E) bileşenini hiç içermez.

Tercih edilen bir yapıda, buluşa uygun üre preparatı, her durumda üre preparatının toplam ağırlığı bazında,

- i. % 10 ilâ 65 ağırlık oranında (A),
- 10 ii. % 20 ilâ 85 ağırlık oranında (B),
- iii. % 0 ilâ % 35 ağırlık oranında (C),
- iv. (D)'nin bir veya birden çok alkali veya toprak alkali metal tuzu veya halojenürler, yalancı halojenürler, formiatlar, asetatlar ve/veya nitratlar grubundan seçilen, tek-değerli anyona sahip bir amonyum tuzu olması durumunda % 0,5 ilâ % 4 ağırlık oranında (D) veya (D)'nin bir iyonik sıvı olması durumunda % 5 ilâ 50 ağırlık oranında (D),
- 15 v. % 0 ilâ 20 ağırlık oranında (E) bileşenlerinden oluşur.

Ozellikle tercih edilen bir yapıda, buluşa uygun üre preparatı, her durumda üre preparatının toplam ağırlığı bazında,

- i. % 15 ilâ 60 ağırlık oranında (A),
- ii. % 30 ilâ % 80 ağırlık oranında (B),

iii. % 0 ilâ 25 ağırlık oranında (C),

iv. (D)'nin bir veya birden çok alkali veya toprak alkali metal tuzu veya halojenürler, yalancı halojenürler, formiatlar, asetatlar ve/veya nitratlar grubundan seçilen, tek-değerli anyona sahip bir amonyum tuzu olması durumunda % 0,5 ilâ % 4 ağırlık oranında (D) veya (D)'nin bir iyonik sıvı olması durumunda % 5 ilâ 50 ağırlık oranında (D),

v. % 0 ilâ 10 ağırlık oranında (E) bileşenlerinden oluşur.

Bilhassa tercih edilen bir yapıda, buluşa uygun üre preparatı, her durumda üre preparatının toplam ağırlığı bazında,

i. % 20 ilâ 55 ağırlık oranında (A),

ii. % 35 ilâ % 75 ağırlık oranında (B),

iii. % 0 ilâ 25 ağırlık oranında (C),

iv. (D)'nin bir veya birden çok alkali veya toprak alkali metal tuzu veya halojenürler, yalancı halojenürler, formiatlar, asetatlar ve/veya nitratlar grubundan seçilen, tek-değerli anyona sahip bir amonyum tuzu olması durumunda % 0,5 ilâ % 4 ağırlık oranında (D) veya (D)'nin bir iyonik sıvı olması durumunda % 5 ilâ 50 ağırlık oranında (D),

v. % 0 ilâ 5 ağırlık oranında (E) bileşenlerinden oluşur.

Yukarıda sözü edilen tüm yapılar için, özellikle de tercih edilen, özel olarak tercih edilen ve bilhassa tercih edilen yapılar için, tercihen (C)

veya (E) bileşenlerinin, özellikle de (C) ve (E) bileşenlerinin içerilmemesi prensibi geçerlidir.

5 Yukarıda sözü edilen tüm yapılar için, özellikle de tercih edilen, özel olarak tercih edilen ve bilhassa tercih edilen yapılar için, tercihen (C) bileşenlerinin içerdiği türlerin sadece 300 g/mol'e kadar varan bir molekül ağırlığına sahip organik çözücülerden oluşması prensibi geçerlidir.

10 Yukarıda sözü edilen tüm yapılar için, özellikle de tercih edilen, özel olarak tercih edilen ve bilhassa tercih edilen yapılar için, (A) bileşenlerinin içerdiği üre türlerinin, GPC'yle yapılan tayinle, tercihen 60000 g/mol'ün altında, özellikle tercihen 40000 g/mol'ün altında bir ağırlık ortalamalı molekül ağırlığına sahip olmaları prensibi geçerlidir.

15 Ağırlık ortalamalı molekül ağırlığı bilhassa tercihen 10000 g/mol'ün altındadır.

Yukarıda sözü edilen tüm yapılar için, özellikle de tercih edilen, özel olarak tercih edilen ve bilhassa tercih edilen yapılar için, (E) 20 bileşeninde, şayet bulunuyorsa ve hidroksil grupları içeren türler içeriyorsa, bu türlerin hidroksil sayısının 15 mg KOH/g'nın altında olması prensibi geçerlidir. Tercihen bu durumda, her bir tür maksimum bir hidroksil grubu içerir. (E) bileşeni, bilhassa tercihen, hidroksil grupları ihtiva eden türler içermez.

25

Yukarıda sözü edilen tüm yapılar için, özellikle de tercih edilen, özel olarak tercih edilen ve bilhassa tercih edilen yapılar için, (E) bileşeninin tercihen çapraz bağlama ajanı olarak adlandırılan

bileşikleri içermemesi prensibi geçerlidir. Buluş kapsamında çapraz bağlama ajanları, özellikle, serbest veya bloke edilmiş izosiyanat grupları içeren poliizosiyanatlar, örneğin melamin reçineleri, üre-formaldehit reçineleri ve benzoguanamin reçineleri gibi reçineler, poliaminler ve poliepoksidlerdir.

### **Buluşa uygun üre preparatları**

Buluşa uygun üre preparatı, yukarıda belirtildiği gibi, (A), (B), (C) ve (D) bileşenlerinin yanında, ilaveten yukarıda sözü edilen (E) bileşenlerini içerebilir ve böylesi bir durumda, tercihen (A), (B), (C), (D) ve (E) bileşenlerinden oluşur ve burada (C), (D) ve (E) bileşenleri opsiyoneldir. Dolayısıyla buluşa üre preparatı (A), (B), (C) ve (D) bileşenlerinden de oluşabilir. Tercih edilen bir yapıda, preparat (A), (B) ve (C) veya özellikle (A), (B) ve (D) bileşenlerinden ve bilhassa tercih edilen bir yapıda (A) ve (B) bileşenlerinden oluşur. Yukarıda sözü edilen, tercih edilen ve özellikle tercih edilen bileşen kombinasyonları, tek tek bileşenlerin spesifik yapılarından bağımsızdır.

Buluşa uygun üre preparatları tercihen ne pigment ne de dolgu maddesi içerirler. Bundan bağımsız olarak, buluşa uygun üre preparatları, üre preparatının toplam ağırlığı bazında tercihen % 5 ağırlık oranının altında, özellikle tercihen % 3 ağırlık oranının altında ve bilhassa tercihen % 1 ağırlık oranının altında su içeriğine sahiptirler. Üre preparatları bilhassa tercihen temelde susuzdurlar.

25

Buluşa uygun üre preparatları genellikle iyi bir saklama stabilitesine

sahip olduklarından dolayı, içeriklerinde bulunan bileşenler tercihen birbirine karşı kimyasal olarak inerttir. Bu prensip özellikle kendi aralarında (A), (B), (C), (D) ve (E) bileşenleri için geçerlidir.

- 5 Buluşa uygun üre preparatlarının zorunlu olarak içerdiği (A) ve (B) bileşenlerinin toplam ağırlıkları, buluşa uygun üre preparatının toplam ağırlığı bazında en az % 20 ağırlık oranı, tercihen en az % 30 ağırlık oranı, özellikle tercihen en az % 45 ağırlık oranı ve bilhassa tercihen en az % 60 ağırlık oranı kadardır. (A) ve (B) bileşenlerinin toplam
- 10 ağırlıklarının, buluşa uygun üre preparatının toplam ağırlığı bazında en az % 80 ağırlık oranı veya hatta en az % 90 ağırlık oranı kadar olması özel olarak tercih edilir.

### **Buluşa uygun üre preparatlarının kullanım alanları**

- 15 Buluşa uygun üre preparatları tercihen sıvı sistemlerin reoloji kontrolü için, özellikle de tiksotropikleştirilmesi için uygundur.

- Buluş, ayrıca, buluşa uygun üre preparatlarının bir sıvı karışımın reoloji kontrolü için, özellikle de tiksotropikleştirilmesi için kullanımıyla ilgilidir. Sıvı karışım, tercihen, kaplama, özellikle boya, polimer formülasyon, pigment macunu, sızdırmazlık macunu
- 20 formülasyonu, kozmetik madde, seramik formülasyonu, yapıştırıcı formülasyonu, döküm bileşikler, inşaat malzemesi formülasyonu, yağlama maddesi, dolgu macunu bileşiği formunda, bir püskürtme ajanı formunda (örn. bitki koruma ürünlerindeki depozisyon yardımcıları olarak), baskı boyası ve mürekkep, örneğin ink-jet
- 25 mürekkebi formunda bulunur.

Son olarak, mevcut buluş, kaplama ajanı, polimer formülasyonu, pigment macunu, sızdırmazlık macunu formülasyonu, kozmetik madde, seramik formülasyonu, yapıştırıcı formülasyonu, döküm bileşikleri, inşaat malzemesi formülasyonu, yağlama maddesi, dolgu macunu bileşiği formunda, baskı boyası veya mürekkep formunda bulunan ve buluşa uygun üre preparatını formülasyonun toplam ağırlığı bazında, yani sıvı ortamın ve üre preparatının toplam ağırlığı bazında % 0,1 ilâ % 7,5 ağırlık oranında içeren bir sıvı ortamla ilgilidir. Buluşun özellikle tercih edilen bir yapısı, buluşa uygun üre preparatını, sıvı ortamın ve üre preparatının toplam ağırlığı bazında % 0,2 ilâ % 5 ağırlık oranında, özellikle tercihen % 0,3 ilâ % 4 ağırlık oranında içeren bir sıvı ortamla (yani bir formülasyonla) ilgilidir.

Burada, buluşa uygun üre preparatının, laklarda, baskı boyalarında, mürekkeplerde (örn. ink-jet mürekkepleri gibi), polimer formülasyonlarda, kozmetik preparatlarda, inşaat malzemesi formülasyonlarında, yağlama maddelerinde ve/veya yapıştırıcı maddelerde reoloji kontrol ajanı olarak, tercihen tiksotropikleştirme ajanı olarak ve bunun yanında petrol ve doğalgaz sondajında kullanılan formülasyonlarda kullanımı özellikle tercih edilir.

Laklar, baskı boyları ve mürekkepler, özellikle inkjet mürekkepleri söz konusu olduğunda, bunlar hem çözücü içeren hem de çözücü içermeyen veya su-bazlı laklar, baskı boyları ve mürekkepler, özellikle inj-jet mürekkepleri olabilir. Laklar çok farklı uygulama alanlarında kullanılabilir ve bunlar arasında diğerleri yanında otomobil lakları, dekoratif bina lakları, koruyucu laklar, diğerleri yanında gemilerin ve köprülerin son kat boyları, teneke ve rulo

kaplama boyaları, ahşap ve mobilya vernikleri, endüstriyel laklar, plastiklerin cilalanmasında kullanılan laklar, tel lakları, gıda ve tohum kaplamada kullanılan kaplama ajanları ve ayrıca Color Resists olarak adlandırılan ve örneğin LC-ekranlarda renk filtreleme için kullanılan laklar sayılabilir. Lakların kullanım alanı, genellikle çok yüksek oranda katı madde ve düşük oranda sıvı bileşenler içeren macunsu malzemeleri, örneğin pigment macunlarını veya bunun yanında ince-dağıtılmış metal partikülleri veya metal tozları bazındaki, örneğin gümüş, bakır, çinko, alüminyum, bronz ve pirinç bazındaki macunları da kapsar.

Polimer formülasyonlar söz konusu olduğunda, bunlar, plastik malzemelerin üretimine yönelik (sıvı) olarak tercihen bir kimyasal çapraz bağlama prosesi (Duromer elde edecek şekilde "kürleme") yoluyla dönüştürülen başlangıç maddeleri olabilir. Bu nedenle, tercih edilen plastik preparatlar, doymamış polyester reçineleri, vinilester reçineleri, akrilat reçineleri, epoksi reçineleri, poliüretan reçineleri, (melamin-formaldehit-reçineleri veya üre-formaldehit reçineleri gibi) formaldehit reçineleridir. Bunlar, örn. oda sıcaklığında (soğuk kürlenmiş sistemler) veya yüksek sıcaklıkta (sıcak kürleme sistemleri), hatta opsiyonel olarak baskı da uygulanarak ("Kapalı Kalıp"-Uygulaması, Levha Kalıplama Bileşiği veya Bulk Kalıplama Bileşiği) çok çeşitli şartlar altında kürlenebilir. Tercih edilen plastik-formülasyonların kapsamına PVC-plastisoller de girer.

25

Kozmetik preparatlar, kişisel bakım veya sağlık hizmetleri alanında kullanılan çok çeşitli sıvı bileşimler, örn. losyonlar, kremler, örn. diş macunu gibi macunlar, örn. tıraş köpüğü gibi köpükler, örn. tıraş jeli,

duş jeli gibi jeller veya jel formunda formülasyon halinde ilaç etken maddeleri, saç şampuanı, sıvı sabunlar, tırnak ojeleri, dudak rujları ve saç boyaları olabilir.

- 5 Püskürtme ajanları (depozisyon yardımcıları formunda) söz konusu olduğunda, buluşa uygun reoloji kontrol ajanının kullanımıyla akmanın azaltılması veya akmanın önlenmesi ("drift reduction") ön planda olur.
- 10 Yapı malzemesi formülasyonları söz konusu olduğunda, bunlar, inşaat sektöründe kullanılan ve işleme sırasında sıvı veya macunsu formda olup, kütleme sonrasında katı hale gelen malzemeler, örn. beton, çimento, sıva, fayans yapıştırıcısı ve alçı gibi hidrolik bağlayıcılar olabilir.
- 15 Yağlayıcı maddeler denince, kayganlaştırma için kullanılan, yani sürtünmenin ve aşınmanın azaltılmasına, bunun yanında kuvvet aktarımına, soğutmaya, titreşim söndürmeye, sızdırmazlık etkisi elde etmeye ve korozyon korumasına yarayan ajanlar söz konusu olup, bu
- 20 durumda sıvı kaydırıcılar ve gres yağları tercih edilir. Keza kaydırıcılar ve sondaj akışkanları (petrol sondajında kullanılan gibi "drilling fluids") da tanım gereği yağlayıcı maddeler arasında kabul edilir.
- 25 Yapıştırıcılar denince, işleme şartları altında sıvı olan ve yüzey yapışması ve dahili kuvvet yoluyla ek parçalarını birbirine bağlayabilen tüm proses malzemeleri söz konusu olabilir.

Yapıştırıcılar çözücü içerebilir, çözücüsüz olabilir veya su-bazlı olabilir.

Aşağıda mevcut buluşun ilaveten örnekler yoluyla daha ayrıntılı olarak açıklanması amaçlanmıştır.

## **ORNEKLER**

### **Molekül ağırlığının tayini:**

Ağırlık ortalamalı molekül ağırlığı, jel permeasyon kromatografisi (GPC) yoluyla tayin edilen molar kütle dağılımının ağırlıklı ortalamasıdır. Molar kütle dağılımı, DIN 55672 normunun 2. bölümüne göre belirlenir. Elüan olarak, dimetilasetamid içinde lityum bromür (içerik 5 g/l) çözeltisi kullanılır. Kalibrasyon için, 1000000 ve 102 g/mol arasında molekül ağırlıklarına sahip olan dar-dağılımlı, doğrusal yapıları polimetil metakrilat standartları kullanılır. Toplam GPC-sisteminin sıcaklığı (enjektör, numune kabı, detektörler ve kolonlar) 80°C'dir.

Amin sayıları DIN 16945'e göre belirlenmiştir. Anhidrit sayısı (ASZ) kastedilen, anhidritin bir karboksil grubunun 1 g madde içinde nötrleşmesine karşılık gelen mg birimde KOH miktarıdır. Bunun için anhidrit ilk önce n-bütülamine reaksiyona sokularak karboksilik asit ve asit amid elde edilir. Fazlalık amin izopropanol içinde HCL ile geri titre edilir, tüketilen amin temelinde doğrudan anhidrit sayısı hesaplanabilir. Kırılma indisleri 20°C'de DIN 51423'e göre belirlenmiştir. Yoğunluk 20°C'de DIN EN ISO 2811, Bölüm 3'e göre belirlenmiştir.

## **Katılar**

Bildirilen katılar, deneysel olarak tayin edilmeyip, daha ziyade kullanılan bileşenlerin başlangıç ağırlıklarından hesaplanan teorik katılardır.

### 5 **N-alkilamidlerin üretimi**

#### **Ornek 1a ( $R^1 = \text{Metil}$ , $R^2 = R^3 = \text{n-bütil}$ )**

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, damlatma hunisiyle ve geri-akışlı soğutucuyla teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi altında 425,7 g (3,3 mol) dibütilamin konulmuştur. Buna, eşzamanlı  
 10 karıştırmayla birlikte 306 g (3,0 mol) yavaşça asetik asit anhidrit damlatılmıştır. Reaksiyonun kuvvetli egzotermik olduğu görülmüştür. Su banyosuyla soğutma yapılarak sıcaklık 80°C'de tutulmuştur. Ekleme tamamlandıktan sonra 140°C'ye kadar ısıtılmış ve geri akış  
 altında 2 saat kaynatılmıştır. Reaksiyon süresi tamamlandıktan sonra,  
 15 21,7 mg KOH/g amin sayısına ve 0,5 mg anhidrit asit sayısına sahip reaksiyon karışımı elde edilmiştir. Ardından aparata bir su ayırıcı takılmış ve ortaya çıkan asetik asit 140°C'de 180 mbar vakum altında distile edilerek ayrılmıştır. Distilasyondan sonra amin sayısı 8,9 mg KOH/g olarak ölçülmüştür. Reaksiyon ürünü bir ince tabaka  
 20 buharlaştırıcısı kullanılarak 120 °C'de ve <1 mbar'da distilasyon yoluyla saflaştırılmıştır.

#### **Ornek 2a ( $R^1 = R^2 = R^3 = \text{n-bütil}$ )**

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, damlatma hunisiyle ve geri-akışlı soğutucuyla teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi

altında 336,0 g (3,3 mol) valerik asit konulmuştur. Buna, eşzamanlı karıştırmayla birlikte yavaşça 467,0 g (3,6 mol) dibütilamin damlatılmıştır. Ardından 1,6 g toluensülfonik asit eklenmiş ve 170°C'ye kadar ısıtılmıştır. Reaksiyon karışımı geri akış altında 2 saat kaynatılmıştır. Reaksiyon süresi tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımının amin sayısının 23,7mg KOH/g olduğu görülmüştür. Son olarak bir su ayırıcı bağlanarak reaksiyon suyu ve fazlalık dibütilamin 170°C'de 180mbar vakum altında 5 saat içinde distile edilerek ayrılmıştır. Reaksiyon ürünü bir ince tabaka buharlaştırıcısı kullanılarak 120 °C'de ve <1 mbar'da distilasyon yoluyla saflaştırılmıştır. Bunun sonrasında amin sayısı <1mg KOH/g olmuştur.

**Ornek 3a ( $R^1-R^2 = CH_2-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = n$ -heksil)**

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri-akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi altında 60°C'de 121,0 g (1,2 mol) n-heksilamin konulmuştur. Buna, 45 dakika içinde karıştırmayla birlikte 86,0 g (1,0 mol) bütirolakton damlatılmıştır. Bu sırada sıcaklık 75 °C'ye kadar çıkmıştır. Sıcaklık 2 saat süreyle 110 °C'ye, ardından 4 saat süreyle 200 °C'ye, daha sonra 7 saat süreyle 230 °C'ye kadar yükseltilmiş ve bu sırada meydana gelen reaksiyon suyu sürekli distile edilmiştir. Reaksiyon süresi tamamlandıktan sonra, 4,5mg KOH/g amin sayısına ve 12,4 mg KOH/g hidroksil sayısına sahip berrak turuncu renkli bir sıvı ortaya çıkmıştır. Reaksiyon ürünü, bir ince tabaka buharlaştırıcısı kullanılarak 120 °C'de ve <1 mbar'da distilasyon yoluyla saflaştırılmıştır.

**Ornek 4a ( $R^1-R^2 = CH_2-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = n\text{-pentil}$ )**

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi altında 60 °C'de 104,4 g (1,2 mol) n-pentilamin  
 5 konulmuştur. Buna 35 dakika içinde karıştırmayla birlikte 86,0 g (1,0 mol) bütirolakton damlatılmıştır. Bu sırada sıcaklık 80 °C'ye kadar çıkmıştır. Sıcaklık 2 saat süreyle 110 °C'ye, ardından 4 saat süreyle 200 °C'ye, daha sonra 7 saat süreyle 230 °C'ye kadar yükseltilmiş ve bu sırada meydana gelen reaksiyon suyu sürekli distile edilmiştir.  
 10 Reaksiyon süresi tamamlandıktan sonra, 4,5mg KOH/g amin sayısına sahip düşük-viskoziteli sarı-kahverengimsi bir sıvı ortaya çıkmıştır. Reaksiyon ürünü, bir ince tabaka buharlaştırıcısı kullanılarak 120 °C'de ve <1 mbar'da distilasyon yoluyla saflaştırılmıştır. Daha sonra amin sayısı <1 mg KOH/g olmuştur.

**Ornek 5a ( $R^1-R^2 = CH_2-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = \text{Benzil}$ )**

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi altında 60 °C'de 0,38 g dibütil kalay dilaurat ve 107,0g (1,0 mol) benzilamin konulmuştur. Buna 30 dakika içinde  
 20 karıştırmayla birlikte 86,0 g (1,0 mol) bütirolakton damlatılmıştır. Bu sırada sıcaklık 100 °C'ye kadar çıkmıştır. Sıcaklık 2 saat süreyle 170 °C'ye, ardından 11 saat süreyle 240 °C'ye kadar yükseltilmiş ve bu sırada meydana gelen reaksiyon suyu sürekli distile edilmiştir. Reaksiyon süresi tamamlandıktan sonra 12,7 mg KOH/g amin  
 25 sayısına sahip düşük-viskoziteli sarı bir sıvı ortaya çıkmıştır. Reaksiyon ürünü, bir ince tabaka buharlaştırıcısı kullanılarak 120

°C'de ve <1 mbar'da distilasyon yoluyla saflaştırılmıştır. Daha sonra amin sayısı <1 mg KOH/g olmuştur.

**Ornek 6 a** ( $R^1-R^2 = CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = n\text{-bütil}$ )

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) 5 nitrojen atmosferi altında 60 °C'de 0,37 g p-toluensülfonik asit ve 73,0g (1,0 mol) n-bütilamin konulmuştur. Buna, 45 dakika içinde karıştırmayla birlikte 114,0g (1,0 mol) kaprolakton damlatılmıştır. Bu sırada sıcaklık 85 °C'ye kadar çıkmıştır. Sıcaklık 2 saat süreyle 120 10 °C'ye, ardından 2 saat süreyle 140 °C'ye, daha sonra 8 saat süreyle 230 °C'ye kadar yükseltilmiş ve bu sırada meydana gelen reaksiyon suyu sürekli distile edilmiştir. Meydana gelen sıvı ürün 4,7 mg KOH/g amin sayısına ve 566 mPas viskoziteye sahiptir.

**Ornek 7a** ( $R^1-R^2 = CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = n\text{-heksil}$ )

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) 15 nitrojen atmosferi altında 60 °C'de 0,49 g p-toluensülfonik asit ve 131,0 g (1,29 mol) n-heksilamin konulmuştur. Buna, 55 dakika içinde karıştırmayla birlikte 114,0 g (1,0 mol) kaprolakton damlatılmıştır. Bu 20 sırada sıcaklık 80 °C'ye kadar çıkmıştır. Sıcaklık 2 saat süreyle 140 °C'ye, ardından 11 saat süreyle 230 °C'ye kadar yükseltilmiş ve bu sırada meydana gelen reaksiyon suyu distile edilmiştir. Meydana gelen mumsu ürün 15,9 mg KOH/g amin sayısına sahiptir.

**Ornek 8a ( $R^1-R^2 = CH(CH_3)-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = n\text{-heksil}$ )**

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi altında 60 °C’de 52,0 g (0,51 mol) n-heksilamin  
 5 konulmuştur. Buna, 25 dakika içinde karıştırmayla birlikte 51,5 g (0,51 mol) gama-valerolakton damlatılmıştır. Bu sırada sıcaklık 80 °C’ye kadar çıkmıştır. Sıcaklık 2 saat süreyle 140 °C’ye, ardından 10 saat süreyle 230 °C’ye kadar yükseltilmiş ve bu sırada meydana gelen reaksiyon suyu distile edilmiştir. Neticede düşük viskoziteli  
 10 kahverengimsi bir sıvı elde edilmiştir.

**Ornek 9a ( $R^1-R^2 = CH(CH_3)-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = n\text{-bütil}$ )**

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi altında 60°C’de 73,0g (1,0 mol) n-bütilamin  
 15 konulmuştur. Buna, 45 dakika içinde karıştırmayla birlikte 100,0 g (1,0 mol) gama-valerolakton damlatılmıştır. Bu sırada sıcaklık 80 °C’ye kadar çıkmıştır. Sıcaklık 2 saat süreyle 140 °C’ye, ardından 10 saat süreyle 230 °C’ye kadar yükseltilmiş ve bu sırada meydana gelen reaksiyon suyu sürekli distile edilmiştir. Neticede, 5,5 mg KOH/g  
 20 amin sayısına sahip kahverengimsi bir sıvı elde edilmiştir. Bunun kırılma indisi 1,4747 ve viskozitesi 3 mPas olarak ölçülmüştür.

**Ornek 10a (buluşa göre değil; ( $R^1-R^2 = CH_2-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = n\text{-bütil}$ ))**

Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe)  
 25

nitrojen atmosferi altında 222,2 g (3,0 mol) n-bütülamın konulmuştur. Buna, 45 dakika içinde karıştırmayla birlikte 172,0 g (2,0 mol) bütürolakton damlatılmıştır. Bu sırada sıcaklık 80 °C'ye kadar çıkmıştır. Sıcaklık 2 saat süreyle 140 °C'ye, ardından 10 saat süreyle  
 5 230 °C'ye kadar yükseltilmiş ve bu sırada meydana gelen reaksiyon suyu ve fazlalık amin sürekli distile edilerek ayrılmıştır. Neticede, 3,7 mg KOH/g amin sayısına sahip kahverengimsi bir sıvı elde edilmiştir. Bunun yoğunluğu 0,96 g/cm<sup>3</sup> olarak ölçülmüştür.

**Ornek 11a ( $R^1-R^2 = CH_2-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = CH_2-CH_2-CH_2$ -imidazol)**

10 Bir reaksiyon kabına (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi altında 80°C'de 125,0 g (1,0 mol) aminopropilimidazol konulmuştur. Buna, 45 dakika içinde karıştırmayla birlikte 94,7 g (1,1 mol) bütürolakton damlatılmıştır.  
 15 Sıcaklık her durumda 20 dakikalık bir sıcaklık rampasıyla her defasında 10°C'den 250°C nihai sıcaklığa kadar yükseltilmiştir. Daha sonra sıcaklık 250°C'de 6 saat tutulmuştur. Tüm reaksiyon süresi boyunca meydana gelen reaksiyon suyu distile edilerek ayrılmıştır. 0,4g p-toluensülfonik asit eklenmiş ve 250°C'de 2 saat daha su ayırma  
 20 işlemi yapılmıştır. Sıvı ve çok koyu renkli bir reaksiyon ürünü elde edilmiştir.

**Ornek 12a (buluşa göre değil;  $R^1-R^2 = CH_2-CH_2-CH_2$ ,  $R^3 = n$ -propil)**

Karıştırıcılı bir otoklava 60,0 g (1 mol) n-propilamin konulmuş ve 60  
 25 °C'ye kadar ısıtılmıştır. Buna, 45 dakika içinde karıştırma şartları

altında 86,0 g (1 mol) bütirolakton eklenmiştir. Sıcaklık ilk önce 95 °C'ye kadar çıkmıştır. Ardından 90 °C'de 4 saat daha karıştırma yapılmıştır. Bundan sonra reaksiyon karışımı, karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla, su ayırıcıyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş bir yuvarlak tabanlı şişeye aktarılmış ve 100 °C'ye kadar ısıtılmıştır. Ardından, sıcaklık, eşzamanlı karıştırma ile birlikte saatte 15 °C kadar yükseltilmiştir. Ardından 200 °C'de 10 saat süreyle ilaveten ardıl reaksiyon gerçekleştirilmiştir. Reaksiyonun tamamı esnasında ortaya çıkan reaksiyon suyu distile edilerek ayrılmıştır. Neticede 4mg KOH/g amin sayısına sahip açık sarı bir sıvı elde edilmiştir. Reaksiyon ürünü, bir ince tabaka buharlaştırıcısı kullanılarak 120 °C'de ve <1 mbar'da distilasyon yoluyla saflaştırılmıştır.

## **Ure preparatlarının üretimi**

### **Urün örneği a1**

#### **Adım 1:**

İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-monoaddükt ürünü üretilir.

#### **Adım 2:**

Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 118,2 g N-n-oktilbütirolaktam (Sigma-Aldrich) konulur ve nitrojen atmosferi

- altında eşzamanlı karıştırma ile birlikte 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 4,2 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırma ile birlikte 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir.
- 5 Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırma ile birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Neticede berrak, renksiz ve hafif viskoz bir ürün elde edilir. Bunun amin sayısı
- 10 1,0 mg KOH/g'ın altındadır (DIN 16945'e göre tayin edilir). Ürün % 38 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

### **Ürün örneği a2**

#### **Adım 1**

- İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre
- 15 tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-monoaddükt ürünü üretilir.

#### **Adım 2**

- 20 Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 118,2 g 1-benzilpirolidin-2-on (Örnek 5a) konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı karıştırma ile birlikte 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 4,2 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırma ile birlikte 1 saat içinde
- 25 çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-

ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırma ile birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 5 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Neticede hafif bulanık, sarı renkli ve viskoz bir ürün elde edilir. Bunun amin sayısı 1,0 mg KOH/g kadardır (DIN 16945'e göre tayin edilir). Ürün % 38 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

### **Ürün örneği a3 (buluşa göre değil)**

#### **10 Adım 1**

İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat- 15 monoaddükt ürünü üretilir.

#### **Adım 2**

Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 64,5 g 1-propilpirolidin-2-on (Örnek 12a) konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı 20 karıştırma ile birlikte 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 5,1 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırma ile birlikte 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırma ile birlikte 1 saat 25 içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde

yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Neticede hafif bulanık, sarımsak ve viskoz bir ürün elde edilir. Bunun amin sayısı 5,2 mg KOH/g kadardır (DIN 16945'e göre tayin edilir). Ürün % 52 ağırlık oranında üre  
5 bileşeni içerir.

### **Ürün örneği a4 (buluşa göre değil)**

#### **Adım 1**

İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35  
10 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-monoaddükt ürünü üretilir.

#### **Adım 2**

Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve  
15 geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 118,2 g 1-pentilpirolidin-2-on (Örnek 4a) konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı karıştırmayla birlikte 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 4,2 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-  
20 ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Amin sayısı 3,6 mg KOH/g kadardır

(DIN 16945'e göre tayin edilir). Ürün % 38 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

### **Ürün örneği a5**

#### **Adım 1**

- 5 İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-monoaddükt ürünü üretilir.

#### 10 **Adım 2**

- Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 118,2 g 1-heksilpirolidin-2-on (Örnek 3a) konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı karıştırmayla birlikte 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 4,2 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde 15 çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 20 yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Amin sayısı 3,6 mg KOH/g kadardır (DIN 16945'e göre tayin edilir). Ürün % 38 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

## **Urün örneđi a6**

### **Adım 1**

İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35  
5 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-monoaddükt ürünü üretilir.

### **Adım 2**

Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve  
10 geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna, N,N-dimetiloktanamid ve N,N-dimetildekanamid karışımının (BASF firması, Agnique AMD810) 239,1 g'ı konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı karıştırmayla birlikte 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 5,1 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde  
15 çözüldürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı  
20 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Neticede bulanık, renksiz ve hafif viskoz bir ürün elde edilir. Bunun amin sayısı 2,0 mg KOH/g'm altındadır (DIN 16945'e göre tayin edilir). Ürün % 23 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

**Urün örneđi a7****Adım 1**

İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35  
5 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-monoaddükt ürünü üretilir.

**Adım 2**

Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve  
10 geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 239,1 g dibütülasetaamid (Ornek 1a) konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı karıştırmayla birlikte 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 5,1 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde çözümlenir. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-  
15 ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Neticede bulanık, renksiz ve hafif  
20 viskoz bir ürün elde edilir. Bunun amin sayısı 2 mg KOH/g'ın altındadır (DIN 16945'e göre tayin edilir). Urün % 23 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

**Urün örneđi a8****Adım 1**

İlk olarak, molar kütlesi 450 g/mol olan bir polietilenglikol monometileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 93,6 g monoaddükt ürünü üretilir.

## 5 **Adım 2**

Karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilmiş bir dört-boyunlu balon içinde N,N-dimetiloktanamid ve N,N-dimetildekanamid karışımının (BASF firması, Agnique AMD810) 252,0 g'ı 100 °C'ye kadar ısıtılır ve bu sıcaklığa  
10 ulaşıldığında karışıma 4,2 g lityum klorür eklenir. Daha sonra lityum klorür eşzamanlı karıştırmayla birlikte 100°C'de 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat  
15 içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede hafif bulanık ve hafif viskoz bir ürün elde edilir. Ürün % 29 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

## **Ürün örneği a9**

## 20 **Adım 1**

İlk olarak, molar kütlesi 450 g/mol olan bir polietilenglikol monometileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 93,6 g monoaddükt ürünü üretilir.

**Adım 2**

Karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilmiş bir dört-boyunlu balon içinde 252,0g dibütilasetamid (Ornek 1a) 100 °C'ye kadar ısıtılır ve bu sıcaklığa ulaşıldığında 5 karışıma 4,2 g lityum klorür eklenir. Daha sonra lityum klorür eşzamanlı karıştırmayla birlikte 100°C'de 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi 10 içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede bulanık ve hafif viskoz bir ürün elde edilir. Ürün % 29 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

**Ürün örneği a10**15 **Adım 1**

İlk olarak, molar kütlesi 450 g/mol olan bir polietilenglikol monometilelerden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 93,6 g monoaddükt ürünü üretilir.

20

**Adım 2**

Karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilmiş bir dört-boyunlu balon içinde 162,0 g N-benzilpirolidon (Ornek 5a) 100 °C'ye kadar ısıtılır ve bu sıcaklığa ulaşıldığında 25 karışıma 4,2 g lityum klorür eklenir. Daha sonra lityum klorür

eşzamanlı karıştırmayla birlikte 100°C'de 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak, kırmızıya çalan renkte ve viskoz bir ürün elde edilir. Ürün % 38 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

### **Ürün örneği a11**

#### **10 Adım 1**

İlk olarak, molar kütlesi 450 g/mol olan bir polietilenglikol monometileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 93,6 g monoaddükt ürünü üretilir.

#### **15 Adım 2**

Karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilmiş bir dört-boyunlu balon içinde 162,0 g N-n-oktilbütirolaktam (Sigma-Aldrich firması) 100 °C'ye kadar ısıtılır ve bu sıcaklığa ulaşıldığında karışıma 4,2 g lityum klorür eklenir. Daha sonra lityum klorür eşzamanlı karıştırmayla birlikte 100°C'de 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı

80 °C’de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak, sarımtırak bir ürün elde edilir. Ürün % 38 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

### **Ürün örneği a12**

#### **Adım 1**

- 5 İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

#### **Adım 2**

- 10 Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 75 g N-n-oktilbütirolaktam (Sigma-Aldrich) içinde 1,7 g (0,039 mol) LiCl çözündürülür. Daha sonra 3,6 g (0,026 mol) meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C’ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve 1-dodekanolden 15 elde edilen monoaddükt ürününün 19,8 g’ı (0,052 mol) eşzamanlı karıştırmayla birlikte sıcaklık 85 °C’yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C’de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak ve sıvı bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 23 ağırlık oranı kadardır.

### **Ürün örneği a13**

#### **Adım 1**

İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

## **Adım 2**

5 Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 279 g N-benzilbütirolaktam (Ornek 5a) içinde 12,6 g (0,3 mol) LiCl çözündürülür. Daha sonra 17,0 g (0,125 mol) meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80  
10 °C'ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve 1-dodekanolden elde edilen monoaddükt ürününün 90,0 g'ı (0,25 mol) eşzamanlı karıştırma ile birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede sarı renkli ve viskoz bir ürün elde  
15 edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 27 ağırlık oranı kadardır.

## **Ürün örneği a14**

### **Adım 1**

İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü  
20 üretilir.

### **Adım 2**

Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen

atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 147,2 g N-n-oktilbütirolaktam (Sigma-Aldrich) içinde 8,4 g LiCl çözündürülür. Daha sonra 13,6 g meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C'ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve 1-dodekanolden elde edilen monoaddükt ürününün 76,1 g'ı eşzamanlı karıştırmayla birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede hafif bulanık ve iyi akıcı bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 37 ağırlık oranı kadardır.

## 10 **Ürün örneği a15**

### **Adım 1**

İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

### 15 **Adım 2**

Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 75 g N-n-heksilbütirolaktam (Ornek 3a) içinde 1,7 g (0,039 mol) LiCl çözündürülür. Daha sonra 3,6 g (0,026 mol) meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C'ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve 1-dodekanolden elde edilen monoaddükt ürününün 19,8 g'ı (0,052 mol) eşzamanlı karıştırmayla birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80

°C'de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak ve sıvı bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 23 ağırlık oranı kadardır.

### **Ürün örneği a16**

#### **Adım 1**

- 5 İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

#### **Adım 2**

- 10 Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 147,2 g N-n-heksilbütürolaktam (Örnek 3a) içinde 8,4 g LiCl çözündürülür. Daha sonra 13,6 g meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C'ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve 1-dodekanolden elde edilen monoaddükt ürününün 76,1 g'ı eşzamanlı karıştırmayla birlikte 15 sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede hafif bulanık ve iyi akıcı bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 37 ağırlık oranı kadardır.

#### 20 **Ürün örnekleri – Özet tablo**

Ürün örneği	(A) / %	(B)	(D) / %	
	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	
a1	H1 / 38	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>	n-oktil	60 LiCl / 2

Urün örneđi	(A) / %	(B)	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	(D) / %
a2	H1 / 38	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			Benzil	60 LiCl / 2
a3*	H1 / 52	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			n-propil	45 LiCl / 4
a4*	H1 / 38	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			n-pentil	60 LiCl / 2
a5	H1 / 38	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			n-heksil	60 LiCl / 2
a6	H1 / 23	n-oktil/n-desil-karışımı	metil	Metil		75 LiCl / 2
a7	H1 / 23	Metil		n-bütil	n-bütil	75 LiCl / 2
a8	H2 / 29	n-oktil/n-desil-karışımı	metil	Metil		70 LiCl / 1
a9	H2 / 29	Metil		n-bütil	n-bütil	70 LiCl / 1
a10	H2 / 38	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			Benzil	60 LiCl / 2
a11	H2 / 38	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			n-oktil	60 LiCl / 2
a12	H3 / 23	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			n-oktil	75 LiCl / 2
a13	H3 / 27	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			Benzil	70 LiCl / 3
a14	H3 / 37	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			n-oktil	60 LiCl / 3
a15	H3 / 23	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			n-heksil	75 LiCl / 2
a16	H3 / 37	ortak: CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>			n-heksil	60 LiCl / 3

H1: 2 BuO-PEG-OC(O)NH-tolil-NCO ve 1 m-ksilinendiamin addüktü

H2: 2 MeO-PEG-OC(O)NH-tolil-NCO ve 1 m-ksilinendiamin addüktü

H3: 2 Lauril-OC(O)NH-tolil-NCO ve 1 m-ksilinendiamin addüktü

\* = buluşa göre değil

### **Karşılaştırma örnekleri:**

### **Karşılaştırma örneđi V1**

#### **Adım 1**

İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-monoaddükt ürünü üretilir.

## **Adım 2**

Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 72,7 g 1-etilpirolidin-2-on konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı karıştırmayla birlikte 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 4,2 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Neticede berrak, sarı renkli bir ürün elde edilir. Bunun amin sayısı 1 mg KOH/g kadardır (DIN 16945'e göre tayin edilir). Ürün % 49 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

## **Karşılaştırma örneği V2**

### **Adım 1**

İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir

karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-monoaddükt ürünü üretilir.

## **Adım 2**

Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve  
5 geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 72,7 g dimetilsülfoksid  
konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı karıştırmayla birlikte  
120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 4,2 g lityum klorür eklenir ve bu  
sıcaklıkta eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde çözündürülür.  
Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir  
10 ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat  
adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi  
içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır.  
Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat daha  
karıştırılır. Neticede berrak, sarı renkli bir ürün elde edilir. Bunun  
15 amin sayısı 1 mg KOH/g kadardır (DIN 16945'e göre tayin edilir).  
Ürün % 49 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

## **Karşılaştırma örneği V3**

### **Adım 1**

İlk olarak, hidroksil sayısı 220 mg KOH/g (DIN / ISO 4629'a göre  
20 tayin edilmiştir) olan bir polietilenglikol monobütileterden ve % 35  
2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir  
karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 64,4 g diizosiyanat-  
monoaddükt ürünü üretilir.

**Adım 2**

Bir dört-boyunlu balon, karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilir. Buna 72,7 g N-metilpirolidon konulur ve nitrojen atmosferi altında eşzamanlı karıştırmayla birlikte

5 120 °C'ye kadar ısıtılır. Buna 4,2 g lityum klorür eklenir ve bu sıcaklıkta eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi

10 içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat daha karıştırılır. Neticede berrak, sarı renkli bir ürün elde edilir. Ürün % 49 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

**Karşılaştırma örneği V4****15 Adım 1**

İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

**Adım 2**

20 Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 75 g N-metilpirolidon (piyasada satılan ürün) içinde 1,7 g LiCl (0,039 mol) çözündürülür. Daha sonra 3,6 g (0,026 mol) meta-ksililendiamin eklenir ve berrak

karışım 80 °C'ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve lauril alkolden elde edilen monoaddükt ürününün 19,8 g'ı (0,052 mol) eşzamanlı karıştırmayla birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon  
5 karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak ve akışkan bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 23 ağırlık oranı kadardır.

### **Karşılaştırma örneği V5**

#### **Adım 1**

10 İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

#### **Adım 2**

Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve  
15 damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 75 g 1-N-etilpirolidon (piyasada satılan ürün) içinde 1,7 g (0,039 mol) LiCl çözündürülür. Daha sonra 3,6 g (0,026 mol) meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C'ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve lauril  
20 alkolden elde edilen monoaddükt ürününün 19,8 g'ı (0,052 mol) eşzamanlı karıştırmayla birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak ve düşük viskoziteli bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin  
25 miktarı % 23 ağırlık oranı kadardır.

**Karşılaştırma örneği V6****Adım 1**

İlk olarak, molar kütlesi 450 g/mol olan bir polietilenglikol monometilelerden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 93,6 g monoaddükt ürünü üretilir.

**Adım 2**

Karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilmiş bir dört-boyunlu balon içinde 99,7g N-metilpirolidon (piyasata satılan BASF ürünü) 100 °C'ye kadar ısıtılır ve bu sıcaklığa ulaşıldığında karışıma 4,2 g lityum klorür eklenir. Daha sonra lityum klorür eşzamanlı karıştırmayla birlikte 100°C'de 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırmayla birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak, sarımsak bir ürün elde edilir. Ürün % 50 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

**Karşılaştırma örneği V7****Adım 1**

İlk olarak, molar kütlesi 450 g/mol olan bir polietilenglikol monometilelerden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen

diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak 93,6 g monoaddükt ürünü üretilir.

## **Adım 2**

Karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile  
5 teçhiz edilmiş bir dört-boyunlu balon içinde 132,0 g dimetilsülfoksid  
(Sigma Aldrich firmasının piyasada satılan ürünü) 100 °C'ye kadar  
ısıtılır ve bu sıcaklığa ulaşıldığında karışıma 4,2 g lityum klorür  
eklenir. Daha sonra lityum klorür eşzamanlı karıştırma ile birlikte  
100°C'de 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye  
10 indirilir. 10,2 g m-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir.  
Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı  
karıştırma ile birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85  
°C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak  
için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak,  
15 sarımsak bir ürün elde edilir. Ürün % 43 ağırlık oranında üre bileşeni  
içerir.

## **Karşılaştırma örneği V8**

### **Adım 1**

İlk olarak, molar kütlesi 450 g/mol olan bir polietilenglikol  
20 monometileterden ve % 35 2,4-toluen diizosiyanat ile % 65 2,6-toluen  
diizosiyanatın bir karışımından EP 1188779 patentine uygun olarak  
93,6 g monoaddükt ürünü üretilir.

## Adım 2

Karıştırıcı, damlatma hunisi, termometre ve geri-akışlı soğutucu ile teçhiz edilmiş bir dört-boyunlu balon içinde 99,7g N-etilpirolidon (piyasata satılan BASF ürünü) 100 °C'ye kadar ısıtılır ve bu sıcaklığa ulaşıldığında karışıma 4,2 g lityum klorür eklenir. Daha sonra lityum klorür eşzamanlı karıştırma ile birlikte 100°C'de 1 saat içinde çözündürülür. Ardından sıcaklık 80 °C'ye indirilir. 10,2 g meta-ksililendiamin eklenir ve karışım homojenize edilir. Önceden (adım 1'de) üretilen izosiyanat adüktü eşzamanlı karıştırma ile birlikte 1 saat içinde amin çözeltisi içine sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde yavaşça damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak, sarımsak bir ürün elde edilir. Ürün % 50 ağırlık oranında üre bileşeni içerir.

## Karşılaştırma örneği V9

### 15 Adım 1

İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

### Adım 2

20 Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 75 g dimetilsülfoksit içinde 1,7 g (0,039 mol) LiCl çözündürülür. Daha sonra 3,6 g (0,026 mol) meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C'ye kadar ısıtılır.

Ardından, Desmodur T100 ve lauril alkolden elde edilen monoaddükt ürününün 19,8 g'ı (0,052 mol) eşzamanlı karıştırma ile birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat 5 karıştırılır. Neticede berrak ve akışkan bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 23 ağırlık oranı kadardır. Ürün kapalı bir kap içinde oda sıcaklığında saklamaya alınır. Diğer tüm karşılaştırma örneklerinin aksine, henüz bir hafta geçtikten sonra hafif bir çökelti tespit edilebilir; iki hafta sonra ürün kuvvetli ölçüde 10 bulanıktır.

### **Karşılaştırma örneği V10**

#### **Adım 1**

İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü 15 üretilir.

#### **Adım 2**

Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 147,2 g N-metilpirolidon 20 içinde 8,4 g LiCl çözündürülür. Daha sonra 13,6 g meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C'ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve 1-dodekanolden elde edilen monoaddükt ürününün 76,1 g'ı eşzamanlı karıştırma ile birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. 25 Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat

karıştırılır. Neticede hafif bulanık ve iyi akıcı bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 37 ağırlık oranı kadardır.

### **Karşılaştırma örneği V11**

#### **Adım 1**

- 5 İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

#### **Adım 2**

- 10 Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 75 g N-n-pentilbütirolaktam (Ornek 4a) içinde 1,7 g (0,039 mol) LiCl çözündürülür. Daha sonra 3,6 g (0,026 mol) meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C'ye kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve 1-dedekanolden 15 elde edilen monoaddükt ürününün 19,8 g'ı (0,052 mol) eşzamanlı karıştırmayla birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede berrak ve akışkan bir ürün elde edilir. Elde edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 23 ağırlık oranı 20 kadardır.

### **Karşılaştırma örneği V12**

#### **Adım 1**

İlk olarak, 2,4-toluen diizosiyanattan (Desmodur T100, Bayer) ve lauril alkolden EP 1188779 patentine uygun bir monoaddükt ürünü üretilir.

## Adım 2

- 5 Bir reaksiyon kabında (karıştırıcıyla, geri akışlı soğutucuyla ve damlatma hunisiyle teçhiz edilmiş yuvarlak-tabanlı şişe) nitrojen atmosferi ve eşzamanlı karıştırma altında 147,2 g N-n-pentilbütirolaktam (Örnek 4a) içinde 8,4 g LiCl çözündürülür. Daha sonra 13,6 g meta-ksililendiamin eklenir ve berrak karışım 80 °C'ye
- 10 kadar ısıtılır. Ardından, Desmodur T100 ve 1-dodekanolden elde edilen monoaddükt ürününün 76,1 g'ı eşzamanlı karıştırmayla birlikte sıcaklık 85 °C'yi aşmayacak şekilde 1 saat içinde damlatılır. Reaksiyonu tamamlamak için reaksiyon karışımı 80 °C'de 3 saat karıştırılır. Neticede hafif bulanık ve iyi akıcı bir ürün elde edilir. Elde
- 15 edilen üründe üre bileşeninin miktarı % 37 ağırlık oranı kadardır.

## Karşılaştırma örnekleri – Özet tablo

Karşılaştırma örneği	(A) / %	Çözücü / %	(D) / %
V1	H1 / 49	N-etilpirolidon / 48	LiCl / 3
V2	H1 / 49	DMSO / 48	LiCl / 3
V3	H1 / 49	N-metilpirolidon / 48	LiCl / 3
V4	H3 / 23	N-metilpirolidon / 75	LiCl / 2
V5	H3 / 23	N-etilpirolidon / 75	LiCl / 2
V6	H2 / 50	N-metilpirolidon / 48	LiCl / 2
V7	H2 / 43	DMSO / 55	LiCl / 2

Karşılaştırma örneği	(A) / %	Çözücü / %	(D) / %
V8	H2 / 50	N-etilpirolidon / 48	LiCl / 2
V9	H3 / 23	DMSO/75	LiCl / 2
V10	H3 / 37	N-metilpirolidon / 60	LiCl / 3
V11	H3 / 23	N-n-pentilbütirolaktam / 75	LiCl / 2
V12	H3 / 37	N-n-pentilbütirolaktam / 60	LiCl / 3

H1: 2 BuO-PEG-OC(O)NH-tolil-NCO ve 1 m-ksilinendiamin addüktü

H2: 2 MeO-PEG-OC(O)NH-tolil-NCO ve 1 m-ksilinendiamin addüktü

H3: 2 Lauril-OC(O)NH-tolil-NCO ve 1 m-ksilinendiamin addüktü

## **Reoloji kontrol ajanı olarak uygun bileşimlerin performans testleri**

### **Kullanılan hammaddeler**

<b>Adı</b>	<b>Tanımı</b>	<b>Uretici</b>
Bayferrox 130M	Demir oksit kırmızı pigment	Bayer
Blanc Fixe N	Baryum sülfat	Sachtleben Chemie GmbH
Borchi Nox M 2	Sentetik soyulma önleyici ajan (Metiletil ketoksim)	OMG Borchers GmbH
BYK-052	Silikonsuz polimer köpük giderici	BYK-Chemie GmbH
BYK-066	Silikonlu köpük giderici	BYK-Chemie GmbH
BYK-306	Silikonlu yüzey katkısı	BYK-Chemie GmbH
Desmodur N3390	Alifatik poliizosiyanat (HDI-Trimerizat)	Bayer MaterialScience

<b>Adı</b>	<b>Tanımı</b>	<b>Uretici</b>
Disperbyk-110	Islatıcı ve dağıtıcı katkı	BYK-Chemie GmbH
Dowanol PM	Metoksiopropanol	Dow Chemical Company
Dowanol PMA	1,2-propandioldi monoasetat-monometileter	Dow Chemical Company
Epikote 1001- X 75	Bisfenol A-reçine, ksilen içinde çözülmüş	Hexion Specialty Chemicals
Epikure 3115- X 70	Poliamid sertleştirici	Hexion Specialty Chemicals
Isopar H	Hafif kokulu ve düşük aroma içerikli hidrokarbon çözücü (temel olarak izoalkanlardan oluşur)	ExxonMobil Chemical
Joncryl 8280	Akrilat-Dispersiyonu	BASF SE Coatings & Plastic Chemicals
Kraton 1118 AS	Stiren-Bütadien-Blok Kopolimeri	Kraton Performance Polymers
Nuodex Combi APB	Kurşunsuz ve baryumsuz kombine kurutucu	Elementis Specialties B.V.
Palapreg P 17- 02	Liflerle güçlendirilmiş plastiklerin veya güçlendirilmemiş dolgulu ürünlerin üretimi için doymamış polyester reçine	DSM Composite Resins
Setalux D A 870 BA	Poliizosiyanatla çapraz bağlanan akrilat reçine, bütil asetat içinde % 70 oranlı	Nuplex Resins GmbH
Synthalat W48	Suyla seyreltilebilir, özel modifiye edilmiş alkid reçine, BG/Amonyak/Su (8 : 2,3 : 54,7) içinde % 35 oranlı	Synthopol Chemie
Tronox RKB-4	Mikronize rutil pigment	Kerr McGee

Adı	Tanımı	Uretici
Worleekyd S 366	Uzun yağlı alkid reçine, Isopar H içinde % 60 oranlı	Pigments Worlee Chemie GmbH

### Değerlendirme ölçeği açıklaması

Jel kuvveti:	1	Çok kuvvetli
	2	Kuvvetli
	3	Orta
	4	Çok zayıf
	5	Jel yok

### Bulanıklık

(Geçimlilik):	1	Berrak
	2	Hafif bulanık
	3	Bulanık
	4	Çok bulanık
	5	Çok fazla bulanık

### Test sistemi 1: Setalux D A 870 BA Şeffaf Lak

Bu test için – gerektiği taktirde – test edilen tüm ürünler için bileşime  
5 ilave miktarda ilgili amid bileşiği katılmak suretiyle katkı bileşiminde  
% 38 ağırlık oranında bir üre bileşiği içeriği ayarlanır. 100 ml’lik bir  
cam şişe içine, 50 g Setalux D A 870 BA şeffaf lak konulur ve  
ardından Dispermat CV tipi bir çözündürme cihazıyla (1000 U/dk.  
dönüş hızında dişli disk  $d = 2,5$  cm) karıştırma yapılarak her durumda

ilgili katkı maddesi buna eklenir. Katkı ilavesi tamamlandıktan sonra 1 dakika daha karıştırma yapılır. Burada her durumda üre bileşeni (A)'nın % 0,4 ağırlık oranına (formülasyonun toplam kütesine göre) karşılık gelen bir dozaj seçilmiştir. Ardından numuneler oda sıcaklığında 1 gün bekletilir ve sonrasında ilk olarak katkının reolojik etkisinin ölçüsü olarak jel kuvveti ve sonra bulanıklık temelinde geçimlilik değerlendirilir. Daha sonra, reolojik etkinin ölçüsü olarak uygulama şartlarında yük altında stabilite testi yapılır. Bunun için numune bir spatulayla homojen şekilde karıştırılır ve sonra 30-300 µm kademli aplikatörle ve BYK-Gardner otomatik aplikatör cihazıyla 5 cm/s hızda kontrast kartlarının üzerine uygulanır. Uygulamadan sonra kontrast kartları kurutma için doğrudan yatay konumda asılır. Kurutma işleminden sonra, lakın akmadığı, yani herhangi bir akmanın veya boncuklanmanın fark edilmediği tabaka kalınlığı µm "yaş" birimde tayin edilir. Aynı etken madenin kullanıldığı durumda yük altında stabilite değeri ne kadar yüksek olursa reolojik etkililik derecesi de o kadar yüksek demektir. "Yaş" ifadesi, kurutma öncesinde aplikatörle uygulanan orijinal yaş tabaka kalınlığını belirtir.

#### **Şeffaf lak formülasyonu:**

#### **20 Setalux D A 870 BA – Şeffaf lak**

Setalux D A 870 BA	80,0
Bütilasetat	9,9
Dowanol PMA	9,9
BYK-066	0,2
	100,0

**Sonuçlar:**

<b>Urün</b>	<b>Bileşenler</b>	<b>Jel kuvveti</b>	<b>Bulanıklık</b>	<b>Yük altında stabilite <math>\mu</math>m yaş</b>
Katkısız boş numune	-	5	1	30
Karşılaştırma V1	NEP	1-2	2	120
Karşılaştırma V3	NMP	2	2	90
Örnek a2	Benzilpirolidon	1	2	150

Tabloda görüldüğü üzere, karşılaştırma örneği V1 ve V3, buluşa uygun örnek a2'den daha kötü bir jel kuvveti geliştirir. Aynı sonuç, karşılaştırma örneklerinin yük altındaki stabilitesinin buluşa uygun 5 üründen daha kötü olmasıyla da kendini göstermiştir.

**Test sistemi 2: Setalux D A 870 BA / Desmodur N3390 Beyaz Lak**

Bu test için – gerektiği taktirde – test edilen tüm ürünler için bileşime ilave miktarda ilgili amid bileşiği katılmak suretiyle katkı bileşiminde % 23 ağırlık oranında bir üre bileşiği içeriği ayarlanır. 100 ml'lik bir 10 cam şişe içine 50 g Setalux D A 870 BA beyaz lak konulur ve ardından Dispermat CV tipi bir çözündürme cihazıyla (1000 U/dk. dönüş hızında dişli disk d = 2,5 cm) karıştırma yapılarak her durumda ilgili katkı maddesi buna eklenir. Burada her durumda üre bileşeni (A)'nın % 1,0 ağırlık oranına (lak formülasyonun toplam kütleline 15 göre) karşılık gelen bir dozaj seçilir. Katkı ilavesi tamamlandıktan

sonra 1 dakika daha karıştırma yapılır. Ardından numuneler oda sıcaklığında 1 gün bekletilir ve sertleştiricinin eklenmesinden sonra reolojik etkinin ölçüsü olarak yük altındaki stabilite değerlendirilir. Bunun için numune ilk olarak bir karıştırıcıda (Andalok firmasının "Natalie" modeli) 5 dakika kesilir. Kesme işleminden hemen sonra bir 50-500 µm kademeli aplikatörle ve bir BYK-Gardner otomatik aplikatör cihazıyla 5 cm/s hızda kontrast kartlarının üzerine uygulama yapılır. Uygulamadan sonra kontrast kartları kurutma için doğrudan yatay konumda asılır. Kurutma işleminden sonra, boyanın akmadığı, yani herhangi bir akmanın veya boncuklanmanın fark edilmediği tabaka kalınlığı µm "yaş" birimde tayin edilir. Aynı etken madenin kullanıldığı durumda yük altında stabilite değeri ne kadar yüksek olursa, kesme stresi sonrasındaki reolojik etkililik derecesi de o kadar yüksek demektir.

15 **Lak formülasyonu:**

Setalux D A 870 BA	23,5
Disperbyk-110	1,2
Tronox RKB-4	34,0
n-Bütülasetat	8,5
Dowanol PMA	8,5

Dispermat CV, cam boncuklar 1 mm 1:1, 30 dak. 40°C'de, 8000 rpm, 4cm Teflon disk

Setalux D A 870 BA	24,0
BYK-306	0,3
	100,0
Desmodur N3390	25,0

### Sonuçlar:

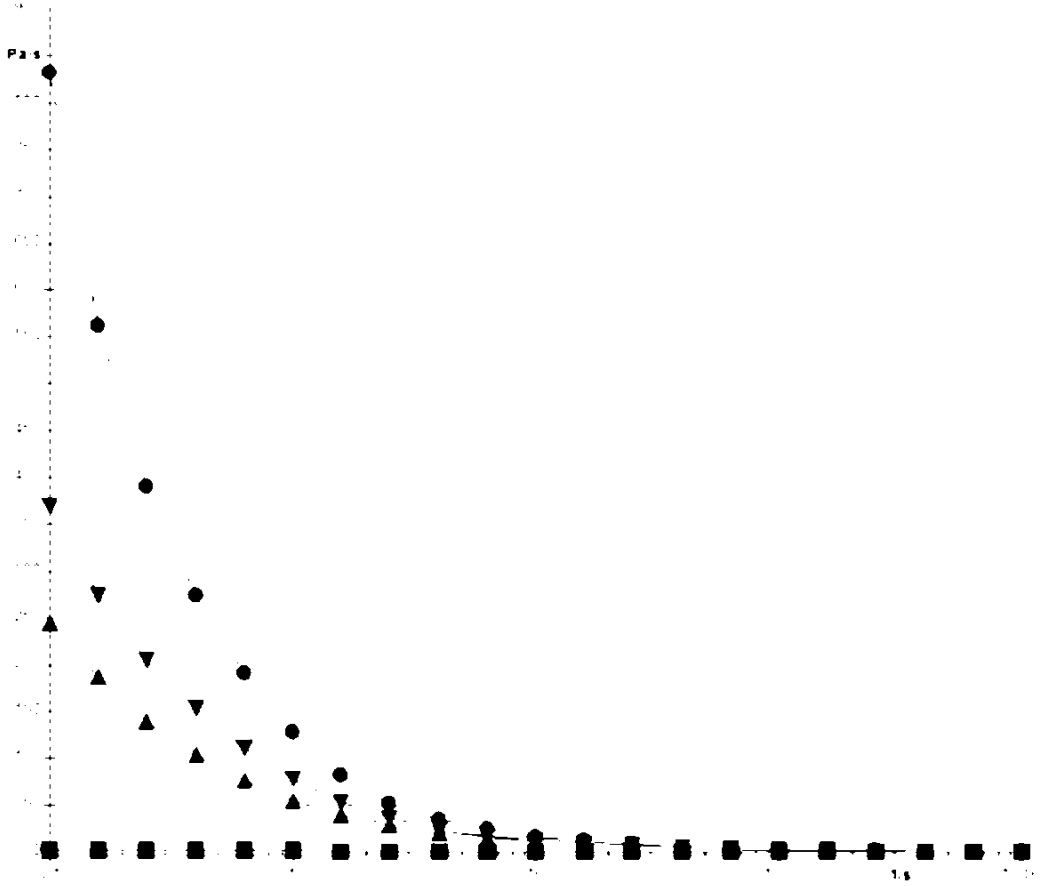
Urün	Çözücü	Yük altında stabilite / $\mu\text{m}$ yaş (kesme sonrası)
Katkısız boş numune	-	30
Karşılaştırma örneği V3	NMP	210
Karşılaştırma örneği V2	Dimetilsülfoksid	210
Ornek a6	Agnique AMD810	270

Tabloda görüldüğü üzere, karşılaştırma örneği V2 ve V3, buluşa uygun üründen daha kötü bir yük altında stabiliteye olanak  
5 vermektedir.

### Test sistemi 3: Bir beyaz lakda viskozite ölçümü

Bu test için – gerektiği taktirde – test edilen tüm ürünler için bileşime ilave miktarda ilgili amid bileşiği katılmak suretiyle katkı bileşiminde

% 23 ağırlık oranında bir üre bileşiği içeriği ayarlanır. 100 ml'lik bir cam şişe içine 50 g Setalux D A 870 BA beyaz lak (Test sistemi 3'e bakınız) konulur ve ardından Dispermat CV tipi bir çözündürme cihazıyla (1000 U/dk. dönüş hızında dişli disk  $d = 2,5$  cm) karıştırma yapılarak her durumda ilgili katkı maddesi buna eklenir. Burada her durumda üre bileşeni (A)'nın % 1,0 ağırlık oranına (lak formülasyonun toplam kütlesine göre) karşılık gelen bir dozaj seçilmiştir. Katkı ilavesi tamamlandıktan sonra 1 dakika daha karıştırma yapılır. Ardından numuneler oda sıcaklığında 1 gün bekletilir ve sonra bir reometrede yapılan CSR-ölçümünde (yani kesme hızının değiştirildiği şartlarda ölçüm) poliol-bileşeninin viskozitesi boş numuneye (reoloji katkısı içermez) kıyasla değerlendirilir. Düşük kesme aralığında viskozite ne kadar yüksekse, ürünün reolojik etkililiği o kadar iyi demektir. Kullanılan reometre: Anton Paar firmasının Physica MCR-301 cihazı, Ölçüm paramatresi: CSR-ölçümü, CP25-1,  $D= 0,1-1000$  1/s, 21 Ölçüm noktaları logaritmik dağılımlı, Ölçüm süresi 105 s,  $T= 23^{\circ}\text{C}$ .



Yatay eksen  $\rightarrow s^{-1}$  birimde kesme hızı

Düşey eksen  $\rightarrow Pa.s$  birimde viskozite  $\eta$ ;

Gösterilen sonuçlar: • Örnek a6, ▲ Karşılaştırma örneği V3,

5 ▼ Karşılaştırma örneği V2, ■ Boş numune

Yukarıdaki viskozite eğrisi, buluşa uygun örnek a6'nın buluşa uygun olmayan karşılaştırma örneklerine kıyasla belirgin ölçüde daha kuvvetli bir viskozite artırıcı etkiye sahip olduğunu göstermektedir.

#### Test sistemi 4: Worléekyd S 366 Şeffaf Lak

- 10 Bu test serisi için – gerektiği takdirde – test edilen tüm ürünler için bileşime ilave miktarda ilgili amid bileşiği katılmak suretiyle katkı bileşiminde % 23 ağırlık oranında bir üre bileşiği içeriği ayarlanır. 100 ml'lik bir cam şişe içine 50 g Worleekyd S366 şeffaf lak konulur ve

ardından Dispermat CV tipi bir çözüldürme cihazıyla (1000 U/dk. dönüş hızında, dişli disk  $d = 2,5$  cm) karıştırma yapılarak her durumda ilgili katkı maddesi buna eklenir. Burada her durumda üre bileşeni (A)'nın % 0,5 ağırlık oranına (lak formülasyonunun toplam kütleline göre) karşılık gelen bir dozaj seçilmiştir. Katkı ilavesi tamamlandıktan sonra 1 dakika daha karıştırma yapılır. Ardından numuneler oda sıcaklığında 1 gün bekletilir ve sonrasında reolojik etkililiğin bir ölçüsü olarak uygulama şartlarında yük altındaki stabilite değerlendirilir. Bunun için numune bir spatulayla homojen şekilde karıştırılır ve sonra 30-300  $\mu\text{m}$  kademli aplikatörle ve BYK-Gardner otomatik aplikatör cihazıyla 5 cm/s hızda kontrast kartlarının üzerine uygulanır. Uygulamadan sonra kontrast kartları kurutma için doğrudan yatay konumda asılır. Kurutma işleminden sonra, lakın akmadığı, yani herhangi bir akmanın veya boncuklanmanın fark edilmediği tabaka kalınlığı  $\mu\text{m}$  yaş birimde tayin edilir. Aynı etken madenin kullanıldığı durumda yük altında stabilite değeri ne kadar yüksek olursa, reolojik etkililik derecesi de o kadar yüksek demektir.

**Lak formülasyonu:**

Worléekyd S 366 60% in Isopar H	80,9
Isopar H	16,0
Nuodex Combi APB	2,6
Borchi Nox M 2	0,3
BYK-066	0,2
	100,0

### Sonuçlar:

Urün	Çözücü	Yük altında stabilite (µm yaş)
Katkısız boş numune	-	< 30
Karşılaştırma örneği V4	NMP	150
Karşılaştırma örneği V5	N-etilpirolidon	240
Örnek a12	N-oktilpirolidon	300
Örnek a13	Benzilpirolidon	300

Tabloda görüldüğü üzere, karşılaştırma örnekleri V4 ve V5 buluşa uygun ürünlere kıyasla daha kötü bir yük altında stabiliteye (yani daha düşük maksimum tabaka kalınlığına) imkân vermektedirler.

### Test sistemi 5: Joncryl SCX8280 / Bütilglükol

Bu test serisi için – gerektiği takdirde – test edilen tüm ürünler için bileşime ilave miktarda ilgili amid bileşiği katılmak suretiyle katkı bileşiminde % 38 ağırlık oranında bir üre bileşiği içeriği ayarlanır. 100 ml'lik bir cam şişe içine 50 g Joncryl SCX8280 ve ayrıca % 5 bütilglükol konulur ve ardından Dispermat CV tipi bir çözündürme cihazıyla (1000 U/dk. dönüş hızında, dişli disk d = 2,5 cm) karıştırma yapılarak her durumda ilgili katkı maddesi buna eklenir. Burada her durumda üre bileşeni (A)'nın % 0,5 ağırlık oranına (lak formülasyonunun toplam kütlesine göre) karşılık gelen bir dozaj seçilmiştir. Katkı ilavesi tamamlandıktan sonra 1 dakika daha karıştırma yapılır. Ardından numuneler oda sıcaklığında 1 gün

bekletilir ve sonrasında reolojik etkililiğin bir ölçüsü olarak uygulama şartlarında yük altındaki stabilite değerlendirilir. Bunun için numune bir spatulayla homojen şekilde karıştırılır ve sonra 30-300 µm kademli aplikatörle ve BYK-Gardner otomatik aplikatör cihazıyla 5 cm/s hızda 5 kontrast kartlarının üzerine uygulanır. Uygulamadan sonra kontrast kartları kurutma için doğrudan yatay konumda asılır. Kurutma işleminden sonra, lakın akmadığı, yani herhangi bir akmanın veya boncuklanmanın fark edilmediği tabaka kalınlığı µm yaş birimde tayin edilir. Aynı etken madenin kullanıldığı durumda yük altında stabilite 10 değeri ne kadar yüksek olursa, reolojik etkililik derecesi de o kadar yüksek demektir. Bunun yanında, kurutma işleminden sonra katkının 30-60 µm seviyesinde düşük tabaka kalınlıklarındaki geçimliliğinin ölçüsü olarak leke oluşumu için görsel değerlendirme yapılır.

#### **Lak formülasyonu:**

<b>Joncryl SCX 8280</b>	<b>95,0</b>
<b>Bütilglikol</b>	<b>5,0</b>
	<b>100,0</b>

#### 15 **Sonuçlar:**

<b>Urün</b>	<b>Çözücü</b>	<b>Yük altında stabilite (µm yaş)</b>	<b>Lekeler (görsel)</b>
Boş numune (çözücüsüz)		90	Hayır
Karşılaştırma	NMP	150	Hayır

Urün	Cözücü	Yük altında stabilite ( $\mu\text{m}$ yaş)	Lekeler (görsel)
örneđi V6			
Karşılaştırma örneđi V7	DMSO	180	Evet
Ornek a11	N-oktilpirolidon	210	Hayır

Tabloda görüldüğü üzere, karşılaştırma örnekleri V6 ve V7 buluşa uygun ürünlere kıyasla daha kötü bir yük altında stabiliteye (yani daha düşük maksimum tabaka kalınlığına) imkân vermektedirler. Ayrıca karşılaştırma örneđi V7’de leke oluşumu eğilimi gözlemlenmiştir.

#### Test sistemi 6: Synthalat W48

Bu test serisi için – gerektiği takdirde – test edilen tüm ürünler için bileşime ilave miktarda ilgili amid bileşiđi katılmak suretiyle katkı bileşiminde % 38 ağırlık oranında bir üre bileşiđi içeriđi ayarlanır. 100 ml’lik bir cam şişe içine 50 g Synthalat W48 (bağlayıcı) konulur ve ardından Dispermat CV tipi bir çözündürme cihazıyla (1000 U/dk. dönüş hızında, dişli disk  $d = 2,5$  cm) karıştırma yapılarak her durumda ilgili katkı maddesi buna eklenir. Burada her durumda üre bileşeni (A)’nın % 1,0 ağırlık oranına (Synthalat W48’in toplam kütesine göre) karşılık gelen bir dozaj seçilmiştir. Katkı ilavesi tamamlandıktan sonra 1 dakika daha karıştırma yapılır. Ardından numuneler oda sıcaklığında 1 gün bekletilir ve sonrasında reolojik etkililiđin bir ölçüsü olarak uygulama şartlarında yük altındaki stabilite değerlendirilir. Bunun için numune bir spatulayla homojen şekilde

karıştırılır ve sonra 30-300 µm kademli aplikatörle ve BYK-Gardner otomatik aplikatör cihazıyla 5 cm/s hızda kontrast kartlarının üzerine uygulanır. Uygulamadan sonra kontrast kartları kurutma için doğrudan yatay konumda asılır. Kurutma işleminden sonra, lakın akmadığı, yani herhangi bir akmanın veya boncuklanmanın fark edilmediği tabaka kalınlığı µm yaş birimde tayin edilir. Aynı etken madenin kullanıldığı durumda yük altında stabilite değeri ne kadar yüksek olursa, reolojik etkililik derecesi de o kadar yüksek demektir.

### **Sonuçlar:**

<b>Urün</b>	<b>Çözücü</b>	<b>Yük altında stabilite (µm yaş)</b>
Boş numune (çözücüsüz)		60
Karşılaştırma örneği V7	Dimetilsülfoksid	150
Karşılaştırma örneği V8	NEP	180
Ornek a10	Benzilpirolidon	210

10

Tabloda görüldüğü üzere, karşılaştırma örnekleri V7 ve V8 buluşa uygun ürünlere kıyasla daha kötü bir yük altında stabiliteye (yani daha düşük maksimum tabaka kalınlığına) imkân vermektedirler. Ayrıca karşılaştırma örneği V7’de nahoş bir sülfür kokusu ortaya çıkmıştır.

15

### **Test sistemi 7: Bir polyester sisteminde anti-ayrılma testi**

İlk olarak her iki bağlayıcı bileşeni Palapreg P 17-02 ve Kraton 1118 bir 175 ml-PE-beher içinde, 4 cm-dişli disk Dispermat CV cihazıyla 1200 U/dak. hızında 1 dak. süreyle homojenleştirilmiştir. Ardından bu

5 karışımın 50 g'ı 175 ml-PE-beher içine konulur ve Dispermat CV tipi bir çözündürme cihazıyla (1000 U/dk. dönüş hızında, dişli disk d = 2,5 cm) karıştırma yapılarak her durumda ilgili katkı maddesi karışıma eklenir. Burada her durumda üre bileşeni (A)'nın % 1,4 ağırlık oranına (Palapreg ve Kraton'un toplam kütlesine göre) karşılık gelen bir dozaj

10 seçilmiştir. Katkı ilavesi tamamlandıktan sonra 2 dakika daha karıştırma yapılır. Ardından numuneler doğrudan 50 ml geçme kapaklı şişelere doldurulur ve oda sıcaklığında beklemeye alınır. 3 gün geçtikten sonra, geçme kapaklı şişedeki toplam dolun yüksekliği temelinde numunelerin % ayrılması ve bunun yanında reolojik

15 etkililiğin ölçüsü olarak jel kuvveti değerlendirilir. Ayrılan fazın yüksekliği ne kadar düşükse, katkının reolojik etkisi o kadar iyi ve neticede bunun her iki bileşenin ayrılmasına karşı kullanım imkânı o kadar yüksek demektir.

#### **Karışımın formülasyonu:**

Palapreg P 17-02	70
Kraton 1118 AS	30
	100

**Sonuçlar:**

<b>Numune</b>	<b>Çözücü</b>	<b>3 gün sonra RT'de (oda sıcaklığı) % dolum yüksekliği olarak ayrılma</b>	<b>N-alkilamid bileşeninin kaynama noktası (°C)</b>	<b>Karışımın rengi</b>
Boş numune - çözücüsüz	-	26	-	Renksiz
Karş.-Orn. V1*	NEP	4	204 +/- 0 (a)	Sarımsak renk
Karş.-Orn. V2	DMSO	0	189 (a)	Belirgin kahverengimsi renklenme
Örnek a4	Pentilpirolidon**	4	261 +/- 9 (a)	Hafif sarımsak renk
Örnek a6	Agnique AM D810	0	291 (b)	Hafif sarımsak renk
Örnek a5	Heksilpirrolidon	0	278 +/- 9 (a)	Hafif sarımsak renk
Örnek a1	N-oktilpirolidon	0	303 (a)	Hafif sarımsak renk

\* Karş.-Orn. V1'in bileşimi, ilave N-etilpirolidon katkısı yoluyla, katkı

<b>Numune</b>	<b>Çözücü</b>	<b>3 gün sonra RT'de (oda sıcaklığı) % dolum yükseklği olarak ayrılma</b>	<b>N-alkilamid bileşeninin kaynama noktası (°C)</b>	<b>Karışımın rengi</b>
---------------	---------------	---	---	------------------------

formülasyonundaki üre bileşiği içeriği % 38 ağırlık oranında olacak şekilde ayarlanmıştır.

\*\* buluşa göre değildir

(a) Kaynak: SciFinder / (b) Kaynak: Ticari ürün bir karışımdır; SciFinder'a göre N,N-dimetildekanamid için verilen değerdir

Tablonun gösterdiği üzere, buluşa uygun örnekler hem mükemmel bir anti-ayrılma etkisine sahiptir, hem de karışımın rengi üzerinde anlamlı bir etki göstermemektedir. Buna ek olarak, buluşa uygun bileşimlerde bulunan N-alkilamidlerin yüksek kaynama noktalarının uygun doymamış polyester sistemlerinde başarılı bir kullanımın ön şartı olduğu ortaya çıkmıştır: Bunlar sıcak şartlarda kürlendiklerinden dolayı ("Kapalı-Kalıp"-SMC olarak adlandırılan uygulama) kolay uçucu bileşenler kullanılamaz, çünkü bunlar bir yandan istenmeyen emisyonlara yol açarken, diğer yandan kaynama prosesinden dolayı mamul parçada istenmeyen gaz kabarcıkları oluşur. Buluşa uygun örnekler 270°C'nin üzerinde kaynama noktalarına sahip olup, yukarıdaki dezavantajların ortaya çıkması beklenmez.

## 15 **Test sistemi 8: Saklama stabilitesi**

Saklama stabilitesini test etmek için ilgili ürünlerin 50 ml numuneleri kapalı cam şişelerde oda sıcaklığında saklanır. 2 aylık aralarla numunelerin dış görünüşü görsel olarak değerlendirilir.

.... sonra dış görünüş

Urün	Uretimden 2 ay	4 ay	6 ay	8 ay	
Karş.-Orn. V4 (% 23'lük)	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Bulanık, homojen değil, Çökelti	Bulanık, homojen değil, Çökelti
Karş.-Orn. V5 (% 23'lük)	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Bulanık, homojen değil, Çökelti
Karş.-Orn. V9: DMSO içinde yaklaşık % 23	Berrak, sıvı, homojen; (2 hafta sonra: bulanık)	Bulanık, homojen değil, Çökelti	Bulanık, homojen değil, Çökelti	Bulanık, homojen değil, Çökelti	Bulanık, homojen değil, Çökelti
Karş.-Orn. V10: NMP içinde % 37'lik	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Bulanık, homojen değil, Çökelti	Bulanık, homojen değil, Çökelti	Bulanık, homojen değil, Çökelti
Karş.-Orn. V11 (% 23'lük)	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Bulanık, homojen değil,

## .... sonra dış görünüş

Urün	Uretimden 2 ay	4 ay	6 ay	8 ay	
				Çökelti	
Karş.-Orn. V12 (% 37'lik)	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Bulanık, homojen değil, Çökelti	Bulanık, homojen değil, Çökelti
Ornek a15 (% 23'lük)	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen
Ornek a16 (% 37'lik)	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen
Ornek a12 (% 23'lük)	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen
Ornek a14 (% 37'lik)	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen	Berrak, sıvı, homojen

Sonuçların gösterdiğine göre buluşa uygun bileşimler, bir yandan, buluşa uygun olmayan karşılaştırma örneklerine nazaran genel itibariyle daha iyi bir saklama stabilitesine sahiptirler. Buna ek olarak, 5 bileşimin bütününde daha yüksek bir üre bileşeni içeriği hayata geçirilebildiği takdirde, buna uygun olarak saklama stabilitesi gösteren bir tek-fazlılığın varolması avantajı ortaya çıkmıştır; tekniğin son

durumunda bilinen ve buluşa uygun olmayan karşılaştırma örneklerinde benzer bir bileşim aralığının (üre bileşeni A'nın alkilamid bileşiği B'ye göre daha yüksek oranlı içeriği) elde edilmesi hiç mümkün değildir.

## TARİFNAME İÇERİSİNDE ATIF YAPILAN REFERANSLAR

Başvuru sahibi tarafından atıf yapılan referanslara ilişkin bu liste, yalnızca okuyucunun yardımı içindir ve Avrupa Patent Belgesinin bir kısmını oluşturmaz. Her ne kadar referansların derlenmesine büyük önem verilmiş olsa da, hatalar veya eksiklikler engellenememektedir ve EPO bu bağlamda hiçbir sorumluluk kabul etmemektedir.

### Tarifname içerisinde atıfta bulunulan patent dökümanları:

- EP 1188779 A [0005] [0026] [0096] [0098] [0100] [0102] [0104] [0106] [0108] [0110] [0112] [0114] [0116] [0118] [0120] [0122] [0124] [0126] [0129] [0131] [0133] [0135] [0137] [0139] [0141] [0143] [0145] [0147] [0149] [0151]
- DE 19919482 A [0005]
- EP 0006252 A [0005] [0026]
- DE 102008059702 A [0005]
- DE 2822908 [0026]
- DE 10241853 [0026]
- DE 19919482 [0026]
- DE 102008059702 [0026]
- EP 2292675 A [0026]
- US 3417114 A [0043]
- US 2667511 A [0043]
- GB 719792 A [0043]
- DE 875807 [0043]
- US 3288794 A [0043]
- US 3751465 A [0043]
- US 3674851 A [0043]
- US 3856791 A [0043]
- WO 2006033117 A2 [0043]
- US 4299840 A [0045]
- WO 1993017787 A1 [0045]
- US 5508396 A [0045]
- US 5986092 A [0045]
- US 5101045 A [0045]
- US 3767644 A [0045]
- US 4814464 A [0045]
- WO 1993016042 A1 [0045]
- WO 2010063358 A1 [0052]

**Tarifnamede belirtilen patentleştirilmemiş literatür:**

- Tetrahedron Letters, 1994, vol. 35, 3313 **[0045]**
- Macromol. Chem. Phys., 1996, vol. 197, 3123 **[0045]**
- Drug Design and Discovery, 1991, vol. 8, 37 **[0045]**
- Studies in Surface Science and Catalysis, 1997, vol. 108, 115-122 **[0045]**
- gamma-Lactames and Larger Ring Lactames. **M. B. SMITH ; HOUBEN-WEYL.** Methods of Molecular Transformations. G. Thieme Verlag, 2005, vol. 21 **[0045]**
- **LACKE ; BESCHICHTUNGEN.** Lösemittel, Weichmacher und Additive. S. Hirzel Verlag, 2007, vol. 4, 81-85 **[0049]**