



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 273 932**

(51) Int. Cl.:

C08K 3/00 (2006.01)

C09D 7/00 (2006.01)

C08J 3/12 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **02004292 .5**

(86) Fecha de presentación : **28.02.2002**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1241211**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **18.09.2002**

(54) Título: **Preparaciones espesativas en forma de polvo y su uso.**

(30) Prioridad: **12.03.2001 DE 101 11 791**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.05.2007

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.05.2007

(73) Titular/es: **Borchers GmbH**
Berghausenerstrasse 100
40764 Langenfeld, DE

(72) Inventor/es: **Manshausen, Peter;**
Sauer, Frank;
Steinhoff, Thomas;
Mazanek, Jan;
Wamprecht, Christian;
Spinger, Christel;
Priesnitz, Uwe y
Happe, Peter

(74) Agente: **Carpintero López, Francisco**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Preparaciones espesativas en forma de polvo y su uso.

5 La invención se refiere a preparaciones espesativas en forma de polvo que pueden incorporarse especialmente bien a sistemas acuosos, y a su uso como aditivos reológicos para espesar preferiblemente sistemas acuosos.

Se describen agentes espesativos basados en poliuretano para sistemas acuosos en numerosas publicaciones (véanse, por ejemplo, los documentos DE-A 1.444.243, DE-A 3.630.319, EP-A-0031777, EP-A-0307775, EP-A-0495373, 10 US-A 4.079.028, US-A 4.155.892, US-A 4.499.233 o US-A 5.023.309).

En estos agentes espesativos del estado de la técnica es común la existencia simultánea de (i) segmentos hidrófilos en una cantidad de al menos 50% en peso, (ii) segmentos hidrófobos en una cantidad de como máximo 10% en peso y (iii) grupos uretano. Por “segmentos hidrófilos” se entienden a este respecto especialmente cadenas poliéter con al 15 menos 5 miembros de cadena, cuyas unidades de óxido de alquileo están compuestas por al menos 60% en moles de unidades de óxido de etileno. Por “segmentos hidrófobos” se entienden a este respecto especialmente segmentos de hidrocarburo con al menos 6 átomos de carbono.

Del documento US 4.436.862 es conocida una composición de agente espesante en forma de polvo que contiene 20 un agente espesante soluble en agua que presenta un grupo uretano, así como un silicato laminar de esmectita.

Estos agentes espesativos de poliuretano son adecuados como agentes coadyuvantes para el ajuste de propiedades reológicas de sistemas acuosos como lacas de automóviles e industriales, tintes de acabado y pintura, tintas de imprenta y textiles, pastas de impresión de pigmentos, preparaciones farmacéuticas y cosméticas, formulaciones para protección 25 de plantas, dispersiones de cargas y demás.

Aunque los agentes espesativos de poliuretano conocidos encuentran una amplia aplicación, presentan desventajas considerables. La mayoría de los productos ofrecidos se ofrecen en forma de preparaciones líquidas, por lo que se genera una dilución de las lacas y/o tintes. Esto actúa negativamente, especialmente en la dosificación de agentes espesativos dado el caso prediluidos a los tintes/laca ya producidos, sobre su contenido en sólidos y otras propiedades. 30 Además, la dosificación exacta de preparaciones espesativas líquidas diluidas, dado el caso a concentraciones <20%, no es posible en muchas instalaciones de producción, o sólo de forma técnicamente costosa.

Otra desventaja, por ejemplo, de las formulaciones espesativas líquidas aproximadamente al 50% se basa en una alta 35 necesidad de espacio no sólo de los productos en forma de suministro, sino especialmente de las mezclas prediluidas (generalmente 1:9). Hay que añadir que las formulaciones espesativas de poliuretano conocidas contienen generalmente disolventes y/o emulsivos, lo que para recubrimientos pobres en COV modernos es desventajoso y además puede generar riesgos para el medio ambiente al ser liberados.

Tampoco los productos compuestos por agentes espesativos al 100% en forma de polvo conocidos hasta ahora 40 son óptimos: frecuentemente pueden incorporarse sólo difícilmente a lacas o tintes y conducen así a la formación de grumos en las mezclas de laca. Además, su actividad a menudo es insuficiente. También la fabricación de agentes espesativos sólidos puede ser difícil, ya que sus ingredientes (principios activos) son en su mayor parte de tipo ceroso a temperatura ambiente, de modo que no puede fabricarse un polvo suelto y estable al almacenamiento.

Estos ejemplos muestran que existe la necesidad de nuevos agentes espesativos en forma de polvo basados en poliuretano que estén en forma de polvo y sean sueltos y estables al almacenamiento, que puedan incorporarse fácilmente 45 y que conduzcan a lacas y/o tintes con buenas propiedades reológicas.

Este objetivo podía conseguirse ahora mezclando el agente espesativo de poliuretano con un vehículo sólido a 50 temperatura ambiente de modo que se obtenga un polvo suelto que pueda incorporarse fácilmente a tintes y/o lacas y otros sistemas acuosos, y éste confiere un comportamiento reológico notable.

Por lo tanto, es objeto de la presente invención una preparación espesativa en forma de polvo fabricado mediante 55 transformación de mezclas compuestas por:

- a) al menos un agente espesativo soluble o dispersable en agua que presenta grupos uretano en una cantidad de 0,5 a 90% en peso, referida a la mezcla total,
- 60 b) al menos una sustancia soluble en agua, sólida a temperatura ambiente, seleccionada entre celulosa, azúcar, hidratos de carbono solubles en agua, sales de (co)polímero soluble en agua de ácido acrílico, metacrílico o aspártico o urea en una cantidad de 0,5 a 90% en peso, referida a la mezcla total, en la que la cantidad total de componentes (a) y (b) asciende al menos al 80% en peso,
- 65 c) eventualmente, un emulsivo no iónico (dado el caso) aromático o alifático
- d) otros coadyuvantes, en la que la proporción en peso de los componentes (c) y (d) se encuentra como máximo en el 20% en peso, referida a la mezcla total.

en una forma disuelta, suspendida o fundida, en la que en caso de transformación en una forma disuelta o suspendida, se adjunta a continuación un procedimiento de secado, y en caso de transformación en una forma fundida, se enfría la mezcla fundida. En todos los casos, se transforman después los sólidos obtenidos, dado el caso mediante molido, en una forma en polvo.

Es también objeto de la invención el uso de esta preparación espesativa para el ajuste de las propiedades reológicas de sistemas acuosos, preferiblemente lacas acuosas de automóviles e industriales, tintes de acabado o de pintura, tintas de imprenta y textiles, pastas de impresión de pigmentos, preparaciones farmacéuticas y cosméticas, formulaciones para protección de plantas, dispersiones de cargas y pigmentos, preparaciones de agentes de lavado, adhesivos, ceras y pulimentos, así como para la extracción de petróleo.

El componente (a) de las preparaciones según la invención está compuesto por agentes espesativos de poliuretano de tipo en sí conocido con segmentos hidrófilos o hidrófobos y grupos uretano.

En el caso del componente (b), se trata de sustancias sólidas a temperatura ambiente solubles en agua que son inertes frente a los sistemas acuosos que se van a espesar.

En el caso de los componentes (b), se trata de al menos una sustancia sólida a temperatura ambiente soluble en agua seleccionada entre celulosa, azúcar, hidratos de carbono solubles en agua, sal de (co)polímero soluble en agua de ácido acrílico, metacrílico o aspártico o urea.

En la elección del componente (b) adecuado, ha de procurarse que no cambie por efecto de fuerzas externas, por ejemplo, agitación, sino que permanezca inerte frente a los sistemas acuosos que se van a espesar. También debe garantizarse la estabilidad térmica en las condiciones de fabricación y procesamiento usadas habitualmente.

En el caso del componente (c), se trata preferiblemente de al menos un compuesto de fórmula I, II y III).

Así, pueden utilizarse como componente (c) compuestos de fórmula (I)



en la que

R representa un resto hidrocarburo aromático y/o alquilaromático de 6 a 50 átomos de carbono que presenta dado el caso sustituyentes, preferiblemente un resto hidrocarburo aromático o alquilaromático de 6 a 40 átomos de carbono que comprende, dado el caso, varios anillos aromáticos y/o presenta sustituyentes inertes,

Q' representa unidades de óxido de alquilenos como las que se forman en la alcoxilación de moléculas iniciadoras que contienen grupos hidroxilo con óxidos de alquilenos C₂-C₄, en la que Q' representa preferiblemente unidades de óxido de etileno y/u óxido de propileno,

x representa un número de 1 a 300, preferiblemente 5 a 100, y de forma especialmente preferida 10 a 30, e

y representa un número de 1 a 20, preferiblemente 1 a 10, y de forma especialmente preferida 1 a 4;

se utilizan además como componente (c) compuestos de fórmula general (II)



en la que

R₂ representa un resto lineal de 6 a 15 átomos de hidrocarburo,

EO, PO significan unidades de óxido de etileno u óxido de propileno,

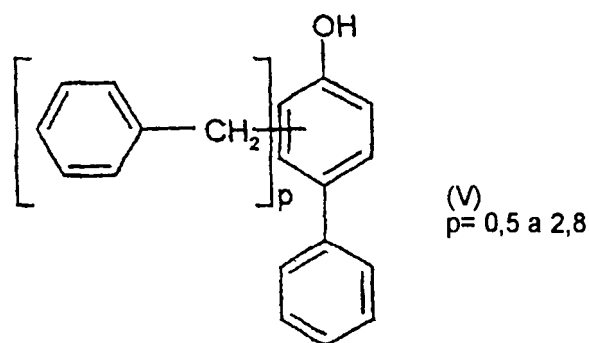
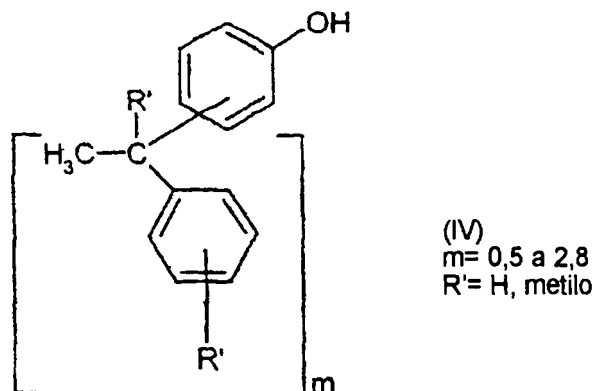
x representa un número de 3 a 20,

y representa un número de 0 a 6.

Se trata en el caso de los componentes (c) de productos de alquilación en sí conocidos de moléculas iniciadoras adecuadas, en los que como óxido de alquilenos se toman en consideración especialmente óxido de etileno, óxido de propileno o los óxidos de butileno isoméricos. Preferiblemente, sin embargo, en el caso de en los óxidos de alquilenos se trata de óxido de etileno o de mezclas de óxido de etileno con óxido de propileno. Básicamente, es posible usar distintos óxidos de alquilenos consecutivamente, de modo que se formen distintos bloques de poliéter.

ES 2 273 932 T3

Las moléculas iniciadoras adecuadas son especialmente los fenoles mono- y polifuncionales correspondientes a la definición dada anteriormente de R, x e y, por ejemplo, fenol y compuestos correspondientes a las siguientes fórmula (IV) y (V)



(m y p son valores medios estadísticos)

Como componente (c), se usan preferiblemente compuestos de fórmula



en la que

R_2 representa un resto alifático dado el caso ramificado y/o insaturado de 6 a 22, preferiblemente 8 a 16, de forma especialmente preferida 8 a 12 átomos de carbono,

y/o un resto cicloalifático de 6 a 10 átomos de carbono,

y/o un resto heterocíclico de 5 a 12, preferiblemente 5 a 7 átomos en el anillo,

así como los formados mediante la separación del hidrógeno activo de los correspondientes alcoholes, aminas, ácidos carboxílicos y/o amidas,

Q_2 representa unidades de óxido de alquileo como se forman en la alcoxilación de moléculas iniciadoras que contienen grupos hidroxilo con óxidos de alquileo C_2-C_4 , en la que Q_2 representa preferiblemente unidades de óxido de etileno y/u óxido de propileno,

x representa un número de 1 a 30, preferiblemente 2 a 20, y de forma especialmente preferida 4 a 10, e

y representa un número de 1 a 10, preferiblemente 1 a 6, y de forma especialmente preferida 1 y 2.

Son moléculas iniciadoras adecuadas para el componente (c), por ejemplo: n-hexanol, n-octanol, isooctanol, n-nonanol, isononanol, n-decanol, undecanolisocianato, undecanol, n-dodecanol, tetradecanol, hexadecanol, así como sus mezclas como se obtienen, por ejemplo, en síntesis técnicas o a partir de productos naturales. Son otros ejemplos ciclohexanol, metilciclohexanol, hidroxitetralina, n-hexilamina, n-octilamina, n-dodecilamina, amida del ácido dodecanoico, caprolactama.

Otros coadyuvantes (d) cutilizados dado el caso son, por ejemplo, alcoholes polifuncionales como, por ejemplo, propilenglicol, dado el caso en mezclas con agua, que pueden servir, entre otras cosas, para la formulación de los componentes individuales. También pueden utilizarse codisolventes como *N*-metilpirrolidona o (mezclas de) disolventes.

En las preparaciones espesativas según la invención, el componente (a) se encuentra en una cantidad de 0,5 a 90, preferiblemente 5 a 70, y de forma especialmente preferida 20 a 60% en peso, referida a la mezcla total, el componente (b) en una cantidad de 0,5 a 90, preferiblemente 5 a 60, de forma especialmente preferida 10 a 40% en peso, referida a la mezcla total, en los que la cantidad total de componentes (a) y (b) asciende al menos a un 80% en peso, preferiblemente al menos a un 90% en peso, referida a la mezcla total.

Además de estos componentes individuales esenciales para la invención, pueden existir otros coadyuvantes (c) y (d) ya citados. Sin embargo, la proporción en peso de estos coadyuvantes se encuentra como máximo en un 20% en peso, referida al peso de la mezcla total.

La fabricación de las preparaciones según la invención puede realizarse de modo en sí conocido. Así, pueden transformarse, por ejemplo, los componentes (a), (b), (c) y (d) en primer lugar en una solución o suspensión acuosa y, después de un procedimiento de secado conocido, por ejemplo, después de un procedimiento de secado por pulverización/secado en lecho fluido, a las preparaciones según la invención. Sin embargo, los componentes (a), (b), (c) y (d) pueden mezclarse íntimamente también en un instrumento de mezcla a temperatura elevada, y a continuación mediante trituración o molienda llevarse a la forma en polvo. Es especialmente adecuada la mezcla de los componentes según la invención a temperatura elevada.

Las preparaciones según la invención listas para su uso constituyen mezclas sólidas fluidas que no se aglomeran tampoco en el almacenamiento. Su vida útil es generalmente al menos igual de extensa que la de la correspondiente preparación líquida.

Las preparaciones según la invención pueden añadirse a los sistemas acuosos que se van a espesar tanto al inicio, durante o también después del proceso de producción. Es especialmente ventajosa en la práctica la posibilidad de adición posterior del agente espesativo según la invención.

Otra ventaja de las preparaciones según la invención se basa en su compatibilidad con los sistemas acuosos que se van a espesar, por ejemplo, tintes en dispersión, lo que posibilita una fácil incorporación del agente espesativo, acortando a la vez, generalmente considerablemente, el denominado tiempo de maduración de las preparaciones espesadas obtenidas, es decir, el tiempo hasta alcanzar la máxima viscosidad posible en comparación con agentes espesativos sólidos al 100%.

Es especialmente remarcable la observación de que el efecto espesativo de las preparaciones según la invención en comparación con las formulaciones líquidas correspondientes no está afectado o sólo insignificamente.

Las preparaciones según la invención son adecuadas para espesar sistemas acuosos o predominantemente acuosos como tintes, pastas de impresión y pigmentos, dispersiones de cargas y pigmentos, coadyuvantes textiles, de cuero y papel, preparación para la extracción de petróleo, preparaciones de agentes de lavado, adhesivos, ceras, para pulimentos, formulaciones con fines farmacéuticos y veterinarios, preparaciones para la protección de plantas, artículos cosméticos y demás. También el agua misma puede espesarse con el agente espesativo de poliuretano según la invención, para mezclarse después dado el caso con otros aditivos, o incluso añadirse a preparaciones acuosas.

Las preparaciones de agente espesativo según la invención son adecuadas no sólo para espesar sistemas acuosos puros, sino también de aquellos sistemas que contienen disolventes orgánicos proporcionalmente u otros aditivos volátiles como, por ejemplo, alcoholes polifuncionales. Por supuesto, los sistemas acuosos que se van a espesar pueden contener en dichos sistemas los coadyuvantes y aditivos habituales como antiespumantes, coadyuvantes de fluidez y nivelación, cargas, pigmentos y similares.

Son ejemplos de sistemas acuosos que pueden espesarse según la invención dispersiones acuosas de poliacrilato, dispersiones acuosas de polimerizados mixtos de monómeros olefinicamente insaturados, dispersiones acuosas de poli (acetato de vinilo), dispersiones acuosas de poliuretano, dispersiones acuosas de poliéster, lacas de 2 componentes y, especialmente, preparaciones listas para usar de dichas dispersiones del tipo y base ya anteriormente reivindicados.

En caso de uso de las preparaciones según la invención para espesar tintes en dispersión, esto conduce a menudo a un desarrollo mejorado de estos sistemas y a una constitución superficial mejorada de las películas fabricadas a partir de dichos tintes en dispersión. Otra ventaja de las preparaciones según la invención se basa en la circunstancia que genera que su uso en tintes en dispersión pigmentados o que contienen cargas a menudo conduce a una humectabilidad mejorada de estos cuerpos sólidos, facilitando el procedimiento de dispersión, es decir, la fabricación del tinte en dispersión listo para usar. Las películas de laca que se fabrican usando tintes en dispersión espesados según la invención se caracterizan por lo demás por un brillo mejorado.

Ejemplos*Fabricación de formulaciones espesativas en forma de polvo*

5 Ejemplo comparativo 1

Se agitan 30 g de sílice pirogénica (Sipernat® 50S) en un vaso de precipitados de plástico con 90 g de disolución espesativa previamente diluida (2 partes de Borchigel® L 76 (Borchers GmbH, Monheim, DE), un agente espesativo de poliuretano obtenible según el documento US-A 5.936.019, ejemplo 4/ 1 parte de agua) con un bastoncillo de madera y a continuación se mezcla homogéneamente en un molino de laboratorio. Se seca esta mezcla en cámara de secado a vacío a 70°C hasta peso constante.

Ejemplo 2

Se mezclan 333,3 g de Borchigen® 630 (Borchers GmbH, Monheim, DE, sal de tetrasodio del ácido D,L-aspartico, n° CAS 144538-83-0) con 100 g de Borchigel® L 76, y se reduce esta mezcla en un rotovaporizador (70°C) hasta viscosidad. Se elimina sobre una cápsula de aluminio adicionalmente el agua en cámara de secado a vacío (70°C), hasta que el producto es duro y ya no es pegajoso. Se tritura después éste en un molino de laboratorio y se seca el gránulo hasta peso constante.

20 Ejemplo 3

Se calientan cuidadosamente a 130°C en un vaso de precipitados de vidrio de 500 ml 50 g de agente espesativo de PUR según el documento EP B 0639595 (correspondiente al documento US-A 5.594.087) y 50 g de urea, hasta que se forma una mezcla fundida homogénea (aprox. 15-20 minutos). A este respecto, ha de procurarse que la temperatura no supere los 133°C para reducir o minimizar la escisión de amoníaco a partir de la urea. Después, puede enfriarse la mezcla fundida durante 1-2 horas, con lo que ésta solidifica.

Después de la solidificación, se tritura esta mezcla fundida en un molino analítico (tipo IKA M20) hasta un polvo de partícula fina. A este respecto, ha de procurarse que el material molido no se caliente demasiado (<50°C) debido a la carga de cizalladura. Finalmente, se libera el producto obtenido mediante tamizado con un tamiz de malla fina (amplitud de malla 1 mm) de las fracciones gruesas eventualmente presentes. El producto precipita en forma de un polvo blanco fino que presenta un punto de fusión de 132-133°C.

Según el mismo principio descrito anteriormente, pueden fabricarse también principios activos espesantes en forma de polvo a partir de sustancias solubles en agua sólidas a TA que presentan una proporción en peso de, por ejemplo, 25% o 65% de principio activo espesante de poliuretano sólido.

Ejemplo comparativo 4

Se disuelven en un vaso de precipitados de vidrio de 250 ml 25 g de agente espesativo de PUR según el documento EP B 0639595 (correspondiente al documento US-A 5.594.087) en 50 g de acetona con calentamiento suave (aprox. 40°C). Se incluyen en esta disolución 75 g de éter de celulosa de modo que se forme una masa pastosa. Se transfiere ésta a una cápsula de evaporación y se seca en una cámara de secado a vacío aprox. 30 minutos (10 kPa/60°C). Se transfiere el sólido resultante mediante mortero a un material de tipo granular de color beige claro, que se reblandece aproximadamente a 65°C. Como éter de celulosa pueden usarse en este momento distintos tipos con diferentes pesos moleculares.

Ejemplo comparativo 5

Se suspenden en un matraz de tres bocas de 1 l con agitación KPG y puentes de destilación situados lateralmente 35 g de agente espesativo de PUR según el documento EP-A 0639595 (correspondiente al documento US-A 5.594.087) y 65 g de urea en 200 ml de etanol. Se somete esta mezcla a una destilación a presión normal, con lo que la suspensión inicial se convierte poco antes del punto de ebullición aproximadamente a 80°C en una solución verdadera. Después de completada la destilación del etanol, se obtiene un sólido blanco quebradizo que se tritura mediante un mortero. Con ayuda de un tamiz de malla fina (amplitud de malla 1 mm), se libera el sólido obtenido de las fracciones gruesas eventualmente presentes. El producto precipita en forma de un polvo blanco fino que se reblandece a una temperatura a partir de 120°C.

Ejemplo comparativo 6

Se suspenden en un vaso de precipitados de vidrio de 250 ml 35 g de agente espesativo de PUR según el documento EP-B 0639595 (correspondiente al documento US-A 5.594.087) y 65 g de urea en 50 g de agua. Se obtiene una mezcla líquida blanquecina turbia que se transfiere a un matraz de una boca de 1 l y se reparte lo más homogéneamente posible sobre la superficie interna puesta a disposición. Se liofiliza la mezcla que se encuentra en el matraz en un recipiente temperado con mezcla de hielo seco/acetona. Se dispone el recipiente así enfriado a alto vacío (<50 Pa) y se elimina mediante sublimación el agua contenida en la mezcla. Después de terminada la eliminación del agua, se obtiene un sólido blanco quebradizo con 35% de proporción de PUR, que se tritura mediante un mortero. Con ayuda de un tamiz de malla fina (amplitud de malla 1 mm), se libera el sólido obtenido de las fracciones gruesas eventualmente presentes. El producto precipita en forma de un polvo blanco que se reblandece a una temperatura a partir de 120°C.

ES 2 273 932 T3

Ejemplo comparativo 7

Se trabajó como se describe en el ejemplo 2, pero se utilizó una relación de Borchigen® 630: Borchigel® L 76 de 1:1 (peso/peso, referida al sólido).

Ejemplo 8

Se trabajó como se describe en el ejemplo 2, pero se utilizó una relación de Borchigen® 630: Borchigel® L 76 de 3:1 (peso/peso, referida al sólido).

Ejemplo comparativo 9

Se trabajó como se describe en el ejemplo 1, pero se utilizó, en lugar de sílice pirogénica, 100 g de carbonato de calcio (Omyacarb Extra CL), así como 16,5 g de espesante de poliuretano según el documento EP-B 0639595 (correspondiente al documento US-A 5.594.087), 2,83 g de emulsionante WN® (Bayer AG), 5,67 g de Levalin® FC (Bayer AG) y 25 g de agua.

Ejemplo 10

Se trabajó como se describe en el ejemplo 1, pero se utilizó, en lugar de sílice pirogénica, 100 g de carbonato de calcio (Omyacarb Extra CL), así como 18,75 g de espesante de poliuretano según el documento EP-B 0639595 (correspondiente al documento US-A 5.594.087), 2,08 g de emulsionante WN (Bayer AG), 4,17 g de Levalin® FD (Bayer AG) y 25 g de agua.

Ejemplo comparativo 11

Se trabajó como se describe en el ejemplo 1, pero se utilizó, en lugar de sílice pirogénica, 50 g de Finntalk® M03, así como 75 g de agente espesativo de poliuretano Borchigel® L 76.

Se recomienda, después de la premezcla de ambos productos, presecar en primer lugar esta mezcla en cámara de secado a 80°C y sólo entonces triturar.

Ejemplo comparativo 12

Se trabajó como en el ejemplo 1, pero se utilizó, en lugar de sílice pirogénica, 100 g de Blanc fix micro, así como 50 g de agente espesativo de poliuretano Borchigel® L 76.

Ejemplo comparativo 13

Se trabajó como se describe en el ejemplo 1, pero se utilizó, en lugar de sílice pirogénica, 100 g de Calcigloss® GU, así como 50 g de agente espesativo de poliuretano Borchigel® L 75 N (agente espesativo de poliuretano con principio activo según el documento US-A 5.378.756, ejemplo 6, formulado como se describe en el documento US-A 5.378.756, ejemplo 4).

Ejemplo comparativo 14

Se trabajó como en el ejemplo 2, pero se utilizó, en lugar de Borchigen® 630, 500 g de Borchigen® NA20 (una solución acuosa de un polímero de acrilato basado en acrilato de amonio), así como 133 g de agente espesativo de poliuretano Borchigel® L 76.

Ensayo de aplicación técnica de las formulaciones espesativas según la invención

Fabricación de los tintes de pintura

Se dispersan en un matraz de 1.000 ml con 100 g de perlas de vidrio (Ø: 3 mm) los siguientes componentes en Skandex durante 30 min:

A.	AMP (aminometilpropanol)	1,25 g
	Borchigen® ND*) (al 25% en H ₂ O)	6,8 g
	Antiespumante Neocryl® AP 2860 (al 20%)	1,6 g
	TiO ₂ RHD-2 (compañía Tioxide)	112,5 g
	Metoxibutanol	8,5 g
	Propilenglicol	8,5 g
	Butildiglicol	8,5 g
	H ₂ O	22,35
B.	después, se dispersa tras la adición de	
	H ₂ O	50,0
	Neocryl® KX 62 (al 42%)	270,0 g

ES 2 273 932 T3

durante otros 30 min. Se libera el tinte de las perlas de vidrio y después de un tiempo de maduración de aproximadamente 12 horas se sigue ensayando.

^{*)} (2-(2-butoxi)etildihidrogenofosfato de *N,N*-dimetilciclohexilamino, n° CAS 94200-24-5)

La formulación espesativa según la invención puede dosificarse a la mezcla A o añadirse con agitación a la laca lista. En este último caso, se agita posteriormente durante 15 min a 1.600 rpm con agitación convencional.

Se estima visualmente la velocidad de disolución (capacidad de agitación de las preparaciones espesativas según la invención) según una escala de 1 (muy buena) a 5 (muy mala). Se midió la viscosidad del tinte con el miembro de medida SV DIN Haake VT 550 a $10,3 \text{ s}^{-1}$ o con el Rheostress® RS1 (geometría de medida placa/placa) a 10.000 s^{-1} .

En la Tabla 1 se indican los ensayos de aplicación técnica con las preparaciones espesativas según la invención en los tintes de pintura anteriores. Muestran las excelentes propiedades de las nuevas preparaciones para espesar sistemas acuosos.

TABLA 1

Preparación espesativa según el ejemplo	Dosificación [g] (*)	Capacidad de agitación	Viscosidad a $D=10,3 \text{ s}^{-1}$ [mPa.s]
1	2,0	2	15.600
2	3,0	2-3	13.300
3	1,0	2	14.500
4	1,0	2-3	16.800
5	1,0	1-2	15.000
6	1,0	1-2	14.800
7	2,0	3-4	12.350
8	4,0	1-2	16.650
9	3,76	2	10.200
10	3,33	3	12.800
11	2,33	3	11.000
12	5,0	2	16.750
13	5,0	1-2	8.950
14	1,5	1	6.950

Ejemplos comparativos	Dosificación [g] (*)	Capacidad de agitación	Viscosidad a $D=10,3 \text{ s}^{-1}$ [mPa.s]
1 Borchigel® L 76 (líquido)	2,0	2	15.000
2 Coatex® BR 910 (sólido)	0,5	5 (grumoso)	5.500

(*) ref. a 100 g de laca (componente A + B)

REIVINDICACIONES

1. Preparaciones espesativas en forma de polvo, fabricadas mediante transformación de mezclas compuestas por

- a) al menos un agente espesativo soluble o dispersable en agua que presenta grupos uretano en una cantidad de 0,5 a 90% en peso, referida a la mezcla total,
- b) al menos una sustancia soluble en agua sólida a temperatura ambiente, seleccionada entre celulosa, azúcar, hidratos de carbono solubles en agua, sales de (co)polímero soluble en agua de ácido acrílico, metacrílico o aspártico o urea en una cantidad de 0,5 a 90% en peso, referida a la mezcla total, en las que la cantidad total de componentes (a) y (b) asciende al menos al 80% en peso,
- c) dado el caso, un emulsivo no iónico (dado el caso) aromático o alifático,
- d) otros coadyuvantes, en las que la proporción en peso de los componentes (c) y (d) se encuentra como máximo en el 20% en peso, referida a la mezcla total.

en una forma disuelta, suspendida o fundida, en las que en caso de transformación en una forma disuelta o suspendida, se conecta a continuación un procedimiento de secado, y en caso de transformación en una forma fundida, se enfría la mezcla fundida, y se transforman después los sólidos obtenidos, dado el caso mediante molienda, en una forma en polvo.

2. Uso de las preparaciones espesativas según la reivindicación 1 para el ajuste de propiedades reológicas de sistemas acuosos.

3. Uso de las preparaciones espesativas según las reivindicaciones 1 y 2 en lacas acuosas de automóviles e industriales, tintes de acabado y pintura, tintas de imprenta y textiles, pastas de impresión de pigmentos, formulaciones acuosas farmacéuticas y cosméticas, formulaciones para la protección de plantas, dispersiones de cargas y pigmentos, preparaciones de agentes de lavado, adhesivos, ceras y pulimentos, así como para la extracción de petróleo.

4. Procedimiento para la fabricación de preparaciones espesativas según la reivindicación 1, **caracterizado** porque mezclas compuestas por

- a) al menos un agente espesativo soluble o dispersable en agua que presenta grupos uretano en una cantidad de 0,5 a 90% en peso, referida a la mezcla total,
- b) al menos una sustancia soluble en agua sólida a temperatura ambiente seleccionada entre celulosa, azúcar, hidratos de carbono solubles en agua, sales de (co)polímero soluble en agua de ácido acrílico, metacrílico o aspártico o urea en una cantidad de 0,5 a 90% en peso, referida a la mezcla total, en las que la cantidad total de componentes (a) y (b) asciende al menos al 80% en peso,
- c) dado el caso, un emulsivo no iónico (dado el caso) aromático o alifático,
- d) otros coadyuvantes, en las que la proporción en peso de los componentes (c) y (d) se encuentra como máximo a 20% en peso, referida a la mezcla total.

se transforman en una forma disuelta, suspendida o fundida, en el que en caso de transformación en una forma disuelta o suspendida, se conecta a continuación un procedimiento de secado, y en caso de transformación en una forma fundida, se enfría la mezcla fundida, y se transforman después los sólidos obtenidos, dado el caso mediante molienda, en una forma en polvo.