

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 982 030**

51 Int. Cl.:

C08G 18/75 (2006.01)
C08G 18/76 (2006.01)
C08G 18/79 (2006.01)
C08G 18/22 (2006.01)
C08G 18/28 (2006.01)
C09D 175/04 (2006.01)
C08G 18/73 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.07.2019** **PCT/EP2019/069198**
87 Fecha y número de publicación internacional: **30.01.2020** **WO20020714**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.07.2019** **E 19739997 (5)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2024** **EP 3827042**

54 Título: **Compuesto multiaziridinico**

30 Prioridad:

23.07.2018 EP 18184969

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.10.2024

73 Titular/es:

COVESTRO (NETHERLANDS) B.V. (100.0%)
Urmonderbaan 22
6167 RD Geleen, NL

72 Inventor/es:

OVERBEEK, GERARDUS CORNELIS;
STALS, PATRICK JOHANNES MARIA;
VAN DER ZWAAG, DAAN y
BÜCKMANN, ALFRED JEAN PAUL

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 982 030 T3

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

DESCRIPCIÓN

Compuesto multiaziridínico

5 La presente invención se refiere a compuestos con al menos dos grupos aziridinilo que pueden utilizarse, por ejemplo, para la reticulación de, por ejemplo, polímeros funcionales de ácido carboxílico disueltos y/o dispersos en un medio acuoso.

10 A lo largo de los años, la necesidad de revestimientos con resistencias mejoradas, como resistencia a las manchas y a los disolventes, propiedades mecánicas mejoradas y mayor fuerza adhesiva es cada vez mayor. Una o varias de esas propiedades pueden elevarse a un nivel superior por medio de la reticulación. A lo largo de los años se han estudiado muchos mecanismos de reticulación y, para las dispersiones acuosas, los más útiles incluyen la reticulación con isocianato de dispersiones con hidroxilo funcional, la reacción entre carbodiimida y ácido carboxílico, la reticulación con epoxi y la reticulación por medio de reticulantes basados en aziridina.

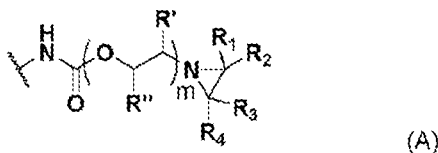
15 El documento US-A-5133997 describe composiciones de revestimiento que comprenden una dispersión acuosa de resinas de uretano alifático lineal, un tensioactivo aniónico y un agente reticulante capaz de facilitar el curado de dicha resina. Como agente reticulante se utiliza tris(2-metil-1-aziridinopropionato) de trimetilolpropano, número CAS 64265-57-2, un reticulante polifuncional de aziridina, muy conocido y activo para reticular polímeros funcionales de ácido carboxílico. Sin embargo, este reticulante tiene un perfil genotóxico desfavorable. El documento US-A-2015/118501 se refiere a recubrimientos antivaho que comprenden dispersiones poliméricas acuosas y reticulantes utilizados para revestir sustratos. El documento US-A-3763132 se refiere a composiciones curables que comprenden polímeros terminados en carboxilo y aziridinas útiles, por ejemplo, para aplicaciones de revestimiento. El documento US-A-3523750 se refiere a un proceso para modificar sustratos proteínicos que comprende tratar dichos sustratos con reactivos de aziridina polifuncionales, y calentar el sustrato tratado hasta que se produce la modificación deseada. El documento US-A-5241001 se refiere a composiciones de revestimiento sin isocianato que contienen un polímero y/u oligómero con al menos dos grupos aziridina específicos y un segundo polímero. El documento US-A-5258481 se refiere a composiciones multifuncionales dispersables en agua, su preparación y el uso de dicha composición como agente reticulante en una dispersión, emulsión o solución de un polímero que contiene grupos carboxílicos.

20 En la industria existe la necesidad de mejorar el perfil de seguridad, salud y medio ambiente de los adhesivos, tintas y revestimientos, así como de las sustancias utilizadas para preparar adhesivos, tintas y revestimientos. La genotoxicidad describe la propiedad de los agentes químicos o físicos que provocan cualquier tipo de daño en el ADN, que no siempre puede dar lugar a una mutación transmisible. La mutagenicidad se refiere a la inducción de cambios permanentes y transmisibles en el ADN (como la composición del ADN o la estructura cromosómica), que se mantienen en la división de las células somáticas y se transmiten a la progenie en las células germinales. La genotoxicidad no debe confundirse con la mutagenicidad. Todos los mutágenos son genotóxicos, mientras que no todas las sustancias genotóxicas son mutágenas.

25 El objeto de la presente invención es proporcionar un compuesto con al menos dos grupos aziridinilo que tenga una genotoxicidad reducida en comparación con el tris(2-metil-1-aziridinepropionato) de trimetilolpropano. Los compuestos con al menos dos grupos aziridinilo se denominan en la presente memoria descriptiva compuestos multiaziridínicos.

30 Este objeto sorprendentemente se ha conseguido proporcionando un compuesto multiaziridínico que tiene:

35 a) de 2 a 6 de las siguientes unidades estructurales (A):



40 por medio de

R_1 es H;

45 R_2 y R_4 se eligen independientemente entre H, un grupo lineal que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos en la cadena, un grupo ramificado o cíclico que contiene de 3 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos en la cadena, fenilo, bencilo o piridinilo;

50 R_3 es un grupo lineal que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos en la cadena, un grupo ramificado o cíclico que contiene de 3 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos en la cadena, fenilo, bencilo o piridinilo;

o R_2 y R_3 , en caso de que R_2 sea distinto de H, pueden formar parte del mismo grupo cíclico que contenga de 3 a 8 átomos de carbono;

R' es H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, preferentemente R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, más preferentemente R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 2 átomos de carbono, y

R'' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo cicloalifático que contiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, $CH_2-O-(C=O)-R'''$, CH_2-O-R'''' , o $CH_2-(OCR''''HCR''''H)_n-OR''''$, donde R''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono y R'''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono o un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, n de 1 a 35, siendo R'''' independientemente H o un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 12 átomos de carbono y R'''' un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 4 átomos de carbono;

o R' y R'' pueden formar parte del mismo grupo hidrocarburo cicloalifático saturado que contenga de 5 a 8 átomos de carbono;

m es un número entero de 1 a 6.

b) una o más cadenas de enlace en las que cada una de estas cadenas de enlace une dos de las unidades estructurales A y en las que la cadena de enlace es la cadena más corta de átomos consecutivos que une dos unidades estructurales A; y

c) un peso molecular determinado por medio de espectroscopia de masas MALDI-TOF como se describe en la descripción en el intervalo de 600 Daltons a 5000 Daltons.

Sorprendentemente, se ha descubierto que los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención tienen una genotoxicidad reducida en comparación con el tris(2-metil-1-aziridinopropionato) de trimetilolpropano. Los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención muestran una genotoxicidad inducida débilmente positiva o incluso no muestran genotoxicidad, es decir, muestran un nivel de genotoxicidad comparable con el fondo natural.

La genotoxicidad puede medirse por medio de el ensayo ToxTracker® (Toxys, Leiden, Países Bajos), como se describe más adelante en la presente memoria descriptiva. El ensayo ToxTracker® se puede aplicar a sustancias puras o a composiciones que son los productos directos obtenidos en la preparación de compuestos multiaziridínicos de la invención. En el contexto de la presente memoria descriptiva, por "genotoxicidad inducida positiva" se entiende que el nivel de inducción de los biomarcadores Bsc12-GFP y Rtkn-GFP es igual o superior a 2 veces en al menos uno de los 10, 25 y 50% de citotoxicidad en ausencia o presencia del sistema metabolizador extracto de hígado de rata S9. En el contexto de la presente memoria descriptiva, por "genotoxicidad inducida débilmente positiva" se entiende que el nivel de inducción de los biomarcadores Bsc12-GFP y Rtkn-GFP es superior a 1,5 veces e inferior a 2 veces en al menos uno de los 10, 25 y 50% de citotoxicidad (pero inferior a 2 veces en 10, 25 y 50% de citotoxicidad) en ausencia o presencia de sistemas metabolizadores basados en extracto de hígado de rata S9 (ratas inducidas con aroclor1254, Moltox, Boone, NC, EE.UU.). En el contexto de la presente memoria descriptiva, por "genotoxicidad comparable con el fondo natural" se entiende que el nivel de inducción de los biomarcadores Bsc12-GFP y Rtkn-GFP es inferior o igual a 1,5 veces al 10, 25 y 50% de citotoxicidad en ausencia y presencia de sistemas metabolizadores basados en extracto de hígado de rata S9 (ratas inducidas con aroclor1254, Moltox, Boone, NC, EE.UU.). El nivel de inducción de los reporteros de genotoxicidad Bsc12-GFP y Rtkn-GFP es preferentemente inferior o igual a 1,5 veces al 10, 25 y 50% de citotoxicidad en ausencia y presencia de sistemas metabolizadores basados en extracto de hígado de rata S9 (ratas inducidas con aroclor1254, Moltox, Boone, NC, EE.UU.). Una sustancia que muestra un nivel de inducción inferior o igual a 1,5 veces al 10, 25 y 50% de citotoxicidad en ausencia y presencia de sistemas metabolizadores basados en extracto de hígado de rata S9 (ratas inducidas con aroclor1254, Moltox, Boone, NC, EE.UU.) no es genotóxica.

Para todos los límites superior e/o inferior de cualquier intervalo dado en la presente memoria descriptiva, el valor límite se incluye en cada intervalo dado, a menos que específicamente se indique de otra forma. De este modo, cuando se dice de x a y, significa incluir x e y y también todos los valores intermedios.

El término "composición de revestimiento" abarca, en la presente descripción, composiciones de pintura, revestimiento, barniz, adhesivo y tinta, sin que esta lista sea limitativa. El término "grupo hidrocarburo alifático" se refiere a los grupos alquilo, alqueno y alquino opcionalmente ramificados. El término "grupo hidrocarburo cicloalifático" se refiere al grupo cicloalquilo y cicloalqueno opcionalmente sustituido con al menos un grupo hidrocarburo alifático. El término "grupo hidrocarburo aromático" se refiere a un anillo bencénico opcionalmente sustituido con al menos un grupo hidrocarburo alifático. Estos grupos de hidrocarburos alifáticos opcionalmente sustituidos son preferentemente grupos alquilo. Ejemplos de grupos hidrocarburos cicloalifáticos con 7 átomos de carbono son el cicloheptilo y el ciclohexilo sustituido por metilo.

Un ejemplo de grupo hidrocarburo aromático con 7 átomos de carbono es el fenilo sustituido por metilo. Ejemplos de grupos de hidrocarburos aromáticos con 8 átomos de carbono son el xililo y el fenilo sustituido por etilo.

5 Aunque las unidades estructurales (A) presentes en el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención pueden tener independientemente diferentes R_2 , R_3 , R_4 , R' , R'' y/o m , las unidades estructurales (A) presentes en el compuesto multiaziridínico son preferentemente idénticas entre sí.

10 El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención se obtiene normalmente en una composición en la que, junto al compuesto multiaziridínico, pueden estar presentes los restantes materiales de partida, productos secundarios y/o disolvente utilizados para preparar los compuestos multiaziridínicos. La composición puede contener sólo un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención, pero también puede contener más de un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención. Las mezclas de compuestos multiaziridínicos se obtienen, por ejemplo, cuando se utiliza una mezcla de poliisocianatos como material de partida.

15 El compuesto de uretano aziridina de acuerdo con la invención contiene de 2 a 6 de las unidades estructurales (A), preferentemente de 2 a 4 de las unidades estructurales (A), más preferentemente 2 o 3 unidades estructurales (A).

20 R_2 y R_4 se eligen independientemente entre H, un grupo lineal que contiene de 1 a 8 átomos de carbono que contiene opcionalmente uno o más heteroátomos (preferentemente seleccionados entre N, S y O) en la cadena, un grupo ramificado o cíclico que contiene de 3 a 8 átomos de carbono que contiene opcionalmente uno o más heteroátomos (preferentemente seleccionados entre N, S y O) en la cadena, fenilo, bencilo o piridinilo. En caso de que R_2 sea distinto de H, R_2 y R_3 pueden formar parte del mismo grupo cíclico que contenga de 3 a 8 átomos de carbono, preferentemente del mismo grupo hidrocarburo cicloalifático saturado que contenga de 3 a 8 átomos de carbono. Preferentemente, R_2 y R_4 se eligen independientemente entre H, un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 8 átomos de carbono o un grupo hidrocarburo cicloalifático que contiene de 3 a 8 átomos de carbono. Más preferentemente, R_2 y R_4 se eligen independientemente entre H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 4 átomos de carbono. Más preferentemente, R_2 y R_4 se eligen independientemente entre H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 2 átomos de carbono.

30 R_3 es un grupo lineal que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos (preferentemente seleccionados entre N, S y O) en la cadena, un grupo ramificado o cíclico que contiene de 3 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos (preferentemente seleccionados entre N, S y O) en la cadena, fenilo, bencilo o piridinilo. R_3 es preferentemente un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 8 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo cicloalifático que contiene de 3 a 8 átomos de carbono, fenilo, bencilo o piridinilo. R_3 es más preferentemente un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

35 En una realización preferente de la invención, R_2 es H, R_3 es C_2H_5 y R_4 es H. En otra realización más preferente de la invención, R_2 es H, R_3 es CH_3 y R_4 es H o CH_3 . En otra realización aún más preferente de la invención, R_2 es H, R_3 es CH_3 y R_4 es H.

40 El m es un número entero de 1 a 6, preferentemente el m es de 1 a 4, más preferentemente el m es 1 o 2 y más preferentemente el m es 1.

45 R' es H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, preferentemente un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono. R' es preferentemente H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono. Más preferentemente, R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 2 átomos de carbono. Más preferentemente R' es H.

50 R'' es preferentemente un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 8 átomos de carbono (más preferentemente de 1 a 4 átomos de carbono), un grupo hidrocarburo cicloalifático que contiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, $CH_2-O-(C=O)-R'''$, CH_2-O-R''' , or $CH_2-(OCR''''HCR''''H)_n-OR''''$, en el que R''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono y R'''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono o un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, siendo n de 1 a 35, preferentemente de 6 a 20, siendo R'''' independientemente H o un grupo metilo y R'''' un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 4 átomos de carbono y preferentemente un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, o R' y R'' pueden formar parte del mismo grupo hidrocarburo cicloalifático saturado que contenga de 5 a 8 átomos de carbono. Más preferentemente, R'' es H, un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, $CH_2-O-(C=O)-R'''$, CH_2-O-R''' , or $CH_2-(OCR''''HCR''''H)_n-OR''''$, en el que R''' es un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono y R'''' es un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, siendo n de 1 a 35, siendo R'''' independientemente H o un grupo metilo y R'''' un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;

60 o R' y R'' pueden formar parte del mismo grupo hidrocarburo cicloalifático saturado que contenga de 5 a 8 átomos de carbono.

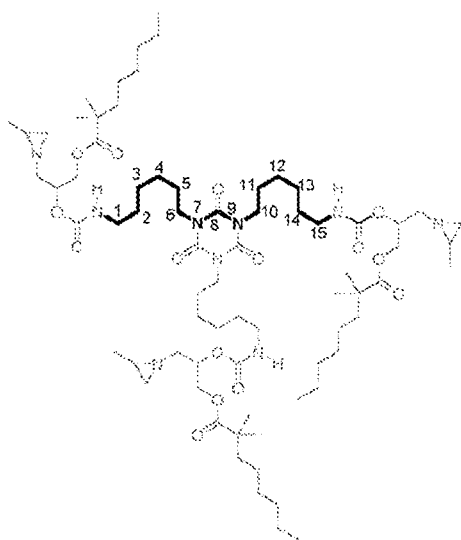
65

Más preferentemente, R' es H y R'' es un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, CH₂-O-(C=O)-R''', CH₂-O-R''', o CH₂-(OCH₂CH₂)_n-OCH₃ en el que R''' es preferentemente un grupo alquilo que contiene de 3 a 12 átomos de carbono, más preferentemente un grupo alquilo ramificado con de 3 a 12 átomos de carbono, tal como por ejemplo neopentilo o neodecilo. Más preferentemente R''' es un alquilo C₉ ramificado. R'''' es preferentemente un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono. Ejemplos no limitados de R'''' son el etilo, el butilo y el 2-etilhexilo.

El peso molecular del compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención es de 600 a 5000 Daltons. El peso molecular del compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención es preferentemente como máximo 3800 Daltons, más preferentemente como máximo 3600 Daltons, más preferentemente como máximo 3000 Daltons, más preferentemente como máximo 1600 Daltons, incluso más preferentemente como máximo 1200 Daltons. El peso molecular del compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención es preferentemente de al menos 700 Daltons, más preferentemente de al menos 800 Daltons, aún más preferentemente de al menos 840 Daltons y más preferentemente de al menos 1000 Daltons. Tal como se utiliza en la presente memoria descriptiva, el peso molecular del compuesto multiaziridínico es el peso molecular calculado. El peso molecular calculado se obtiene sumando las masas atómicas de todos los átomos presentes en la fórmula estructural del compuesto multiaziridínico. Si el compuesto multiaziridínico está presente en una composición que comprende más de un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención, por ejemplo cuando uno o más de los materiales de partida para preparar el compuesto multiaziridínico es una mezcla, el cálculo del peso molecular puede realizarse para cada compuesto individualmente presente en la composición. El peso molecular del compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención puede medirse por medio de espectrometría de masas MALDI-TOF, tal como se describe en la parte experimental más adelante.

El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención comprende una o más cadenas de enlace en las que cada una de estas cadenas de enlace une dos de las unidades estructurales A. Las cadenas de enlace presentes en el compuesto multiaziridínico constan preferentemente de 2 a 300 átomos, más preferentemente de 5 a 250 y más preferentemente de 6 a 100 átomos. Los átomos de las cadenas de enlace son preferentemente C, N, O, S y/o P, preferentemente C, N y/o O.

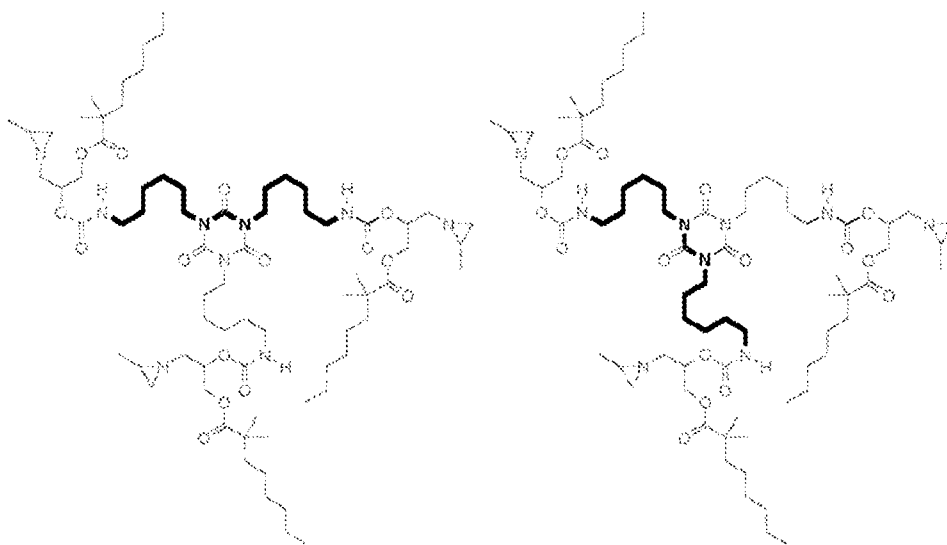
Una cadena de enlace es la cadena más corta de átomos consecutivos que une dos unidades estructurales A. El siguiente dibujo muestra, para un ejemplo de un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención, la cadena de enlace entre dos unidades estructurales A.



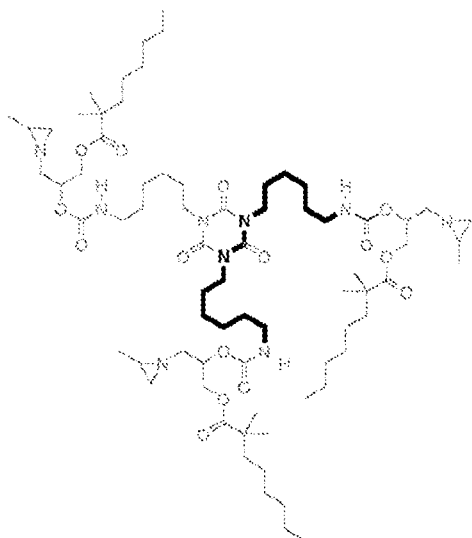
Dos cualesquiera de las unidades estructurales A presentes en el compuesto multiaziridínico de la invención están enlazadas por medio de una cadena de enlace tal como se define en la presente memoria descriptiva. Por consiguiente, cada unidad estructural A presente en el compuesto multiaziridínico de la invención está unida a cada otra unidad estructural A por medio de una cadena de enlace como se define en la presente memoria descriptiva. En caso de que el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención tenga dos unidades estructurales A, el compuesto multiaziridínico tiene una cadena de enlace de este tipo que une estas dos unidades estructurales.

En caso de que el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención tenga tres unidades estructurales A, el compuesto multiaziridínico tiene tres cadenas de enlace, por lo que cada una de las tres cadenas de enlace está enlazando una unidad estructural A con otra unidad estructural A, es decir, una primera unidad estructural A está enlazada con una segunda unidad estructural A a través de una cadena de enlace y la primera y segunda unidades estructurales A están ambas independientemente enlazadas con una tercera unidad estructural A a través de sus respectivas cadenas de enlace. Los dibujos siguientes muestran para un ejemplo de un compuesto multiaziridínico que tiene tres unidades

estructurales A, las tres cadenas de enlace por las que cada una de las tres cadenas de enlace enlaza dos unidades estructurales A.



5



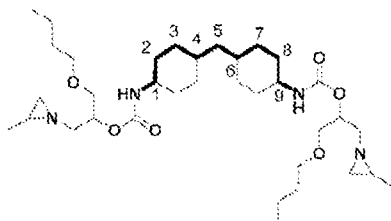
Los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención con más de dos unidades estructurales A tienen un número de cadenas de enlace de acuerdo con la siguiente ecuación:

10

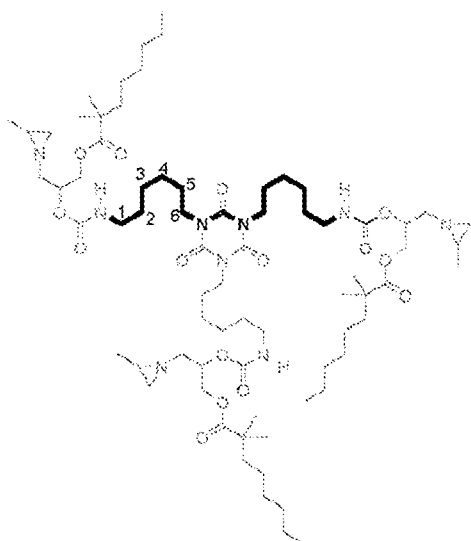
$LC = \{(AN-1) \times AN\} / 2$, donde LC= el número de cadenas de enlace y AN = el número de unidades estructurales A en el compuesto multiaziridínico. Así, por ejemplo, si hay 5 unidades estructurales A en el compuesto multiaziridínico, AN = 5; lo que significa que hay $\{(5-1) \times 5\} / 2 = 10$ cadenas de enlace.

15

Preferentemente, el número de átomos C consecutivos y opcionalmente de átomos O entre el átomo N del grupo uretano de una unidad estructural A y el siguiente átomo N que está presente en la cadena de enlace o que es el átomo N del grupo uretano de otra unidad estructural A es como máximo 9, como se muestra por ejemplo en los siguientes compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención.

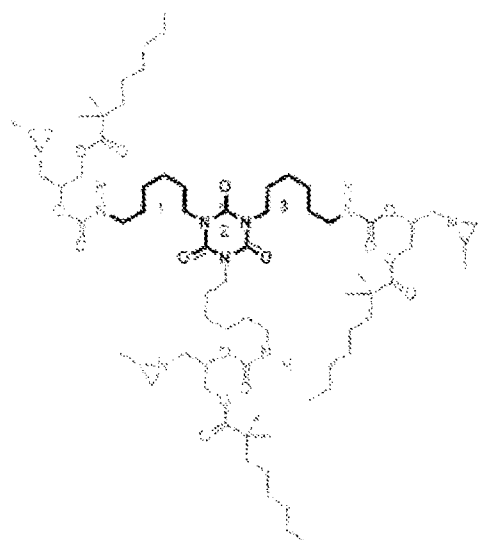


20

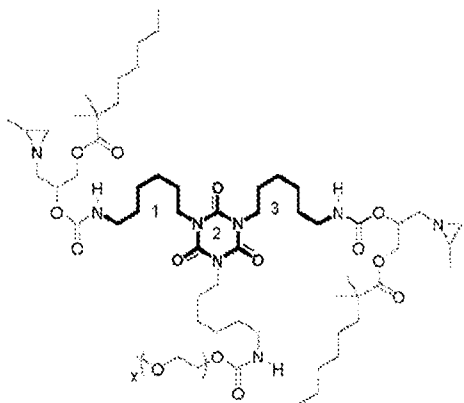


El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención comprende preferentemente uno o más grupos de conexión en los que cada uno de estos grupos de conexión conecta dos de las unidades estructurales A, por lo que un grupo de conexión se define como el conjunto de funcionalidades consecutivas (funcionalidades de acuerdo con se definen en la presente memoria descriptiva) que conectan dos unidades estructurales A. En la presente invención, los grupos de conexión consisten preferentemente en al menos una funcionalidad seleccionada del grupo que consiste en funcionalidad de hidrocarburo alifático (que contiene preferentemente de 1 a 8 átomos de carbono), funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (que contiene preferentemente de 4 a 10 átomos de carbono), funcionalidad de hidrocarburo aromático (que contenga preferentemente de 6 a 12 átomos de carbono), funcionalidad de isocianurato, funcionalidad de iminooxadiazindiona, funcionalidad de éter, funcionalidad de éster, funcionalidad de amida, funcionalidad de carbonato, funcionalidad de uretano, funcionalidad de urea, funcionalidad de biuret, funcionalidad de alofanato, funcionalidad de uretdiona y cualquier combinación de las mismas.

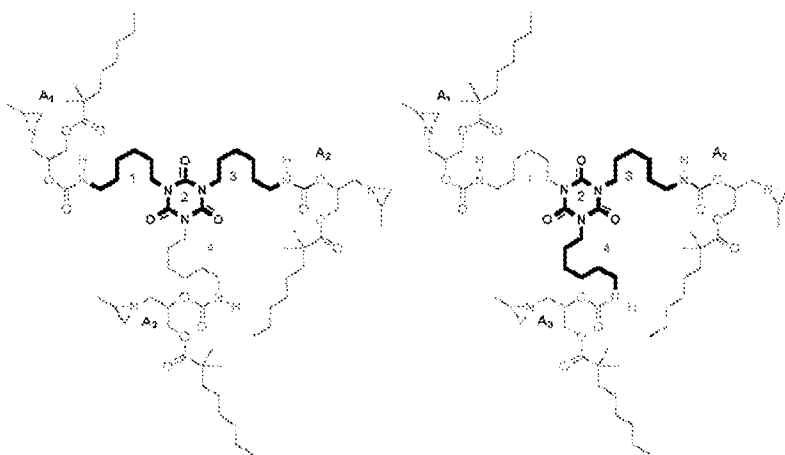
El siguiente dibujo muestra en negrita un grupo de conexión para un ejemplo de un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención. En este ejemplo, el grupo de conexión que une dos de las unidades estructurales A está formado por el conjunto de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático 1 (un C_6H_{12} lineal), funcionalidad de isocianurato 2 (un $C_3N_3O_3$ cíclico) y funcionalidad de hidrocarburo alifático 3 (un C_6H_{12} lineal).

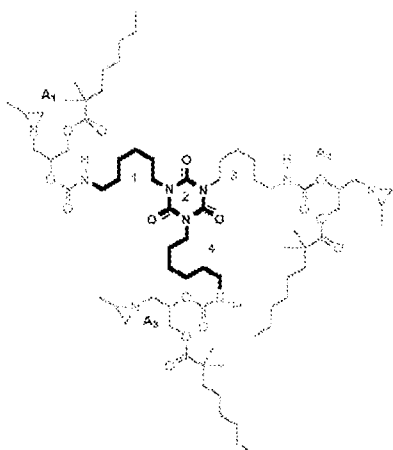


El siguiente dibujo muestra en negrita el grupo de conexión para el siguiente ejemplo de un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención. En este ejemplo, el grupo de conexión que une las dos unidades estructurales A está formado por el conjunto de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático 1 (un C_6H_{12} lineal), isocianurato 2 (un $C_3N_3O_3$ cíclico) y funcionalidad de hidrocarburo alifático 3 (un C_6H_{12} lineal).



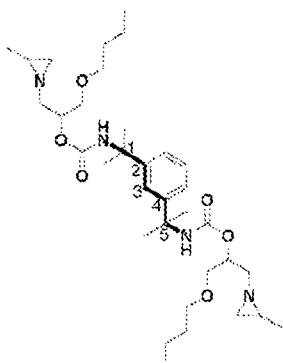
- 5 Dos cualesquiera de las unidades estructurales A presentes en el compuesto multiaziridínico de la invención están conectadas por medio de un grupo de conexión como se define en la presente memoria descriptiva. En consecuencia, cada unidad estructural A presente en el compuesto multiaziridínico de la invención está conectada a cada otra unidad estructural A con un grupo de conexión como se define en la invención. En caso de que el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención tenga dos unidades estructurales A, el compuesto de multiaziridínico tiene un grupo de conexión de este tipo que conecta estas dos unidades estructurales.
- 10 En caso de que el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención tenga tres unidades estructurales A, el compuesto multiaziridínico tiene tres tales grupos de conexión, en los que cada cual de los tres grupos de conexión está conectando una unidad estructural A con otra unidad estructural A. El siguiente dibujo muestra, para un ejemplo de un compuesto multiaziridínico que tiene tres unidades estructurales A, los tres grupos de conexión, en los que cada uno de los tres grupos de conexión conecta dos unidades estructurales A. Un grupo de conexión consiste en una serie de las
- 15 siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático 1 (un C_6H_{12} lineal), isocianurato 2 (un $C_3N_3O_3$ cíclico) y funcionalidad de hidrocarburo alifático 3 (un C_6H_{12} lineal) que conectan las unidades estructurales A etiquetadas como A1 y A2. Para la conexión entre las unidades estructurales A etiquetadas como A1 y A3, el grupo de conexión está formado por el conjunto de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático 1 (un C_6H_{12} lineal), isocianurato 2 (un $C_3N_3O_3$ cíclico) y funcionalidad de hidrocarburo alifático 4 (un C_6H_{12} lineal),
- 20 mientras que para la conexión entre las unidades estructurales A etiquetadas como A2 y A3, el grupo de conexión consiste en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático 3 (un C_6H_{12} lineal), isocianurato 2 (un $C_3N_3O_3$ cíclico) y funcionalidad de hidrocarburo alifático 4 (un C_6H_{12} lineal).





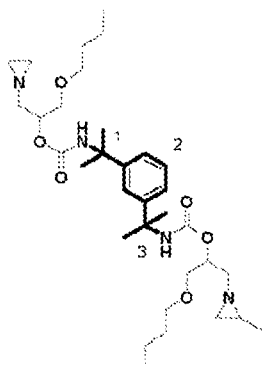
El siguiente dibujo muestra, otro ejemplo de un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención, con la cadena de enlace entre dos unidades estructurales A.

5



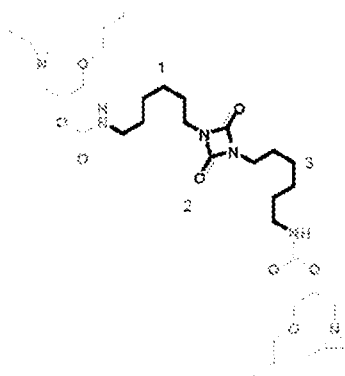
En este ejemplo, el grupo de conexión que une las dos unidades estructurales A está formado por el conjunto de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático 1 (un C_8H_8 ramificado), funcionalidad de hidrocarburo aromático 2 (un anillo bencénico) y funcionalidad de hidrocarburo alifático 3 (un C_8H_8 ramificado).

10

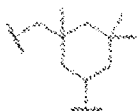


En otro ejemplo del compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención, el grupo de conexión que conecta las dos unidades estructurales A consiste en el conjunto de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático 1 (un C_6H_{12} lineal), uretdiona 2 (un $C_2N_2O_2$ cíclico) y funcionalidad de hidrocarburo alifático 3 (un C_6H_{12} lineal).

15



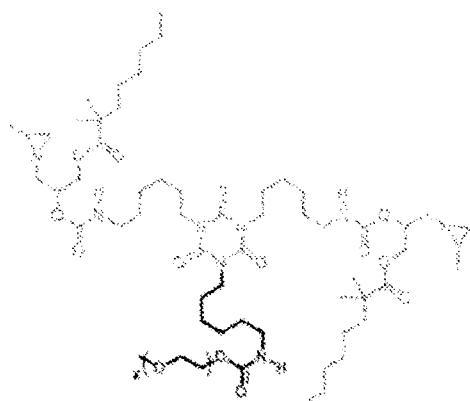
Preferentemente, los grupos de conexión consisten en al menos una funcionalidad seleccionada del grupo formado por la funcionalidad de hidrocarburo alifático (preferentemente con un contenido de 1 a 8 átomos de carbono), la funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (preferentemente con un contenido de 4 a 10 átomos de carbono), la funcionalidad de hidrocarburo aromático (preferentemente con un contenido de 6 a 12 átomos de carbono), la funcionalidad de isocianurato, la funcionalidad de iminoxadiazindiona, la funcionalidad de uretano, la funcionalidad de urea, la funcionalidad de biuret y cualquier combinación de las mismas. Los grupos de conexión contienen preferentemente una funcionalidad isocianurato, una funcionalidad iminoxadiazindiona, una funcionalidad biuret, una funcionalidad alofanato o una funcionalidad uretdiona. Más preferentemente, los grupos de conexión contienen una funcionalidad de isocianurato o una funcionalidad de iminoxadiazindiona. En aras de la claridad, el compuesto multiaziridínico puede obtenerse a partir del producto de reacción de uno o más compuestos B adecuados y un isocianurato híbrido tal como, por ejemplo, un isocianurato de HDI/IPDI, lo que da lugar a un compuesto multiaziridínico con un grupo de conexión formado por el conjunto de las siguientes funcionalidades consecutivas: $\text{un}_{\text{C}_6\text{H}_{12}}$ lineal (es decir, una funcionalidad de hidrocarburo alifático con 6 átomos de carbono), una funcionalidad de isocianurato ($\text{un}_{\text{C}_3\text{N}_3\text{O}_3}$ Cíclico) y



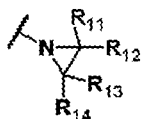
(es decir, una funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático con 9 átomos de carbono y una funcionalidad de hidrocarburo alifático con 1 átomo de carbono).

El término "funcionalidad de hidrocarburo alifático" se refiere a grupos alquilo, alqueno y alquino opcionalmente ramificados. Aunque las ramificaciones opcionales de los átomos de C forman parte del grupo de conexión, no forman parte de la cadena de enlace. El término "funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático" se refiere a grupos cicloalquilo y cicloalqueno opcionalmente sustituidos con al menos un grupo hidrocarburo alifático. Aunque los sustituyentes opcionales del grupo hidrocarburo alifático forman parte del grupo de enlace, no forman parte de la cadena de enlace. El término "funcionalidad de hidrocarburo aromático" se refiere a un anillo de benceno opcionalmente sustituido con al menos un grupo de hidrocarburo alifático. El grupo hidrocarburo alifático opcionalmente sustituido es preferentemente un grupo alquilo. Aunque los sustituyentes opcionales del grupo hidrocarburo alifático forman parte del grupo de enlace, no forman parte de la cadena de enlace.

En los grupos de conexión, uno o más sustituyentes pueden estar presentes como grupos colgantes en el grupo de conexión, como se muestra en **negrita** en, por ejemplo, el siguiente compuesto multiaziridínico. Estos grupos colgantes no forman parte de los grupos de conexión.



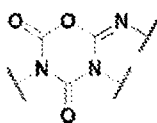
Un grupo aziridinilo tiene la siguiente fórmula estructural:



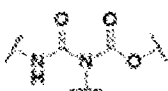
5 Una funcionalidad de isocianurato se define como



Una funcionalidad iminooxadiazindiona se define como



Una funcionalidad alofanato se define como



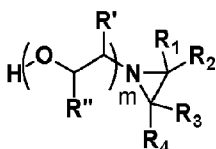
Una funcionalidad de la uretdiona se define como



Una funcionalidad de biuret se define como



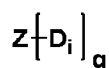
En una realización preferente de la invención, los grupos de conexión presentes en el compuesto multiaziridínico de la invención consisten en las siguientes funcionalidades: al menos una funcionalidad de hidrocarburo alifático y/o al menos una funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático y opcionalmente al menos una funcionalidad de hidrocarburo aromático y opcionalmente una funcionalidad de isocianurato o funcionalidad de iminooxadiazindiona o funcionalidad de alofanato o funcionalidad de uretdiona. Preferentemente, los grupos de conexión presentes en el compuesto multiaziridínico de la invención consisten en las siguientes funcionalidades: al menos una funcionalidad de hidrocarburo alifático y/o al menos una funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático y opcionalmente al menos una funcionalidad de hidrocarburo aromático y opcionalmente una funcionalidad de isocianurato o una funcionalidad de iminooxadiazindiona. Una forma muy adecuada de obtener dicho compuesto multiaziridínico es hacer reaccionar el compuesto B con la siguiente fórmula estructural:



con un poliisocianato de reactividad alifática. Por "poliisocianato con reactividad alifática" se entienden los compuestos en los que todos los grupos isocianato están directamente enlazados a grupos hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, independientemente de que también estén presentes grupos hidrocarburos aromáticos. El poliisocianato con reactividad alifática puede ser una mezcla de poliisocianatos con reactividad alifática. Los compuestos basados en poliisocianato con reactividad alifática tienen una menor tendencia al amarilleamiento con el tiempo en comparación con un compuesto similar pero basado en poliisocianato con reactividad aromática. Por "poliisocianato con reactividad aromática" se

entienden los compuestos en los que todos los grupos isocianato están directamente enlazados a grupos hidrocarburos aromáticos, independientemente de si también están presentes grupos alifáticos o cicloalifáticos. Los poliisocianatos con reactividad alifática preferentes son el diisocianato de 1,5-pentametileno PDI, el diisocianato de 1,6-hexametileno HDI, el diisocianato de isoforona IPDI, el diisocianato de 4,4'-diciclohexilmetano H12MDI, el diisocianato de 2,2,4-trimetil hexametileno diisocianato, 2,4,4-trimetil hexametileno diisocianato, tetrametilxileno diisocianato TMXDI (todos los isómeros) y variantes de mayor peso molecular como, por ejemplo, sus isocianuratos, o iminooxadiazindionas. En esta realización, preferentemente los grupos de conexión consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de hidrocarburo aromático y funcionalidad de hidrocarburo alifático (por ejemplo, cuando se utiliza TMXDI para preparar el compuesto multiaziridínico) o los grupos de conexión consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático, funcionalidad de hidrocarburo alifático y funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (por ejemplo, cuando se utiliza H12MDI para preparar el compuesto multiaziridínico) o, más preferentemente, los grupos de conexión consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de isocianurato o funcionalidad de iminooxadiazindiona y funcionalidad de hidrocarburo alifático. Más preferentemente, en esta realización, el grupo de conexión consiste en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de isocianurato y funcionalidad de hidrocarburo alifático (por ejemplo, cuando se utiliza un isocianurato de 1,6-hexametileno diisocianato y/o un isocianurato de 1,5-pentametileno diisocianato para preparar el compuesto multiaziridínico).

En otra realización de la invención presente, el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención es de acuerdo con la fórmula estructural siguiente:

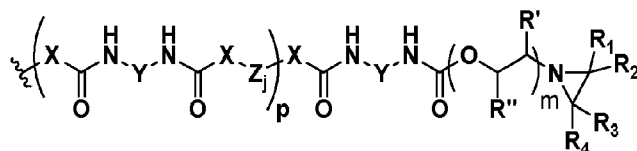


en la que Z es un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de grupos reactivos isocianato XH de una molécula;

q es un número entero de 2 a 6,

i es el índice de los distintos grupos D y es un número entero de 1 a q;

D_i tienen independientemente la siguiente fórmula estructural



en la que X es NR₁₁, S u O, siendo R₁₁ H o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono; Y es un grupo hidrocarburo aromático, un grupo hidrocarburo alifático, un grupo hidrocarburo cicloalifático o una combinación de los mismos;

j es un número entero de 1 a p;

p es un número entero de 0 a 10,

m, R', R'', R₁, R₂, R₃ y R₄ son los definidos anteriormente. En esta realización de la presente invención, el compuesto multiaziridínico contiene de 2 a 6 grupos D_i. Aunque las unidades estructurales D_i pueden ser independientemente iguales o diferentes, las unidades estructurales D_i son preferentemente idénticas entre sí.

Los grupos reactivos de isocianato XH se definen en la presente memoria descriptiva como grupos hidroxí (X es O), aminas primarias (X es NH) o secundarias (X es NR₁₁ en el que R₁₁ es un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono) o mercaptanos (X es S). Los grupos reactivos de isocianato preferentes XH son grupos hidroxí (X es O), aminas primarias (X es NH) o aminas secundarias (X es NR₁₁ en el que R₁₁ es un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono). Los grupos reactivos de isocianato XH más preferentes son los grupos hidroxí (X es O) y las aminas primarias (X es NH). La molécula de la que se extrae el grupo reactivo isocianato para obtener Z es preferentemente un diol, un triol, un poliéter con grupos reactivos isocianato terminales, una poliamida con grupos reactivos isocianato terminales, un policarbonato con grupos reactivos isocianato terminales, o un polisiloxano con grupos reactivos isocianato terminales cuyos grupos están unidos al siloxano a través de al menos un átomo de carbono. En caso de que Z sea un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de grupos reactivos de isocianato XH de un diol o un triol, los grupos reactivos de isocianato XH son grupos hidroxí y, por tanto, X es O. En caso de que Z sea un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de grupos reactivos de isocianato XH de un poliéter con grupos reactivos de isocianato terminales o de una poliamida con grupos reactivos de isocianato terminales, los grupos reactivos de isocianato XH son preferentemente NH₂ (por lo que X

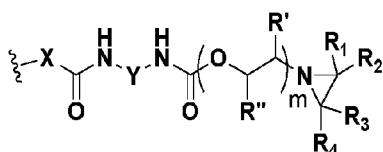
es NH) u OH (por lo que X es O) y más preferentemente los grupos reactivos de isocianato XH son OH (por lo que X es O). En caso de que Z sea un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de grupos reactivos de isocianato XH de un policarbonato con grupos reactivos de isocianato terminales, los grupos reactivos de isocianato son preferentemente OH y, por tanto, X es O.

En caso de que j sea mayor que 1, Z puede ser igual o diferente.

Preferentemente, q es 2 o 3 y más preferentemente, q es 1.

Preferentemente, p es un número entero de 0 a 10, más preferentemente de 0 a 5, más preferentemente de 0 a 3.

En esta realización, p es más preferentemente 0 para todos los D_i y, en consecuencia, D_i tienen independientemente la siguiente fórmula estructural



en la que X, Y, m, R', R'', R₁, R₂, R₃ y R₄ son como se han definido anteriormente. Preferentemente m es 1.

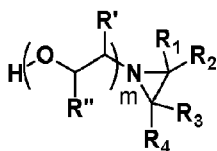
Aunque las unidades estructurales D_i pueden ser independientemente iguales o diferentes, las unidades estructurales D_i son preferentemente idénticas entre sí.

La cantidad total de estructuras cíclicas (aparte de los grupos aziridina) presentes en el compuesto multiaziridínico es preferentemente como máximo 3, dado que esto da lugar a una viscosidad más baja que cuando está presente una mayor cantidad de estructuras cíclicas. Una viscosidad más baja es más fácil de manipular y/o se necesita menos co-disolvente para que el compuesto sea más fácil de manipular. Un compuesto multiaziridínico con más de tres estructuras cíclicas puede dar lugar a más dificultades a la hora de disolver dicha multiaziridina si el compuesto multiaziridínico es sólido a temperatura ambiente. La cantidad total de estructuras cíclicas (aparte de los grupos aziridina) presentes en el compuesto multiaziridínico es más preferentemente de 0 a 2, aún más preferentemente es 1 o 2, y más preferentemente es 1, que es preferentemente un isocianurato o una iminooxadiazindiona.

El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención contiene preferentemente al menos un 5 % en peso, más preferentemente al menos un 5,5 % en peso, más preferentemente al menos un 6 % en peso, más preferentemente al menos un 9 % en peso, más preferentemente al menos un 12 % en peso y preferentemente menos de un 25 % en peso, preferentemente menos de un 20 % en peso de enlaces de uretano. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención tiene preferentemente un peso equivalente de aziridina (peso molecular del compuesto multiaziridínico dividido por el número de grupos aziridinilo presentes en el compuesto multiaziridínico) de al menos 200, más preferentemente al menos 230 y aún más preferentemente al menos 260 Daltons y preferentemente como máximo 2500, más preferentemente como máximo 1000 y aún más preferentemente como máximo 500 Daltons.

El compuesto multiaziridínico puede estabilizarse si se desea con 0,1 a 1 % en peso de una amina terciaria, preferentemente una betahidroxiamina como, por ejemplo, Amietol M21 o Amietol M-12.

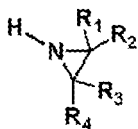
El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención se obtiene preferentemente haciendo reaccionar al menos un poliisocianato y un compuesto B con la siguiente fórmula estructural:



en el que la relación molar entre el compuesto B y el poliisocianato es de 2 a 6, más preferentemente de 2 a 4 y más preferentemente de 2 a 3, y en el que m, R', R'', R₁, R₂, R₃ y R₄ son los definidos anteriormente. La reacción del poliisocianato con el compuesto B puede llevarse a cabo poniendo en contacto cantidades equivalentes del poliisocianato con el compuesto B a una temperatura comprendida entre 0 y 110 °C, más adecuada entre 20 °C y 110 °C, más adecuada entre 40 °C y 95 °C, incluso más adecuada entre 60 y 85 °C en presencia, por ejemplo, de un catalizador de estaño tal como, por ejemplo, laureato de dibutilestaño o un catalizador de bismuto tal como, por ejemplo, neodecanoato de bismuto. Puede utilizarse un disolvente, tal como por ejemplo dimetilformamida DMF, acetona y/o metiletilcetona. El poliisocianato contiene al menos 2 grupos isocianato, preferentemente al menos 2,5 grupos isocianato de media y más preferentemente al menos 2,8 grupos isocianato de media. También pueden utilizarse mezclas de poliisocianatos como materiales de partida. Los poliisocianatos preferentes son los poliisocianatos con reactividad alifática. Por "poliisocianato con reactividad

alifática" se entienden los compuestos en los que todos los grupos isocianato están directamente enlazados a grupos hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, independientemente de que también estén presentes grupos hidrocarburos aromáticos. El poliisocianato con reactividad alifática puede ser una mezcla de poliisocianatos con reactividad alifática. Los poliisocianatos con reactividad alifática preferentes son el diisocianato de 1,5-pentametileno PDI, el diisocianato de 1,6-hexametileno HDI, el diisocianato de isoforona IPDI, el diisocianato de 4,4'-diclohexilmetano H12MDI, el diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno, 2,4,4-trimetil hexametileno diisocianato, p-tetra-metilxileno diisocianato (p-TMXDI) y su meta isómero, y variantes de mayor peso molecular como, por ejemplo, sus isocianuratos o iminooxadiazindionas o alofanatos o uretdionas. Los poliisocianatos con reactividad alifática más preferentes son el diisocianato de 4,4'-diclohexilmetano H12MDI, m-TMXDI, un isocianurato o iminooxadiazindiona o alofanato o uretdiona de diisocianato de 1,6-hexametileno y un isocianurato de diisocianato de 1,5-pentametileno. Un HDI adecuado que contiene un trímero de iminooxadiazindiona es Desmodur® N3900, disponible en Covestro. Un HDI adecuado que contiene alofanato es Desmodur® XP2860, disponible en Covestro. Un HDI adecuado que contiene uretdiona es Desmodur® N3400, disponible en Covestro. Los trímeros de isocianuratos basados en HDI adecuados pueden obtenerse, por ejemplo, de Covestro (Desmodur® N3600), Vencorex (Tolonate™ HDT LV), Asahi Kasei (Duranate™ TPA-100), Evonik (Vestanat® HT 2500/LV) y Tosoh (Coronate® HXR LV). Los procedimientos para preparar el compuesto (B) y sus derivados son conocidos en la técnica. Por ejemplo, la síntesis de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol está descrita por S. Lesniak, M. Rachwalski, S. Jarzynski, E. Obijalska Tetrahedron Asymm. 2013, 24, 1336-1340. La síntesis del 1-(aziridin-1-il)propan-2-ol está descrita por A. Baklien, M. V. Leeding, J. Kolm Aust. J. Chem. 1968, 21, 1557-1570. Los compuestos de aziridina preferentes para preparar el compuesto B son la propileno imina y la etilaziridina. La síntesis de la etilaziridina se describe, por ejemplo, en el documento EP0227461B1. La aziridina más preferente para preparar el compuesto B es la propileno imina.

El compuesto B se obtiene preferentemente haciendo reaccionar al menos un compuesto monoepóxido no funcional OH con un compuesto de aziridina con la siguiente fórmula estructural (C):



25

donde R₁, R₂, R₃ y R₄ áreas definidas anteriormente. El monoepóxido funcional no-OH puede ser una mezcla de diferentes monoepóxidos funcionales no-OH. Ejemplos no limitados de monoepóxido funcional no-OH son el óxido de etileno, el óxido de propileno, el 2-etil oxirano, el n-butilglicidiléter, el 2-etilhexilglicidiléter, el fenilglicidiléter, el 4-terc-butilfenil2,3-epoxipropiléter (= t-butil fenilglicidiléter), el cresol glicidiléter (orto o para) y el neodecanoato de glicidilo. El monoepóxido funcional no-OH se selecciona preferentemente del grupo formado por óxido de etileno (número CAS 75-21-8), óxido de propileno (número CAS 75-56-9), 2-etil oxirano (número CAS 106-88-7), n-butilglicidiléter (número CAS 2426-08-6), 2-etilhexilglicidiléter (número CAS 2461-15-6), neodecanoato de glicidilo (número CAS 26761-45-5) y cualquier mezcla de los mismos. Más preferentemente, el monoepóxido funcional no-OH se selecciona del grupo que consiste en óxido de propileno (número CAS 75-56-9), 2-etil oxirano (número CAS 106-88-7), n-butilglicidiléter (número CAS 2426-08-6), 2-etilhexilglicidiléter (número CAS 2461-15-6), neodecanoato de glicidilo (número CAS 26761-45-5) y cualquier mezcla de los mismos.

El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención se obtiene preferentemente en un proceso que comprende al menos las siguientes etapas (i) y (ii):

- (i) Hacer reaccionar una aziridina de fórmula (C) con al menos un compuesto monoepóxido no funcional al OH para obtener el compuesto B, y
- (ii) Reacción del compuesto B con un poliisocianato.

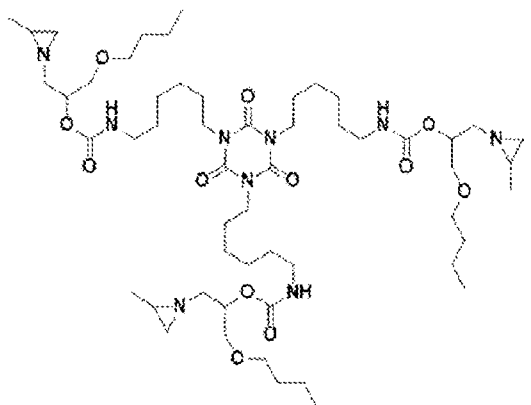
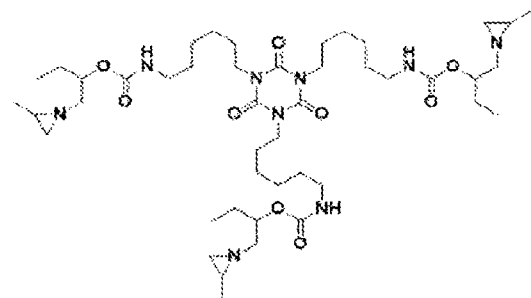
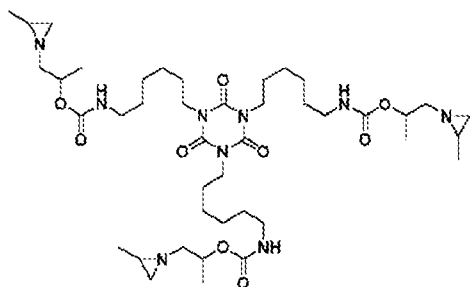
La etapa i) puede realizarse, por ejemplo, poniendo en contacto un equivalente del compuesto epóxido con un equivalente de la aziridina a una temperatura comprendida entre 20 °C y 110 °C, más adecuada entre 40 °C y 95 °C, aún más adecuada entre 60 y 85 °C a presión atmosférica. La reacción (etapa ii)) del aducto (compuesto (B)) obtenido en la etapa i) con el poliisocianato puede llevarse a cabo, por ejemplo, poniendo en contacto cantidades equivalentes del poliisocianato con el aducto a una temperatura comprendida entre 20 °C y 110 °C, más adecuada entre 40 °C y 95 °C a presión atmosférica, en presencia, por ejemplo, de un catalizador de estaño tal como, por ejemplo, laureato de dibutilestaño.

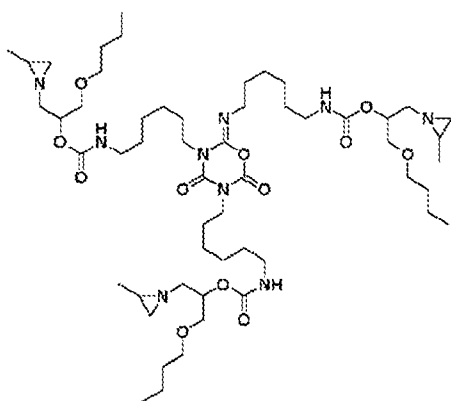
En una realización preferente, el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención contiene preferentemente grupos polioxi-etileno (-O-CH₂-CH₂-) x, grupos polioxi-propileno (-O-CH₂-CH₂-CH₂-) x y/o grupos politetrahidrofurano (-O-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-) x, preferentemente en una cantidad de al menos 0,1 % en peso, más preferentemente al menos 6 % en peso, más preferentemente al menos 10 % en peso y preferentemente en una cantidad inferior al 45 % en peso, más preferentemente inferior al 25 % en peso y más preferentemente inferior al 16 % en peso, en relación con el compuesto multiaziridínico. preferentemente, el compuesto multiaziridínico contiene grupo(s) polioxi-etileno (-O-CH₂-CH₂-) x, preferentemente en una cantidad de al menos 0,1 % en peso, más preferentemente de al menos 6 % en peso, más preferentemente de al menos 10 % en peso y preferentemente en una cantidad de menos de 45 % en peso, más

preferentemente de menos de 25 % en peso y más preferentemente de menos de 16 % en peso, en relación con el compuesto multiaziridínico. Para mayor claridad, cabe señalar que en caso de que R' sea H y R" sea H respectivamente en caso de que R' sea H y R" sea CH₃, un grupo oxietileno respectivamente un grupo oxipropileno está presente en la unidad estructural (A) y se incluye entonces en la cantidad preferente de grupo(s) oxietileno o grupo(s) oxipropileno como se define en la presente memoria descriptiva. Un compuesto multiaziridínico que contiene grupo(s) polioxietileno (-O-CH₂-CH₂)_x es preferentemente el producto de reacción de al menos el compuesto (B), un poliisocianato y poli(etilenglicol) alcoxi (preferentemente poli(etilenglicol) metoxi (MPEG)) y/o poli(etilenglicol). El producto de reacción puede obtenerse haciendo reaccionar al menos el compuesto (B), el poliisocianato y el alcoxi-poli(etilenglicol) y/o poli(etilenglicol). El producto de reacción también puede obtenerse haciendo reaccionar el poliisocianato con alcoxi-poli(etilenglicol) y/o poli(etilenglicol) y haciendo reaccionar el compuesto así obtenido con el compuesto (B). El producto de reacción también puede obtenerse haciendo reaccionar el compuesto (B) con el poliisocianato y haciendo reaccionar el compuesto así obtenido con poli(etilenglicol) alcoxi y/o poli(etilenglicol).

La cantidad de cadenas de poli(etilenglicol) alcoxi (preferentemente poli(etilenglicol) metoxi (MPEG)) y/o poli(etilenglicol) (PEG) con un peso molecular medio en número M_n superior a 2200 Daltons, preferentemente con un M_n superior a 1600 Daltons en el compuesto multiaziridínico tal como se ha definido anteriormente es preferentemente inferior al 35 % en peso, más preferentemente inferior al 15 % en peso, más preferentemente inferior al 5 % en peso y lo más preferentemente del 0 % en peso. Las cadenas de metoxi poli(etilenglicol) (MPEG) y/o poli(etilenglicol) (PEG) presentes en el compuesto multiaziridínico tienen preferentemente un M_n inferior a 1100 Daltons, más preferentemente inferior a 770 Daltons y más preferentemente inferior a 570 Daltons.

Ejemplos de compuestos multiaziridínicos preferentes de acuerdo con la invención son





Otro aspecto de la presente invención es una composición reticulante que comprende al menos un compuesto multiaziridínico como se ha definido anteriormente y que comprende además al menos un componente adicional, tal como por ejemplo materiales de partida restantes, productos secundarios y/o disolvente utilizado para preparar el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención. La composición reticulante puede contener sólo un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención, pero también puede contener más de un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención. Las mezclas de compuestos multiaziridínicos se obtienen, por ejemplo, cuando se utiliza una mezcla de poliisocianatos como material de partida para preparar la multiaziridina. Después de haber obtenido el (los) compuesto(s) multiaziridínico(s) de acuerdo con la invención, el (los) compuesto(s) multiaziridínico(s) de acuerdo con la invención puede(n) separarse, el producto de reacción puede(n) utilizarse sin purificación adicional o el disolvente utilizado para preparar el (los) compuesto(s) multiaziridínico(s) puede(n) eliminarse de la composición obtenida en la preparación del (de los) compuesto(s) multiaziridínico(s) de la invención. La cantidad de compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención en la composición reticulante suele ser de al menos el 10 % en peso, a menudo de al menos el 15 % en peso y más a menudo de al menos el 25 % en peso en relación con la cantidad total de la composición. La cantidad de compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención en la composición reticulante es preferentemente de al menos el 60 % en peso, más preferentemente de al menos el 80 % en peso y más preferentemente de al menos el 99 % en peso, en relación con la cantidad total de la composición reticulante. El peso molecular de los compuestos multiaziridínicos en la composición reticulante está en el intervalo de 600 Daltons a 5000 Daltons. Los pesos moleculares preferentes son los descritos anteriormente y los pesos moleculares de los compuestos multiaziridínicos se determinan por medio de MALDI-TOF-MS como se describe en la parte experimental más adelante. MALDI-TOF-MS significa espectroscopia de masas de tiempo de vuelo por ionización de desorción láser asistida por matriz.

La cantidad de moléculas funcionales de aziridina, presentes en la composición reticulante de acuerdo con la invención, que tienen un peso molecular inferior a 250 Daltons, más preferentemente inferior a 350 Daltons, aún más preferentemente inferior a 450 Daltons, aún más preferentemente inferior a 550 Daltons y aún más preferentemente inferior a 580 Daltons es preferentemente inferior al 5 % en peso, más preferentemente inferior al 2 % en peso, más preferentemente inferior al 1 % en peso, más preferentemente inferior al 0,5 % en peso y más preferentemente inferior al 0,1 % en peso, en relación con el peso total de la composición reticulante, en la que el peso molecular se determina mediante el uso de LC-MS como se describe en la parte experimental a continuación.

El número medio de grupos aziridinilo por molécula que contiene aziridinilo en la composición es preferentemente al menos 1,8, más preferentemente al menos 2, más preferentemente al menos 2,2 y preferentemente menos de 10, más preferentemente menos de 6 y más preferentemente menos de 4. Más preferentemente, el número medio de grupos aziridinilo por molécula que contiene aziridinilo en la composición es de 2,2 a 3. La cantidad media calculada de enlaces de uretano es de al menos 5 % en peso, más preferentemente de al menos 5,5 % en peso, más preferentemente de al menos 6 % en peso, más preferentemente de al menos 9 % en peso, más preferentemente de al menos 12 % en peso y preferentemente y menos de 25 % en peso, preferentemente menos de 20 % en peso de enlaces de uretano, en relación con el peso total de los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención presentes en la composición reticulante.

En vista de la sensibilidad potencial al agua de los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención, la composición reticulante está preferentemente libre de una cantidad sustancial de agua y más preferentemente está libre de agua. Libre de una cantidad sustancial de agua significa menos del 15 % en peso, preferentemente menos del 5 % en peso, más preferentemente menos del 1 % en peso y más preferentemente menos del 0,1 % en peso. En vista de la sensibilidad potencial al agua de los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención, es preferente no añadir agua deliberadamente (es decir, pequeñas cantidades de agua pueden estar presentes en los compuestos utilizados para preparar el compuesto o compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención) a la composición.

Los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención tienen preferentemente una viscosidad Brookfield de al menos 500 mPa.s a 25 °C, más preferentemente de al menos 1200, más preferentemente de al menos 3000 y preferentemente como máximo 100000, más preferentemente como máximo 10000, más preferentemente como máximo 30000, más preferentemente como máximo 10000 y más preferentemente como máximo 5000 mPa.s a 25 °C.

en la presente memoria descriptiva, la viscosidad Brookfield se determina de acuerdo con la norma ISO 2555-89. En una realización alternativa, la viscosidad de la multiaziridina se midió con un Brookfield con huso S63, @ 25°C a 80% de sólidos, 20% en dimetilformamida (DMF). La viscosidad medida de acuerdo con este procedimiento se sitúa preferentemente en el intervalo de 300 a 20000 mPas, más preferentemente en el intervalo de 500 a 12000 y más preferentemente en el intervalo de 700 a 3000 mPas.

Los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con la invención o la composición reticulante que comprende al menos un compuesto multiaziridínico como se ha definido anteriormente pueden utilizarse ventajosamente como agente reticulante para reticular un polímero funcional de ácido carboxílico preferentemente disuelto y/o disperso en un medio acuoso.

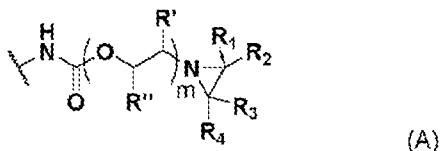
Otro aspecto de la presente invención es un sistema de dos componentes que comprende un primer componente y un segundo componente separados y distintos entre sí, en el que el primer componente comprende un polímero funcional de ácido carboxílico disuelto y/o disperso en un medio acuoso y en el que la segunda composición comprende el compuesto multiaziridínico tal como se ha definido anteriormente o la composición reticulante que comprende al menos un compuesto multiaziridínico tal como se ha definido anteriormente, en el que el primer y el segundo componente se almacenan por separado, dado que la reacción de reticulación entre el agente reticulante y el polímero que se va a reticular puede comenzar inmediatamente después de mezclar el agente reticulante con la composición acuosa de polímero que se va a reticular. Ejemplos no limitados de polímeros reticulables funcionales al ácido carboxílico son los polímeros vinílicos como los estireno-acrílicos, los copolímeros (met)acrílicos, los (co)polímeros de acetato de vinilo tales como, por ejemplo, los polímeros de acetato de vinilo, cloruro de vinilo y etileno, los poliuretanos, los policondensados como los poliésteres, las poliamidas, los policarbonatos y los híbridos de cualquiera de estos polímeros en los que al menos uno de los dos polímeros tiene una funcionalidad de ácido carboxílico. La presente invención se refiere además a una composición de revestimiento obtenida mezclando el primer y el segundo componente del sistema de dos componentes justo antes de la aplicación de la composición de revestimiento, en la que la composición de revestimiento comprende grupos aziridinilo Q y grupos ácido carboxílico en una cantidad de forma que la cantidad estequiométrica (SA) de grupos aziridinilo Q sobre grupos ácido carboxílico es preferentemente de 0,1 a 2,0, más preferentemente de 0,2 a 1,5, aún más preferentemente de 0,25 a 0,95, más preferentemente de 0,3 a 0,8.

La presente invención se refiere además a un sustrato que tiene un revestimiento obtenido por medio de (i) la aplicación de una composición de revestimiento como la descrita anteriormente a un sustrato y (ii) el secado de la composición de revestimiento por evaporación de volátiles. El secado de la composición de revestimiento se efectúa preferentemente a una temperatura inferior a 160 °C, preferentemente a una temperatura inferior a 90 °C, más preferentemente a una temperatura inferior a 50 °C y más preferentemente a temperatura ambiente. La composición de revestimiento de acuerdo con la invención puede aplicarse a cualquier tipo de sustrato, tal como por ejemplo madera, cuero, hormigón, textil, plástico, suelos de vinilo, vidrio, metal, cerámica, papel, compuestos de madera y plástico, materiales reforzados con fibra de vidrio. El espesor del revestimiento seco sobre el sustrato es preferentemente de 1 a 200 micras, más preferentemente de 5 a 150 micras y más preferentemente de 15 a 90 micras. En caso de que la composición de revestimiento sea una composición de tinta, el espesor de la tinta seca es preferentemente de 0,005 a 35 micras, más preferentemente de 0,05 a 25 micras y más preferentemente de 4 a 15 micras.

La invención se define además por el conjunto de realizaciones ejemplares que se enumeran a continuación. Cualquiera de las realizaciones, aspectos y características preferentes o gamas divulgadas en la presente solicitud pueden combinarse de cualquier manera, a menos que se indique lo contrario en la presente memoria descriptiva o si técnicamente es claramente inviable para un experto.

[1] Un compuesto multiaziridínico que tiene:

a) de 2 a 6 de las siguientes unidades estructurales (A):



por medio de

R₁ es H;

R₂ y R₄ se eligen independientemente entre H, un grupo lineal que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos (preferentemente seleccionados entre N, S, O), un grupo ramificado o cíclico que contiene de 3 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos (preferentemente seleccionados entre N, S, O), fenilo, bencilo o piridinilo;

R_3 es un grupo lineal que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos (preferentemente seleccionados entre N, S, O), un grupo hidrocarburo cicloalifático que contiene de 3 a 8 átomos de carbono, fenilo, bencilo o piridinilo;

o R_2 y R_3 , en caso de que R_2 sea distinto de H, pueden formar parte del mismo grupo cíclico que contenga de 3 a 8 átomos de carbono;

R' es H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono; R'' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo cicloalifático que contiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, $\text{CH}_2\text{-O-(C=O)-R}'''$, $\text{CH}_2\text{-O-R}'''$, o $\text{CH}_2\text{-(OCR}''''\text{HCR}''''\text{H)}_n\text{-OR}''''$, en el que R''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono y R'''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono o un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, n de 1 a 35, siendo R''' independientemente H o un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 12 átomos de carbono y R'''' un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 4 átomos de carbono;

donde R' y R'' pueden formar parte del mismo grupo hidrocarburo cicloalifático saturado que contenga de 5 a 8 átomos de carbono;

m es un número entero de 1 a 6.

b) una o más cadenas de enlace, en las que cada una de estas cadenas de enlace une dos de las unidades estructurales A y en las que la cadena de enlace es la cadena más corta de átomos consecutivos que une dos unidades estructurales A presentes en el compuesto multiaziridínico, en el que las cadenas de enlace constan preferentemente de 2 a 300 átomos, más preferentemente de 5 a 250 y más preferentemente de 6 a 100 átomos; y

c) un peso molecular determinado por medio de espectroscopia de masas MALDI-TOF como se describe en la descripción en el intervalo de 600 Daltons a 5000 Daltons.

[2] El compuesto multiaziridínico de la realización [1], en el que el compuesto multiaziridínico contiene de 2 a 4 de las unidades estructurales (A), preferentemente 2 o 3 unidades estructurales (A), en el que las unidades estructurales (A) presentes en el compuesto multiaziridínico son preferentemente idénticas entre sí.

[3] El compuesto multiaziridínico de la realización [1] o realización [2], en el que R_2 y R_4 se eligen independientemente entre H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 8 átomos de carbono, preferentemente R_2 y R_4 se eligen independientemente entre H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente R_2 y R_4 se eligen independientemente entre H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 2 átomos de carbono.

[4] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [3], en el que R_3 es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 8 átomos de carbono, preferentemente R_3 es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

[5] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [4], en el que R_2 es H, R_3 es C_2H_5 y R_4 es H.

[6] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [4], en el que R_2 es H, R_3 es CH_3 y R_4 es H.

[7] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [4], en el que R_2 es H, R_3 es CH_3 y R_4 es CH_3 .

[8] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [7], en el que m es 1.

[9] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [8], en el que R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, preferentemente R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, más preferentemente R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 2 átomos de carbono.

[10] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [9], en el que R'' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 8 átomos de carbono (más preferentemente de 1 a 4 átomos de carbono), un grupo hidrocarburo cicloalifático que contiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, $\text{CH}_2\text{-O-(C=O)-R}'''$, $\text{CH}_2\text{-O-R}'''$, o $\text{CH}_2\text{-(OCR}''''\text{HCR}''''\text{H)}_n\text{-OR}''''$, en el que R''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono y R'''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono o un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12

átomos de carbono, siendo n de 1 a 35, preferentemente de 6 a 20, Siendo R^{'''} independientemente H o un grupo metilo y R^{''''} un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 4 átomos de carbono y preferentemente un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, o R' y R'' pueden formar parte del mismo grupo hidrocarburo cicloalifático saturado que contenga de 5 a 8 átomos de carbono. Más preferentemente, R' es H y R'' es un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, CH₂-O-(C=O)-R^{'''}, CH₂-O-R^{''''}, o CH₂-(OCH₂CH₂)_n-OCH₃ en el que R^{'''} es preferentemente un grupo alquilo que contiene de 3 a 12 átomos de carbono, más preferentemente un grupo alquilo ramificado con de 3 a 12 átomos de carbono, más preferentemente R^{'''} es un alquilo ramificado C₉; R^{''''} es preferentemente un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono.

[11] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [10], en el que los átomos de las cadenas de enlace son C, N, O, S y/o P, preferentemente C, N y/o O.

[12] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [11], en el que el número de átomos de C consecutivos y, opcionalmente, de átomos de O entre el átomo de N del uretano de una unidad estructural A y el siguiente átomo de N que está presente en la cadena de enlace o que es el átomo de N del uretano de otra unidad estructural A es, como máximo, 9.

[13] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [12], en el que el compuesto multiaziridínico comprende uno o más grupos de conexión en el que cada uno de estos grupos de conexión conecta dos de las unidades estructurales A, en el que un grupo de conexión se define como el conjunto de funcionalidades consecutivas que conectan dos unidades estructurales A presentes en el compuesto multiaziridínico, en el que los grupos de conexión consisten en al menos una funcionalidad seleccionada de entre: funcionalidad de hidrocarburo alifático (que contenga preferentemente de 4 a 10 átomos de carbono), funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (que contenga preferentemente de 4 a 10 átomos de carbono), funcionalidad de hidrocarburo aromático (que contenga preferentemente de 6 a 12 átomos de carbono), funcionalidad de isocianurato, funcionalidad de iminoxadiazindiona, funcionalidad de éter, funcionalidad de éster, funcionalidad de amida, funcionalidad de carbonato, funcionalidad de uretano, funcionalidad de urea, funcionalidad de biuret, funcionalidad de alofanato, funcionalidad de uretdiona y cualquier combinación de las mismas.

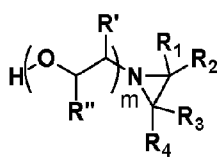
[14] El compuesto multiaziridínico de la realización [13], en el que los grupos de conexión consisten en al menos una funcionalidad seleccionada del grupo que consiste en la funcionalidad de hidrocarburo alifático (preferentemente que contiene de 1 a 8 átomos de carbono), la funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (preferentemente que contiene de 4 a 10 átomos de carbono), la funcionalidad de hidrocarburo aromático (preferentemente que contiene de 6 a 12 átomos de carbono), la funcionalidad de isocianurato, la funcionalidad de iminoxadiazindiona, la funcionalidad de uretano, la funcionalidad de urea, la funcionalidad de biuret y cualquier combinación de las mismas.

[15] El compuesto multiaziridínico de la realización [13] o realización [14], en el que los grupos de conexión contienen preferentemente una funcionalidad isocianurato, una funcionalidad iminoxadiazindiona o una funcionalidad biuret.

[16] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [15], en el que el compuesto multiaziridínico tiene un peso molecular de al menos 700 Daltons, más preferentemente al menos 800 Daltons, aún más preferentemente al menos 840 Daltons, aún más preferentemente al menos 1000 Daltons y preferentemente como máximo 3800 Daltons, más preferentemente como máximo 3600 Daltons, más preferentemente como máximo 3000 Daltons, más preferentemente como máximo 1600 Daltons, aún más preferentemente como máximo 1200 Daltons.

[17] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [13] a [16], en el que los grupos de conexión del compuesto multiaziridínico consisten en las siguientes funcionalidades: al menos una funcionalidad de hidrocarburo alifático y/o al menos una funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático y opcionalmente al menos una funcionalidad de hidrocarburo aromático y opcionalmente una funcionalidad de isocianurato o una funcionalidad de iminoxadiazindiona.

[18] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [17], en el que el compuesto multiaziridínico se obtiene haciendo reaccionar el compuesto B con la siguiente fórmula estructural:

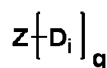


con un poliisocianato de reactividad alifática.

[19] El compuesto multiaziridínico de la realización [18], en el que el poliisocianato con reactividad alifática se selecciona de 1,5-pentametileno diisocianato PDI, 1,6-hexametileno diisocianato HDI, diisocianato de isoforona IPDI, 4,4'-diclohexil metano diisocianato H12MDI, diisocianato de 2,2,4-trimetil hexametileno, diisocianato de 2,4,4-trimetil hexametileno, diisocianato de tetrametilxilenoTMXDI (todos los isómeros) y variantes de mayor peso molecular como, por ejemplo, sus isocianuratos o iminooxadiazindionas.

[20] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [13] a [18], en el que los grupos de conexión del compuesto multiaziridínico consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de hidrocarburo aromático y funcionalidad de hidrocarburo alifático (por ejemplo, cuando se utiliza TMXDI para preparar el compuesto multiaziridínico) o los grupos de conexión consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático, funcionalidad de hidrocarburo alifático y funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (por ejemplo, cuando se utiliza H12MDI para preparar el compuesto multiaziridínico) o el grupo de conexión está formado por la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de isocianurato o funcionalidad de iminooxadiazindiona, y funcionalidad de hidrocarburo alifático o el grupo de conexión consiste en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de isocianurato y funcionalidad de hidrocarburo alifático (por ejemplo, cuando se utiliza un isocianurato de 1,6-hexametileno diisocianato y/o un isocianurato de 1,5-pentametileno diisocianato para preparar el compuesto multiaziridínico).

[21] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [12], en el que el compuesto multiaziridínico de acuerdo con la invención es conforme a la siguiente fórmula estructural:

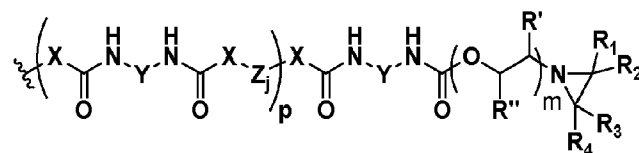


en la que Z es un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de grupos reactivos isocianato XH de una molécula;

q es un número entero de 2 a 6,

i es el índice de los distintos grupos D_i y es un número entero de 1 a q;

D_i tienen independientemente la siguiente fórmula estructural



en la que X es NR_{11} , S u O, donde R_{11} es H o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono; Y es un grupo hidrocarburo aromático, un grupo hidrocarburo alifático, un grupo hidrocarburo cicloalifático o una combinación de los mismos; j es un número entero de 1 a p; Z es un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de los grupos reactivos isocianato XH de una molécula; p es un número entero de 0 a 10, m, R' , R'' , R_1 , R_2 , R_3 y R_4 son como se han definido anteriormente, donde los grupos reactivos de isocianato XH se definen en la presente memoria descriptiva como grupos hidroxí (X es O), aminas primarias (X es NH) o secundarias (X es NR_{11} en el que R_{11} es un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono) o mercaptanos (X es S), los grupos reactivos de isocianato preferentes XH son grupos hidroxí (X es O), aminas primarias (X es NH) o aminas secundarias (X es NR_{11} en el que R_{11} es un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono), los grupos reactivos de isocianato más preferentes XH son grupos hidroxí (X es O) y aminas primarias (X es NH). Preferentemente, la molécula de la que se eliminan los grupos reactivos de isocianato para obtener Z es un diol, un triol, un poliéter con grupos reactivos de isocianato terminales, una poliamida con grupos reactivos de isocianato terminales, un policarbonato con grupos reactivos de isocianato terminales, o un polisiloxano con grupos reactivos de isocianato terminales cuyos grupos están unidos al siloxano a través de al menos un átomo de carbono, en caso de que Z sea un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de los grupos reactivos de isocianato XH de un diol o un triol, los grupos reactivos de isocianato XH son grupos hidroxí y, por tanto, X es O, en caso de que Z sea un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de los grupos reactivos de isocianato XH de un poliéter con grupos reactivos de isocianato terminales o de una poliamida con grupos reactivos de isocianato terminales, los grupos reactivos de isocianato XH son preferentemente NH_2 (por tanto X es NH) u OH (por tanto X es O) y más preferentemente los grupos reactivos de isocianato XH son OH (por tanto X es O), en caso de que Z sea un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de grupos reactivos de isocianato XH de un policarbonato con grupos reactivos

de isocianato terminales, los grupos reactivos de isocianato son preferentemente OH y, por tanto, X es O, en caso de que j sea mayor que 1, Z puede ser igual o diferente, preferentemente, q es 2 o 3 y más preferentemente, q es 1, preferentemente p es un número entero de 0 a 10, más preferentemente de 0 a 5, aún más preferentemente de 0 a 3 y más preferentemente p es 0 y m es 0.

[22] Un compuesto de multiaziridínico que tiene de 2 a 6, preferentemente de 2 a 4, más preferentemente de 2 a 3 de las unidades estructurales (A) como se define en la realización [1], donde R_1, R_2, R_3, R_4 , R' , R'' y m son como se define en cualquiera de las realizaciones [1] a [10], donde el compuesto de multiaziridínico que tiene un peso molecular de 600 Daltons a 5000 Daltons, preferentemente al menos 700 Daltons, más preferentemente al menos 800 Daltons, aún más preferentemente al menos 840 Daltons y preferentemente como máximo 3800 Daltons, más preferentemente como máximo 3600 Daltons, más preferentemente como máximo 3000 Daltons, más preferentemente como máximo 1600 Daltons, aún más preferentemente como máximo 1200 Daltons y en el que el compuesto multiaziridínico comprende además uno o más grupos de conexión en el que cada uno de estos grupos de conexión conecta dos de las unidades estructurales A, en el que los grupos de conexión consisten en al menos una funcionalidad seleccionada del grupo que consiste en funcionalidad de hidrocarburo alifático (que contiene preferentemente de 1 a 8 átomos de carbono), funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (que contiene preferentemente de 4 a 10 átomos de carbono), funcionalidad de hidrocarburo aromático (que contiene preferentemente de 6 a 12 átomos de carbono), funcionalidad isocianurato, funcionalidad iminooxadiazindiona, funcionalidad éter, funcionalidad éster, funcionalidad amida, funcionalidad carbonato, funcionalidad uretano, funcionalidad urea, funcionalidad biuret, funcionalidad alofanato, funcionalidad uretdiona y cualquier combinación de las mismas.

[23] El compuesto multiaziridínico de la realización [22], en el que los grupos de conexión del compuesto multiaziridínico consisten en al menos una funcionalidad seleccionada del grupo que consiste en la funcionalidad de hidrocarburo alifático (preferentemente que contiene de 1 a 8 átomos de carbono), la funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (preferentemente que contiene de 4 a 10 átomos de carbono), la funcionalidad de hidrocarburo aromático (preferentemente que contiene de 6 a 12 átomos de carbono), la funcionalidad de isocianurato, la funcionalidad de iminooxadiazindiona, la funcionalidad de uretano, la funcionalidad de urea, la funcionalidad de biuret y cualquier combinación de las mismas.

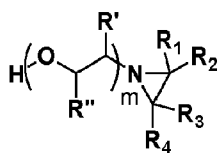
[24] El compuesto multiaziridínico de la realización [22] o realización [23], en el que el grupo de conexión contiene preferentemente una funcionalidad isocianurato, una funcionalidad iminooxadiazindiona o una funcionalidad biuret.

[25] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [22] a [23], en el que los grupos de conexión del compuesto multiaziridínico consisten en las siguientes funcionalidades: al menos una funcionalidad de hidrocarburo alifático y/o al menos una funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático y opcionalmente al menos una funcionalidad de hidrocarburo aromático y opcionalmente una funcionalidad de isocianurato o una funcionalidad de iminooxadiazindiona.

[26] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [22] a [25], en el que el compuesto multiaziridínico comprende además una o más cadenas de enlace, en el que cada una de estas cadenas de enlace enlaza dos de las unidades estructurales A presentes en el compuesto multiaziridínico, en el que las cadenas de enlace consisten preferentemente de 2 a 300 átomos, más preferentemente de 5 a 250 y más preferentemente de 6 a 100 átomos.

[27] El compuesto multiaziridínico de la realización [26], en el que el número de átomos C consecutivos y opcionalmente átomos O entre el átomo N del uretano en una unidad estructural A y el siguiente átomo N que está presente en la cadena de enlace o que es el átomo N del uretano de otra unidad estructural A es como máximo 9

[28] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones [22] a [27], en el que el compuesto multiaziridínico se obtiene haciendo reaccionar el compuesto B con la siguiente fórmula estructural:



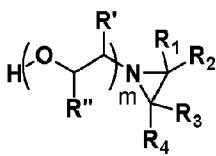
con un poliisocianato de reactividad alifática.

[29] El compuesto multiaziridínico de la realización [28], en el que el poliisocianato con reactividad alifática se selecciona de 1,5-pentametilén diisocianato PDI, 1,6-hexametilén diisocianato HDI, diisocianato de isoforona IPDI, 4,4'-diclohexil metano diisocianato H12MDI, diisocianato de 2,2,4-trimetil hexametileno, diisocianato de

2,4,4-trimetil hexametileno, diisocianato de tetrametilxileno TMXDI (todos los isómeros) y variantes de mayor peso molecular como, por ejemplo, sus isocianuratos o iminooxadiazindionas.

[30] El compuesto multiaziridínico de la realización [28], en el que los grupos de conexión del compuesto multiaziridínico consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de hidrocarburo aromático y funcionalidad de hidrocarburo alifático (por ejemplo, cuando se utiliza TMXDI para preparar el compuesto multiaziridínico) o los grupos de conexión consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático, funcionalidad de hidrocarburo alifático y funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático (por ejemplo, cuando se utiliza H12MDI para preparar el compuesto multiaziridínico) o los grupos de conexión consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de isocianurato o funcionalidad de iminooxadiazindiona, y funcionalidad de hidrocarburo alifático o los grupos de conexión consisten en la matriz de las siguientes funcionalidades consecutivas: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de isocianurato, y funcionalidad de hidrocarburo alifático (por ejemplo cuando se utiliza un isocianurato de 1,6-hexametileno diisocianato y/o un isocianurato de 1,5-pentametileno diisocianato para preparar el compuesto multiaziridínico).

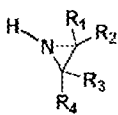
[31] Un compuesto de multiaziridínico que tiene de 2 a 6, preferentemente de 2 a 4, más preferentemente de 2 a 3 de las unidades estructurales (A) como se define en la realización [1], donde $R_1, R_2, R_3, R_4, R', R''$ y m son como se define en cualquiera de las realizaciones [1] a [10], donde el compuesto de multiaziridínico que tiene un peso molecular de 600 Daltons a 5000 Daltons, preferentemente al menos 700 Daltons, más preferentemente al menos 800 Daltons, aún más preferentemente al menos 840 Daltons y preferentemente como máximo 3800 Daltons, más preferentemente como máximo 3600 Daltons, más preferentemente como máximo 3000 Daltons, más preferentemente como máximo 1600 Daltons, aún más preferentemente como máximo 1200 Daltons, y en el que el compuesto multiaziridínico se obtiene haciendo reaccionar al menos un poliisocianato y un compuesto B con la siguiente fórmula estructural:



donde la relación molar entre el compuesto B y el poliisocianato es de 2 a 6, más preferentemente de 2 a 4 y más preferentemente de 2 a 3, y donde $m, R', R'', R_1, R_2, R_3$ y R_4 se definen como en cualquiera de las realizaciones [1] a [10].

[32] El compuesto multiaziridínico de la realización [31], en el que el poliisocianato es un poliisocianato con reactividad alifática seleccionado preferentemente de diisocianato de 1,5-pentametileno PDI, diisocianato de 1,6-hexametileno HDI, diisocianato de isoforona IPDI, 4,4'-diclohexil metano diisocianato H12MDI, 2,2,4-trimetil hexametileno diisocianato, 2,4,4-trimetil hexametileno diisocianato, tetrametilxileno diisocianato TMXDI (todos los isómeros) y variantes de mayor peso molecular como, por ejemplo, sus isocianuratos o iminooxadiazindionas.

[33] El compuesto multiaziridínico de la realización [31] o realización [32], en el que el compuesto B se obtiene haciendo reaccionar al menos un compuesto monoepóxido no funcional al OH con una aziridina con la siguiente fórmula estructural:



en el que R_1, R_2, R_3 y R_4 se definen como en cualquiera de las realizaciones [1] o [2] a [7], preferentemente el compuesto monoepóxido no funcional a OH se selecciona del grupo que consiste en óxido de etileno, óxido de propileno, 2-etil oxirano, n-butilglicidiléter, 2-etilhexilglicidiléter, neodecanoato de glicidilo y cualquier mezcla de los mismos.

[34] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [33], en el que el compuesto multiaziridínico contiene grupos polioxipropileno $(-O-CH_3-CH_2-CH_2)_x$ o grupos politetrahidrofurano $(-O-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2)_x$ o preferentemente grupos polioxitileno $(-O-CH_2-CH_2-CH_2)_x$ o en una cantidad de al menos 0,1 % en peso. 1 % en peso, más preferentemente al menos 6 % en peso, más preferentemente al menos 10 % en peso y preferentemente en una cantidad inferior al 45 % en peso, más preferentemente inferior al 25 % en peso y más preferentemente inferior al 16 % en peso, en relación con el compuesto multiaziridínico.

[35] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [34], en el que la cantidad de cadenas de poli(etilenglicol) alcoxi (preferentemente poli(etilenglicol) metoxi (MPEG)) y/o poli(etilenglicol) (PEG) con un M_n superior a 2200 Daltons, preferentemente con un M_n superior a 1600 Daltons en el compuesto multiaziridínico tal como se ha definido anteriormente es preferentemente inferior al 35 % en peso, más preferentemente menos del 15 % en peso, más preferentemente menos del 5 % en peso y más preferentemente el 0 % en peso, y las cadenas de metoxi-poli(etilenglicol) (MPEG) y/o poli(etilenglicol) (PEG) presentes en el compuesto multiaziridínico tienen preferentemente un M_n inferior a 1100 Daltons, más preferentemente inferior a 770 Daltons y más preferentemente inferior a 570 Daltons.

[36] El compuesto multiaziridínico de cualquiera de las realizaciones de [1] a [35], en el que la cantidad de enlaces uretano en el compuesto multiaziridínico es de al menos 5 % en peso, más preferentemente de al menos 5,5 % en peso, más preferentemente de al menos 6 % en peso, más preferentemente de al menos 9 % en peso, más preferentemente de al menos 12 % en peso y preferentemente de menos de 25 % en peso, preferentemente de menos de 20 % en peso, y preferentemente el compuesto multiaziridínico tiene un peso equivalente de aziridina (peso molecular de la multiaziridina dividido por el número de grupos aziridinilo) de al menos 200, más preferentemente al menos 230 y aún más preferentemente al menos 260 Daltons y preferentemente como máximo 2500, más preferentemente como máximo 1000 y aún más preferentemente como máximo 500 Daltons.

[37] Una composición reticulante que comprende al menos un compuesto multiaziridínico de acuerdo con cualquiera de las realizaciones [1] a [36], en la que el peso molecular de los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con cualquiera de las realizaciones de [1] a [36] presentes en la composición reticulante está en el intervalo de 600 Daltons a 5000 Daltons, preferentemente como máximo 3800 Daltons, preferentemente el peso molecular es como máximo 3800 Daltons, más preferentemente como máximo 3600 Daltons, más preferentemente como máximo 3000 Daltons, más preferentemente como máximo 1600 Daltons, aún más preferentemente como máximo 1200 Daltons y el peso molecular es preferentemente como mínimo 700 Daltons, más preferentemente como mínimo 800 Daltons, aún más preferentemente como mínimo 840 Daltons y más preferentemente como mínimo 1000 Daltons; preferentemente, el número medio de grupos aziridinilo por molécula que contiene aziridinilo en la composición es de al menos 1,8, preferentemente al menos 2, más preferentemente al menos 2,2 y preferentemente menos de 10, más preferentemente menos de 6 y lo más preferentemente menos de 4, lo más preferentemente, el número medio de grupos aziridinilo por molécula que contiene aziridinilo en la composición es de 2,2 a 3.

[38] La composición reticulante que comprende al menos un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la realización [37], en la que la cantidad media calculada de enlaces de uretano presentes en los compuestos multiaziridínicos es de al menos 5 % en peso, más preferentemente de al menos 5,5 % en peso, más preferentemente al menos 6 % en peso, más preferentemente al menos 9 % en peso, más preferentemente al menos 12 % en peso y preferentemente y menos de 25 % en peso, preferentemente menos de 20 % en peso de enlaces de uretano, en relación con el peso total de los compuestos multiaziridínicos presentes en la composición.

[39] La composición reticulante que comprende al menos un compuesto multiaziridínico de acuerdo con la realización [37] o la realización [38], en la que la cantidad de moléculas funcionales de aziridina que tienen un peso molecular inferior a 580 Daltons es inferior al 5 % en peso, más preferentemente inferior al 2 % en peso, más preferentemente inferior al 1 % en peso, más preferentemente inferior al 0,5 % en peso y más preferentemente inferior al 0,1 % en peso, en relación con el peso total de la composición reticulante, en la que el peso molecular se determina mediante el uso de LC-MS como se describe en la parte experimental a continuación.

[40] Uso de la composición como se define en cualquiera de las realizaciones [1] a [39] para la reticulación de un polímero funcional de ácido carboxílico disuelto y/o disperso en un medio acuoso.

[41] Un sistema de dos componentes que comprende un primer componente que comprende un polímero funcional de ácido carboxílico disuelto y/o dispersado en un medio acuoso y un segundo componente que comprende la composición como se define en cualquiera de las realizaciones [1] a [39], por lo que el primer y segundo paquete se almacenan por separado.

[42] Un sustrato que tiene un revestimiento obtenido (i) aplicando una composición de revestimiento obtenida mezclando el primer y el segundo componente del sistema de dos componentes de acuerdo con la realización [41] a un sustrato y (ii) secando la composición de revestimiento por evaporación de volátiles.

La presente invención se ilustra ahora haciendo referencia a los siguientes ejemplos. Salvo que se especifique lo contrario, todas las partes, porcentajes y relaciones se expresan en peso.

Componentes y abreviaturas utilizadas:

Desmodur® N3600, Desmodur® N3900, Desmodur® N3400 y Desmodur® XP2860 se obtuvieron de Covestro.

el (±)-alil-2,3-epoxipropil éter (alil glicidil éter, Núm. CAS 106-92-3) se obtuvo de Acros Organics (una división de Thermo Fisher Scientific).

el n-butilglicidil éter (Núm. CAS 2426-08-6) se obtuvo de Alfa Aesar (una división de Thermo Fisher Scientific).

la dimetilformamida (68-12-2) se obtuvo de Acros Organics (una división de Thermo Fisher Scientific).

El éter dimetílico de di(propilenglicol) (Proglyde DMM, Núm. CAS 111109-77-4) se obtuvo de Dow Inc.

el éter glicídico de o-cresilo (Núm. CAS 2210-79-9) se obtuvo de Sigma-Aldrich (una división de Merck KGaA).

el epóxido de mPEG (epóxido de metoxiPEG), MW 550 Da y el epóxido de mPEG, MW 1kDa se obtuvieron de Creative PEGWorks (Chapel Hill, Carolina del Norte, EE.UU.).

el trans-2,3-epoxibutano (Núm. CAS 21490-63-1) se obtuvo de abcr GmbH (Karlsruhe, Alemania).

el 2-etiloxirano (1,2-epoxibutano, Núm. CAS 106-88-7) se obtuvo de Sigma-Aldrich (una división de Merck KGaA).

El óxido de ciclohexeno (Núm. CAS 286-20-4) se obtuvo de Sigma-Aldrich (una división de Merck KGaA).

El éter monometílico de polietilenglicol (Núm. CAS 9004-74-4), con un peso molecular medio en número de 350 se obtuvo de Alfa Aesar (una división de Thermo Fisher Scientific), con un peso molecular medio en número de 500 Da se obtuvo de Acros Organics (una división de Thermo Fisher Scientific), con un peso molecular medio en número de 750 Da se obtuvo de Acros Organics (una división de Thermo Fisher Scientific), con un peso molecular medio en número de 1000 Da se obtuvo de Tokyo Chemical Industry Co, Ltd. y con un peso molecular medio en número de 2000 Da de Tokyo Chemical Industry Co.

el 2-etil hexil glicidil éter (Núm. CAS 2461-15-6) se obtuvo de Sigma-Aldrich (una división de Merck KGaA).

el 2-metiltetrahidrofurano (Núm. CAS 96-47-9) se obtuvo de Merck KGaA.

El carbonato potásico (Núm. CAS 584-08-7) se obtuvo de Alfa Aesar (una división de Thermo Fisher Scientific).

Cardura E10P (Núm. CAS 26761-45-5) se obtuvo de Hexion Inc.

NeoRez® R-1005, una dispersión de poliuretano de base acuosa a base de polipropilenglicol con un número ácido de 6,26 mg KOH/g se obtuvo de DSM.

Agisyn 2844 (tetraacrilato de (5) pentaeritritol etoxilado, Núm. CAS 51728-26-8) se obtuvo de DSM.

El DBTDL (dilaurato de dibutilestano, Núm. CAS 77-58-7) se obtuvo de Reaxis

H12MDI (4,4'-metilenbis(isocianato de fenilo, Desmodur® W, Núm. CAS 101-66-8) de Covestro.

El tris(2-metil-1-aziridinepropionato) de trimetilolpropano, Núm. CAS 64265-57-2, CX-100 se obtuvo de DSM.

la 2,2-dimetilaziridina (Núm. CAS 2658-24-4) se obtuvo de Enamine LLC (Monmouth Jct., NJ, Estados Unidos de América).

la 2-metilaziridina (propilenimina, Núm. CAS 75-55-8) se obtuvo de Menadiona S.L. (Palafolls, España).

el 1,3-bis(2-isocianatopropan-2-il)benceno(*m*-tetrametilxilenodiisocianato, TMXDI, Núm. CAS 2778-42-9) se obtuvo Allnex.

El HDI (1,6-hexanodiisocianato, Núm. CAS 822-06-0) se obtuvo de Acros Organics (una división de Thermo Fisher Scientific).

El IPDI (5-isocianato-1-(isocianometil)-1,3,3-trimetilciclohexano, Desmodur® I, diisocianato de isoforona, Núm. CAS 4098-71-9) se obtuvo de Covestro.

TMP (1,1,1-Tris(hidroximetil)propano, CAS No. 77-99-6) se obtuvo de Sigma-Aldrich (una división de Merck KGaA).

TDI (diisocianato de tolueno, Núm. CAS 26471-62-5, Desmodur® T80, una mezcla 80/20 de diisocianato de 2,4-tolueno y diisocianato de 2,6-tolueno) obtenido de Covestro.

Durez-ter S105-110 (un poliol de poliéster con un número OH de 110 mg KOH/g, basado en ácido adípico y diol de hexano) obtenido de Sumitomo Bakelite.

pTHF650 (politetrametilenglicol con un número OH de 172 mg KOH/g) obtenido de BASF.

Neodecanoato de bismuto (Núm. CAS 34364-26-6) obtenido de TIB chemicals AG (Mannheim, Alemania).

La fenotiazina (Núm. CAS 92-84-2) se obtuvo de Sigma-Aldrich (una división de Merck KGaA).

el 1-butanol (Núm. CAS 71-36-3) se obtuvo de Sigma-Aldrich (una división de Merck KGaA).

el acetato de 1-metoxi-2-propanol (acetato de éter metílico de propilenglicol, Núm. CAS 108-65-6) se obtuvo de Shell Chemicals.

La hidracina (solución al 16% en agua, Núm. CAS 302-01-2) se obtuvo de Honeywell. El ácido dimetilol propiónico (DMPA, Núm. CAS 4767-03-7) se obtuvo de Perstop Polyols.

La trietilamina (TEA, Núm. CAS 121-44-8) se obtuvo de Arkema.

El laurilsulfato sódico (solución al 30% en agua, Núm. CAS 73296-89-6) se obtuvo de BASF.

El metacrilato de metilo (Núm. CAS 80-62-6) se obtuvo de Lucite Int.

el acrilato de *n*-butilo (Núm. CAS 141-32-2) se obtuvo de Dow Chemical.

El ácido metacrílico (Núm. CAS 79-41-4) se obtuvo de Lucite Int.

El persulfato de amonio (Núm. CAS 7727-54-0) se obtuvo de United Initiators.

El amoníaco (solución al 25% en agua, Núm. CAS 1336-21-6) se obtuvo de Merck.

El éter dimetílico de dipropilenglicol (Núm. CAS 34590-94-8) se obtuvo de Dow Chemical.

el 2-metil-1,3-propano diol (Núm. CAS 2163-42-0) se obtuvo de Lyondell. el 1,4-butano diol (Núm. CAS 110-63-4) se obtuvo de BASF.

El ácido adípico (Núm. CAS 124-04-9) se obtuvo de BASF.

LC-MS

El análisis LC-MS para la fracción de bajo peso molecular se realizó por medio de el siguiente procedimiento:

Se preparó gravimétricamente una solución de ~100 mg/kg de material en metanol y se agitó. Se inyectaron 5 µl de esta solución en un UPLC equipado con detección ESI-TOF-MS. La columna utilizada fue una Waters HSS T3 C18 de 100x2,1 mm, 1,8 µm, operada a 40°C. El caudal fue de 0,5 ml.min⁻¹. Los disolventes utilizados fueron 10 mM NH₄CH₃COO (ajustado a pH 9,0 con NH₃, Eluyente A), acetonitrilo (B) y THF (C). se aplicaron 2 gradientes binarios de 80/20 A/B a 1/99 A/B en 10 minutos y de 1/99 A/B a 1/49/50 A/B/C en 5 minutos, tras lo cual se aplican las condiciones iniciales (80/20 A/B). Suponiendo una respuesta lineal de MS de todos los componentes en todos los rangos de respuesta y una eficiencia de ionización igual para todos los componentes, se integraron las señales de corriente iónica total. En caso de coelución, se integraron los cromatogramas de iones extraídos de esa especie concreta.

MALDI-ToF-MS

Todos los espectros MALDI-ToF-MS se adquirieron mediante el uso de un espectrómetro de masas Bruker UltrafleXtreme™ MALDI-ToF. El instrumento está equipado con un láser Nd:YAG que emite a 1064 nm y una célula de colisión (no usada para estas muestras). Los espectros se adquirieron en el modo de iones positivos con el reflectrón, mediante el uso del modo de mayor resolución que proporciona masas exactas (intervalo 60 a 7000 m/z). Para la calibración de masa se usó triioduro de cesio (intervalo 0,3 a 3,5 kDa) (procedimiento de calibración: Caracterización molecular del IAV, código MC-MS-05). La energía del láser fue del 20%. Las muestras se disolvieron en THF a aproximadamente 50 mg/ml. La matriz usada fue: DCTB (trans-2-[3-(4-terc-butilfenil)-2-metil-2-propenilideno]malononitrilo), Número de CAS 300364-84-5. La solución matriz se preparó por medio de la disolución de 20 mg en 1 ml de THF. Excepto en los ejemplos comparativos 4, 6 y 8, en los que trifluoroacetato de potasio (KTFA, número CAS: 2923-16-2) o alternativamente se usó yoduro de sodio como sal (NaI, Número CAS 7681-82-5); se disolvieron 10 mg en 1 ml de THF con una gota de MeOH añadida. Proporción muestra:matriz:sal = 10:200:10 (µL), tras mezclar, se mancharon 0,5 µL en la placa MALDI y se dejaron secar al aire. Las señales indicadas son los picos principales

dentro de 0,5 Da de la masa calculada de los compuestos multiaziridínicos que teóricamente están presentes en la composición en mayor cantidad. En todos los casos, los picos indicados son los aductos de sodio o potasio de los iones medidos.

5 **Pruebas de genotoxicidad**

La genotoxicidad de los ejemplos y comparables se evaluó por medio de el ensayo ToxTracker® (Toxys, Leiden, Países Bajos). El ensayo ToxTracker es un panel de diversas líneas celulares reporteras validadas basadas en la proteína verde fluorescente (GFP) de células madre embrionarias de ratón (mES) que se pueden usar para identificar la reactividad biológica y las propiedades carcinogénicas potenciales de compuestos de nuevo desarrollo en un único ensayo. Esta metodología se basa en un planteamiento en dos etapas.

En la primera etapa se llevó a cabo una búsqueda de intervalos de dosis mediante el uso de células mES de tipo salvaje (cepa B4418). Se ensayaron 20 concentraciones diferentes para cada compuesto, comenzando con 10 mM en DMSO como concentración más alta y diecinueve diluciones consecutivas a 2 veces.

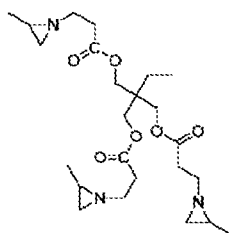
A continuación, se evaluó la genotoxicidad de las muestras y comparativos mediante el uso de genes específicos ligados a genes reporteros para la detección de daños en el ADN; es decir, biomarcadores Bsc12 (como se dilucida en US9695481B2 y EP2616484B1) y Rtnk (Hendriks *et al.* Toxicol. Sci. 2015, 150, 190-203) biomarcadores. Se evaluó la genotoxicidad al 10, 25 y 50% en ausencia y presencia de sistemas metabolizadores basados en extractos de hígado de rata S9 (ratas inducidas con aroclor1254, Moltox, Boone, NC, EE.UU.). Las líneas celulares independientes se sembraron en placas de cultivo celular de 96 pocillos, 24 hs después de sembrar las células en las placas de 96 pocillos, se añadió a las células medio celular ES fresco que contenía la sustancia de ensayo diluida. Para cada compuesto analizado, se prueban cinco concentraciones en diluciones dobles. La concentración más alta de la muestra inducirá una citotoxicidad significativa (50 a 70%). En caso de citotoxicidad nula o baja, se usa como concentración máxima de ensayo 10 mM o la concentración máxima de la mezcla soluble. La citotoxicidad se determina por recuento celular tras 24 hs de exposición mediante el uso de un citómetro de flujo Guava easyCyte 10HT (Millipore).

La inducción del reportero de GFP se compara siempre con un tratamiento de control con vehículo. La concentración de DMSO es similar en todos los pocillos para un compuesto concreto y nunca supera el 1%. Todos los compuestos se probaron en al menos tres experimentos repetidos completamente independientes. En todos los experimentos se incluyó un tratamiento de referencia positivo con cisplatino (daño del ADN). El metabolismo se evaluó por medio de la adición de extracto de hígado de S9. Las células se exponen a cinco concentraciones del compuesto de ensayo en presencia de S9 y los cofactores necesarios (RegenSysA+B, Moltox, Boone, NC, EE.UU.) durante 3 hs. Tras el lavado, las células se incuban durante 24 hs en medio celular ES fresco. La inducción de los reporteros GFP se determina tras 24 hs de exposición mediante el uso de un citómetro de flujo Guava easyCyte 10HT (Millipore). Sólo se determina la expresión de GFP en células individuales intactas. Se miden la fluorescencia GFP media y las concentraciones celulares en cada pocillo, lo que se usa para evaluar la citotoxicidad. Los datos se analizaron con el programa ToxPlot (Toxys, Leiden, Países Bajos). Los niveles de inducción indicados corresponden a concentraciones de compuestos que inducen una citotoxicidad del 10%, 25% y 50% tras 3 hs de exposición en presencia de extracto de hígado de rata S9 y 24 hs de recuperación o, alternativamente, tras 24 hs de exposición cuando no está presente el extracto de hígado de rata S9.

Un nivel de inducción positivo de los biomarcadores se define como igual o superior a una inducción de 2 veces en al menos uno de los 10, 25 y 50% de citotoxicidad en ausencia o presencia del extracto de hígado de rata S9 del sistema metabolizador; una inducción débilmente positiva como superior a 1,5 veces e inferior a 2 veces en al menos uno de los 10, 25 y 50% de citotoxicidad (pero inferior a 2 veces en 10, 25 y 50% de citotoxicidad) en ausencia o presencia del sistema metabolizador extracto de hígado de rata S9 y una negativa como inferior o igual a una inducción de 1,5 veces en 10, 25 y 50% de citotoxicidad en ausencia y presencia de sistemas metabolizadores basados en extracto de hígado de rata S9.

50 **Ejemplo 1 Comparativo**

El ejemplo comparativo 1 es CX-100, tris(2-metil-1-aziridinopropionato) de trimetilolpropano. A continuación se muestra su estructura química.



Como referencia, se evaluó el rendimiento del tris(2-metil-1-aziridinopropionato) de trimetilolpropano como reticulante por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basándose en los procedimientos de la norma DIN 68861-

1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,23 partes del compuesto con 0,60 partes de Proglyde™ DMM (éter dimetílico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80°C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,56 partes de la solución resultante a 20 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Esta composición acuosa de revestimiento se filtró y posteriormente se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm. Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recoció a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

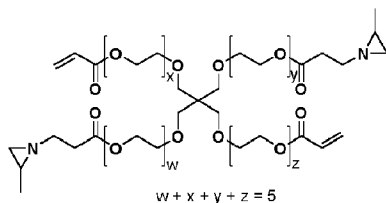
Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba C1-1	8	7	7	6

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 1	1,2	1,5	2,0	1,4	2,0	3,2	1,7	2,3	2,1	3,0	4,3	3,4

Ejemplo 2 Comparativo

508. se cargaron 7 gramos de Agisyn 2844 y 0,26 gramos de fenotiazina en un reactor de acero inoxidable equipado con un termostato. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. A continuación, la mezcla se calentó a 35°C y, posteriormente, se añadieron 25,3 gramos de imina de propileno a lo largo de 30 minutos. A continuación, la mezcla se calentó de nuevo a 45°C y se mantuvo a esa temperatura durante 36 horas. La mezcla resultante, con un peso molecular calculado del componente principal de 800,48 Da, se descargó y se sometió a pruebas de genotoxicidad. A continuación se muestra su estructura química.



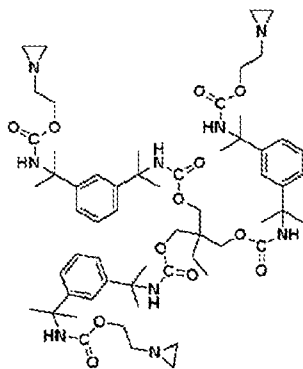
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 2	1,1	1,3	1,3	1,3	1,6	1,8	1,1	1,4	1,4	1,1	1,7	2,4

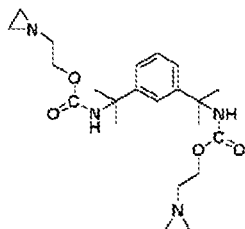
Ejemplo 3 Comparativo

10.0 gramos de 1,3-bis(1-isocianato-1-metiletil)benceno, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto, 3,56 gramos de 1-(2-hidroxietil)etilenimina, 1,83 gramos de un trimetilolpropano y 87 gramos de dimetilformamida se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. A continuación, la mezcla se calentó hasta 50°C, se mantuvo a esa temperatura durante 15 minutos y se calentó de nuevo hasta 75°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un

espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener una cera amarillenta. Los pesos moleculares calculados de los principales componentes teóricos fueron de 1127,66 Da (tres aziridinas) y 418,26 Da (dos aziridinas), las estructuras químicas se muestran a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1150,66$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1150,56$ Da.



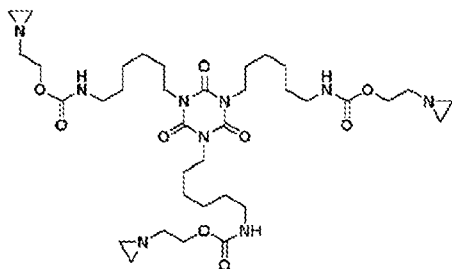
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 441,26$; Obs. $[M + Na^+] = 441,20$ Da.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 3	1,2	1,6	2,1	1,5	2,5	2,6	1,5	2,2	2,4	1,6	2,9	4,8

Ejemplo 4 Comparativo

15.0 gramos de Desmodur N 3600 y 75 gramos de dimetilformamida se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. La mezcla se calentó entonces a 50°C, tras lo cual se añadieron 6,80 gramos de 1-(2-hidroxiethyl)etilenimina. 15 minutos más tarde, se cargaron 0,03 gramos de neodecanoato de bismuto en el matraz de reacción, que se calentó de nuevo hasta 60°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro, ligeramente amarillento y muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 765,47 Da, la estructura química se muestra a continuación.



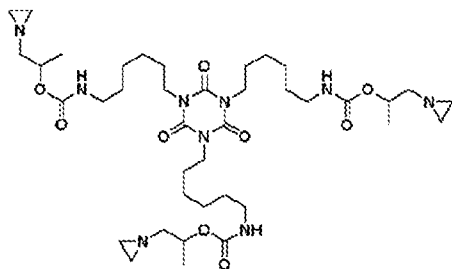
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + K^+] = 804,43$ Da; Obs. $[M + K^+] = 804,27$ Da.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 4	1,1	1,3	1,4	1,7	2,4	2,8	1,4	1,9	1,9	2,0	3,4	3,0

Ejemplo 5 Comparativo

2.se cargaron 60 gramos de 1-(aziridin-1-il)propan-2-ol, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 32 gramos de dimetilformamida en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 5,00 gramos de Desmodur N 3600 en 32 gramos de dimetilformamida gota a gota en 15 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción con un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido opaco muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 807,52 Da, la estructura química se muestra a continuación.



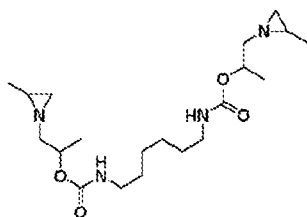
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + \text{Na}^+] = 830,52$ Da; Obs. $[M + \text{Na}^+] = 830,47$ Da.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 5	1,1	1,3	1,3	1,3	1,8	1,9	1,3	1,8	1,8	1,3	2,1	2,2

Ejemplo 6 Comparativo

9.00 gramos de 1,6-hexanodiisocianato y 74 gramos de 2-metiltetrahydrofurano se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. La mezcla se calentó entonces a 40°C, y al alcanzar esta temperatura se cargaron gradualmente 12,20 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol. Tras una exoterma pronunciada, la temperatura de reacción se estabilizó a 60 °C y se mantuvo a esta temperatura. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido viscoso opaco. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 398,29 Da, la estructura química se muestra a continuación.



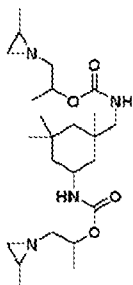
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + K^+] = 437,25$ Da; Obs. $[M + K^+] = 437,20$ Da.

5 Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	BscI 2			Rtkn			BscI 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 6	1,4	2,0	2,0	2,1	3,1	3,1	1,4	2,1	2,3	2,2	3,4	2,1

10 Ejemplo 7 Comparativo

3.00 gramos de IPDI, 28 gramos de DMF y 3,08 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. La mezcla se calentó entonces a 50°C, al alcanzar esta temperatura 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 452,34 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 475,34$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 475,32$ Da.

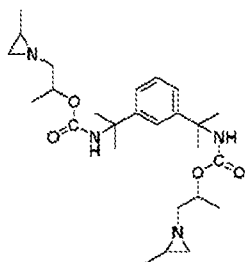
25 Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	BscI 2			Rtkn			BscI 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 7	1,2	1,6	2,4	1,6	2,5	3,8	1,2	1,6	1,7	1,6	2,7	3,5

30 Ejemplo 8 Comparativo

8. se cargaron 95 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 54 gramos de dimetilformamida en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 10,0 gramos de 1,3-bis(1-isocianato-1-metiletil)benceno en 54 gramos de dimetilformamida gota a gota en 45 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento

NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido viscoso claro. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 474,32 Da, la estructura química se muestra a continuación.



5

El peso molecular se confirmó por medio de Mald-TOF-MS: Calcd. $[M + K^+] = 513,28$ Da; Obs. $[M + K^+] = 513,19$ Da.

Prueba de genotoxicidad

10

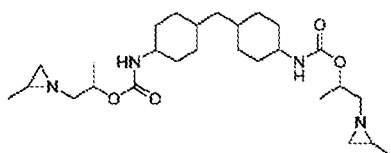
	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 8	1,2	1,7	2,3	1,4	2,3	4,8	1,1	2,1	2,1	1,3	4,2	4,9

Ejemplo 9 Comparativo

15

3.00 gramos de H12MDI, 27 gramos de DMF y 2,61 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. La mezcla se calentó entonces a 50°C, al alcanzar esta temperatura 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 492,37 Da, la estructura química se muestra a continuación.

20



25

El peso molecular se confirmó por medio de Mald-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 515,37$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 515,35$ Da.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 9	1,2	1,6	2,2	1,5	2,2	3,3	1,2	1,6	2,0	1,6	2,6	3,7

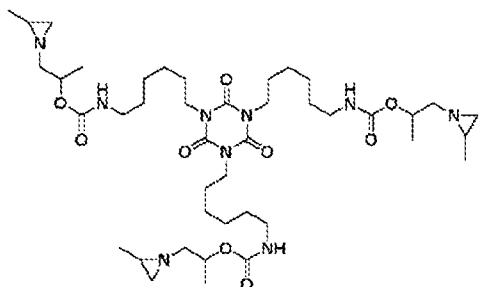
30

Ejemplo 1

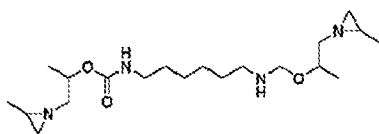
35

20.0 gramos de Desmodur N 3600, 11,98 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol y 106 gramos de 2-metiltetrahydrofurano se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. A continuación, la mezcla se calentó hasta 50°C, se mantuvo a esa temperatura durante 15 minutos y se calentó de nuevo hasta 60°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro muy viscoso.

El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 849,57 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 872,57$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 872,53$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,06 % en peso.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 1	1,2	1,3	1,3	1,2	1,2	1,4	1,2	1,3	1,2	1,2	1,1	0,9

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,41 partes de la composición con 0,60 partes de Progylde™ DMM (éter dimetilico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,67 partes de la solución resultante a 20 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 1-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 1-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 1-1	8	7	7	7
Prueba 1-2	1	1	1	1

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó además por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento con diferentes sistemas aglutinantes.

Se sintetizó un aglutinante de poliuretano de base acuosa como sigue.

Se cargó un matraz de 1 L equipado con termómetro y agitador de hélice con DMPA (13,4 gramos), pTHF650 (166,1 gramos) e IPDI (156,5 gramos). La mezcla de reacción se colocó bajo atmósfera de N₂, se calentó a 50 °C y, posteriormente, se añadieron 0,03 g de neodecanoato de bismuto. La mezcla se dejó exotermar y se mantuvo a 90°C durante 2,5 horas. El contenido de NCO del prepolímero de uretano resultante fue del 8,00% en sólidos (teóricamente 8,80%). El prepolímero se enfrió a 75°C y se añadió TEA (9,12 gramos) y la mezcla resultante se agitó durante 15 minutos. Se hizo una dispersión del prepolímero resultante introduciendo 320,2 gramos de este prepolímero en agua desmineralizada (700 gramos) a temperatura ambiente en 30 minutos. Una vez completada la alimentación, la mezcla se agitó durante 5 minutos más y se añadieron 61,6 gramos de hidracina (solución al 16% en agua). La dispersión se agitó durante 1 h más.

Para otras pruebas de detección, se mezclaron 0,35 partes de la composición reticulante con 0,07 partes de éter dimetílico de dipropilenglicol y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes del ligante de poliuretano de base acuosa descrito anteriormente bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó aún más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 1-3). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 1-4). Las películas se secaron durante 1 hora a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 16 horas y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. Posteriormente, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 1-3	-	10	-	10
Prueba 1-4	-	6	-	6

Se sintetizó un aglutinante acrílico de base acuosa de la siguiente manera.

Se cargó un matraz de 2 L y cuatro cuellos equipado con termómetro y agitador de hélice con laurilsulfato sódico (30% de sólidos en agua, 18,6 gramos de solución) y agua desmineralizada (711 gramos). La fase del reactor se colocó bajo atmósfera de N₂ y se calentó a 82 °C. Una mezcla de: i) agua desmineralizada (112 gramos), ii) laurilsulfato sódico (30% de sólidos en agua, 37,2 gramos de solución), iii) metacrilato de metilo (174,41 gramos), iv) acrilato de n-butilo (488,44 gramos) y v) ácido metacrílico (34,88 gramos) se colocó en un embudo de alimentación grande y se emulsionó con un agitador de hélice (alimentación de monómero). Se disolvió persulfato de amonio (1,75 gramos) en agua desmineralizada (89,61 gramos) y se colocó en un pequeño embudo de alimentación (alimentación del iniciador). Se disolvió persulfato de amonio (1,75 gramos) en agua desmineralizada (10,5 gramos), y esta solución se añadió a la fase del reactor. Inmediatamente después, se añadió a la fase del reactor un 5% en volumen de la alimentación de monómero. A continuación, la mezcla de reacción exotermizó hasta 85 °C y se mantuvo a 85 °C durante 5 minutos. A continuación, la alimentación de monómero residual y la alimentación de iniciador se alimentaron a la mezcla de reacción durante 90 minutos, manteniendo una temperatura de 85 °C. Una vez completadas las alimentaciones, el embudo de alimentación de monómero se enjuagó con agua desmineralizada (18,9 gramos), y la temperatura de reacción se mantuvo a 85 °C durante 45 minutos. Posteriormente, la mezcla se enfrió a temperatura ambiente y se llevó a pH= 7,2 con una solución de amoníaco (6,25 % en peso en agua desmineralizada) y se llevó a 40% de sólidos con la adición adicional de agua desmineralizada.

Para otras pruebas de detección, se mezclaron 0,89 partes de la composición reticulante con 0,18 partes de éter dimetílico de dipropilenglicol y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes del aglutinante de poliácrlato al agua descrito anteriormente bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 1-5). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 1-6). Las películas se secaron durante 1 hora a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 16 horas y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. Posteriormente, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 1-5	-	9	-	9
Prueba 1-6	-	1	-	1

Se sintetizó un aglutinante de poliéster como sigue.

- 5 Un reactor de 2 L equipado con un dispositivo de destilación, un termómetro y un agitador de techo se cargó con 2-metil-1,3-propano diol (151,9 gramos), 1,4-butano diol (152,1 gramos), ácido adípico (446,3 gramos) y ácidos grasos dímeros (371,2 gramos). La mezcla de reacción se calentó a 220°C y el agua producida por la reacción se eliminó por destilación. El agua restante se eliminó a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla fue inferior a 40 mg KOH/g. Para otras pruebas puntuales, se mezclaron 42 partes del aglutinante de poliéster con 8,4 partes de metiletilcetona (mezcla de poliéster).

10 Para otras pruebas de detección, se mezclaron 1,93 partes de la composición reticulante con 0,39 partes de éter dimetilico de dipropilenglicol y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 25,4 partes de la mezcla de poliéster descrita anteriormente bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 1-7). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 1-8).

Prueba de detección de etanol

20

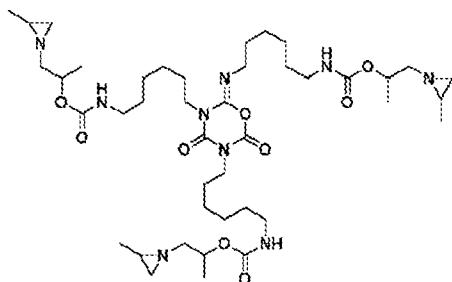
Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 1-7	-	8	-	8
Prueba 1-8	-	1	-	1

Ejemplo 2

25

Se cargaron 5,93 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 40,18 gramos de 2-metiltetrahydrofurano en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 10,0 gramos de Desmodur N 3900 en 40,18 gramos de 2-metiltetrahydrofurano gota a gota en 45 minutos, tras lo cual se calentó la mezcla hasta 75°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción con un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300^{cm-1}. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido amarillento muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 849,57 Da, la estructura química se muestra a continuación.

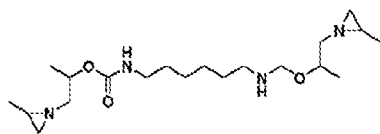
30



35

El peso molecular se confirmó por medio de MALDI-TOF-MS: Calcd. [M + Na⁺] = 872,57 Da; Obs. [M + Na⁺] = 872,62 Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:

40



estaba presente en la composición en un 1,4 % en peso.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 2	1,1	1,1	0,9	1,1	1,0	0,9	1,0	-	-	1,1	-	-

5

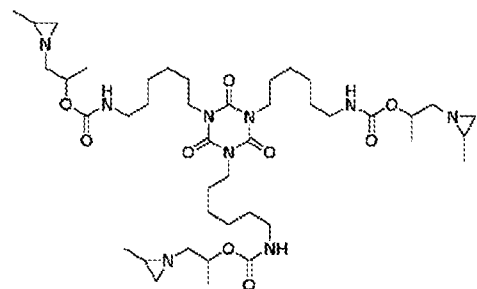
Ejemplo 3

10

15

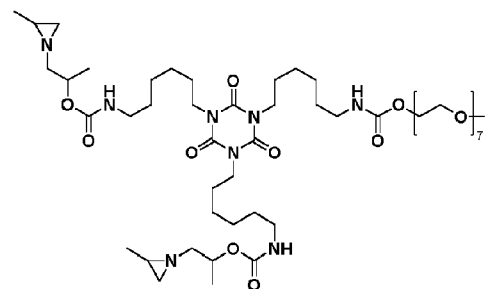
2.se cargaron 14 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol, 2,72 gramos de un poli(etilenglicol) monometiléter con un Mn medio de 350 Da, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 28 gramos de 2-metiltetrahidrofurano en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 5,13 gramos de Desmodur N 3600 en 28 gramos de 2-metiltetrahidrofurano gota a gota en 45 minutos, tras lo cual se calentó la mezcla hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción con un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm⁻¹. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro muy viscoso.

20



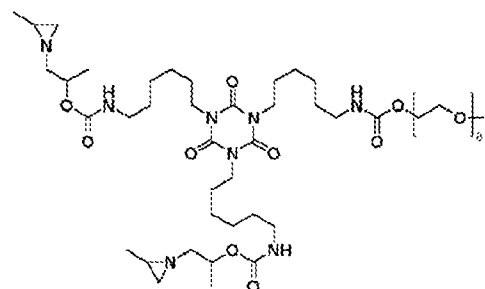
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. [M + Na⁺] = 872,57 Da; Obs. [M + Na⁺] = 872,53 Da.

25

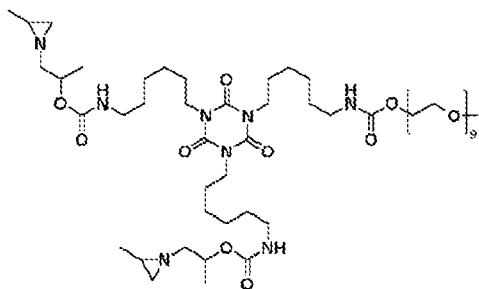


El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. [M + Na⁺] = 1097,68 Da; Obs. [M + Na⁺] = 1097,63 Da.

30



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1141,70$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1141,66$ Da.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1185,73$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1185,68$ Da.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,71 partes de la composición con 0,60 partes de Progylde™ DMM (éter dimetílico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,87 partes de la solución resultante a 20 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 3-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 3-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

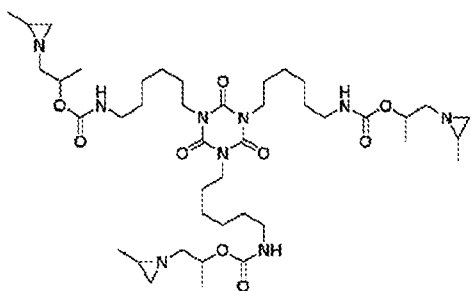
Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 3-1	8	7	6	6
Prueba 3-2	1	1	1	1

Prueba de genotoxicidad

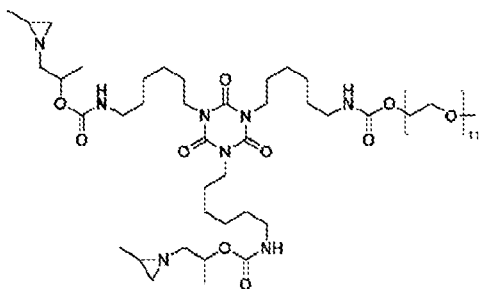
	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 3	1,1	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,3	1,4	1,4

Ejemplo 4

15,0 gramos de Desmodur N 3600, 7,09 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol, 8,21 gramos de un éter monometílico de poli(etilenglicol) con un Mn medio de 500 Da y 110 gramos de 2-metiltetrahydrofurano se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. A continuación, la mezcla se calentó hasta 50°C, se mantuvo a esa temperatura durante 15 minutos y se calentó de nuevo hasta 60°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300^{cm-1}. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro muy viscoso. Los pesos moleculares calculados de los principales componentes teóricos fueron 849,57 Da (tres aziridinas), 1250,78 Da (dos aziridinas, 11 unidades repetitivas EG), 1294,81 Da (dos aziridinas, 12 unidades repetitivas EG) y 1338,84 Da (dos aziridinas, 13 unidades repetitivas EG), las estructuras químicas se muestran a continuación.

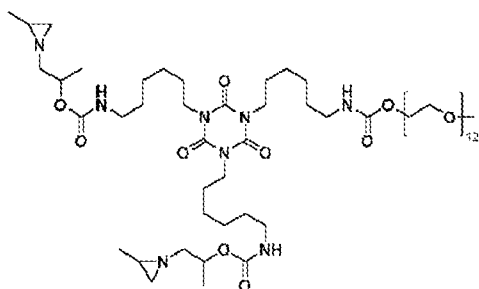


El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 872,57$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 872,54$ Da.



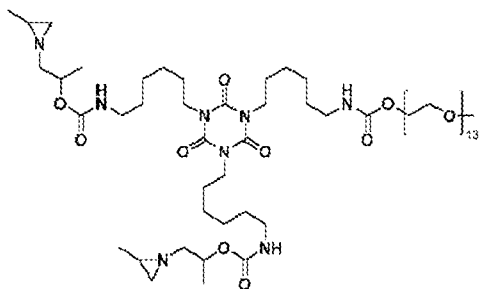
5

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1273,78$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1273,76$ Da.



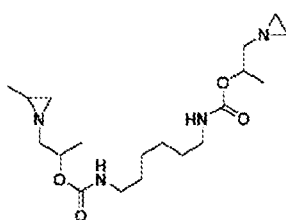
10

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1317,81$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1317,78$ Da.



15

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1361,84$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1361,81$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



20

estaba presente en la composición en un 0,26 % en peso.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bscl 2			Rtkn			Bscl 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 4	1,1	1,3	1,5	1,1	1,2	1,3	1,3	1,3	1,4	1,0	1,1	1,1

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,66 partes de la composición con 0,60 partes de Progylde™ DMM (éter dimetilico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,84 partes de la solución resultante a 21 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 4-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 4-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 4-1	8	7	7	6
Prueba 4-2	1	1	1	1

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó además por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento con diferentes sistemas aglutinantes.

Para otras pruebas de detección, se mezclaron 0,55 partes de la composición reticulante con 0,11 partes de éter dimetilico de dipropilenglicol y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes del ligante de poliuretano de base acuosa preparado como se describe en el Ejemplo 1 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 4-3). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 4-4). Las películas se secaron durante 1 hora a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 16 horas y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. Posteriormente, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 4-3	-	10	-	10
Prueba 4-4	-	6	-	6

Para otras pruebas de detección, se mezclaron 1,41 partes de la composición reticulante con 0,28 partes de éter dimetilico de dipropilenglicol y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes del aglutinante de poliacrilato al agua preparado como se describe en el Ejemplo 1 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó aún más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 4-5). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 4-6). Las películas se

secaron durante 1 hora a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 16 horas y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. Posteriormente, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 4-5	-	9	-	8
Prueba 4-6	-	1	-	1

En otra prueba, se mezclaron 3,07 partes de la composición reticulante con 0,61 partes de éter dimetílico de dipropilenglicol y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 25,4 partes de la mezcla de poliéster preparada como se describe en el Ejemplo 1 anterior bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 4-7). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 4-8).

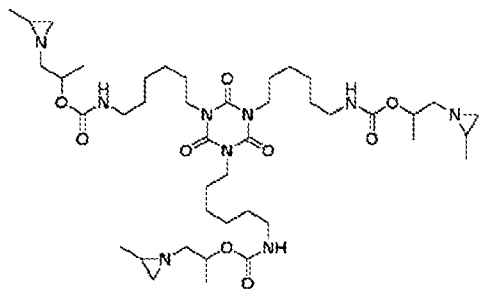
Todas las películas se secaron durante 1 hora a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 16 horas y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

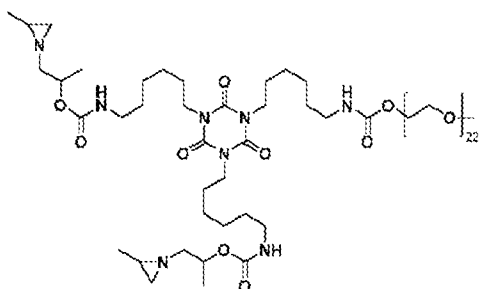
Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 4-7	-	4	-	4
Prueba 4-8	-	1	-	1

Ejemplo 5

15,0 gramos de Desmodur N 3600, 7,09 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol, 8,21 gramos de un éter monometílico de poli(etilenglicol) con un Mn medio de 1000 Da, 112 gramos de dimetilformamida se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. A continuación, se calentó la mezcla hasta 50°C, se añadieron 0,03 gramos de dilaureato de dibutilestano y, transcurridos 15 minutos, se volvió a calentar la mezcla hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm⁻¹. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido opaco muy viscoso. Los pesos moleculares calculados de los componentes principales teóricos fueron de 849,57 Da (tres aziridinas) y 1735,07 Da (dos aziridinas, 22 unidades de repetición EG), las estructuras químicas se muestran a continuación.





Prueba de genotoxicidad

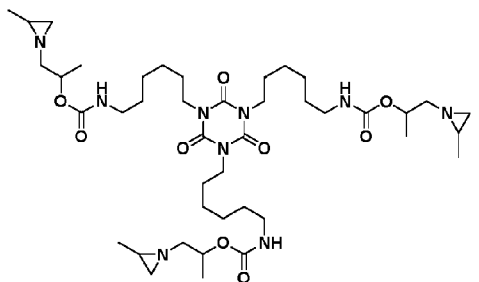
5

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 5	1,1	1,1	1,2	1,1	1,3	1,3	1,1	1,2	1,1	1,2	1,1	0,9

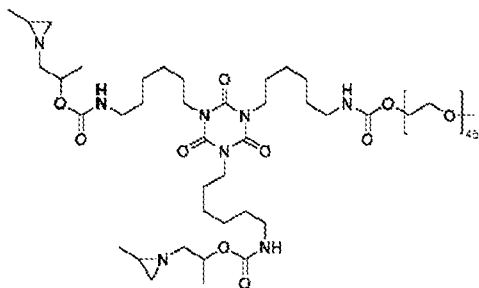
Ejemplo 6

10 6.00 gramos de Desmodur N 3600 y 89 gramos de 2-metiltetrahydrofurano se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno. A continuación se calentó la mezcla hasta 50°C, al alcanzar esta temperatura se cargaron en el matraz de reacción 2,84 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol, 13,14 gramos de un poli(etilenglicol) monometiléter con un Mn medio de 2000 Da y 0,02

15 gramos de neodecanoato de bismuto, y se calentó de nuevo hasta 60°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO a 2200-2300 cm⁻¹. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener una cera sólida blanca. Los pesos moleculares calculados de los componentes principales teóricos fueron de 849,57 Da (tres aziridinas) y 2747,67 Da (dos aziridinas, 45 unidades de repetición EG), las estructuras químicas se muestran a continuación.



20



25 El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 1,22 partes de la composición con 0,60 partes de Proglyde™ DMM (éter dimetilico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 1,21 partes de la solución resultante a 21 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 6-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma

30 composición sin reticulante (Prueba 6-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a

50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 6-1	7	6	6	6
Prueba 6-2	1	1	1	1

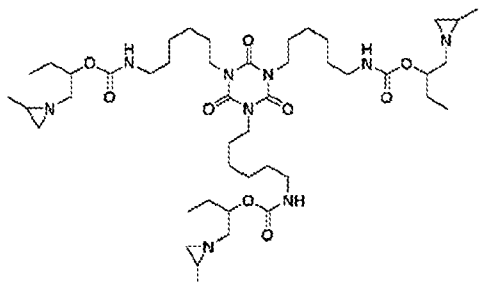
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 6	1,3	1,4	1,4	1,3	1,7	1,6	1,1	1,3	1,2	1,5	1,3	1,1

Ejemplo 7

Se colocó un vial de reacción de 10 mL bajo atmósfera de N₂, se cargó con propileno imina (2,28 gramos), 1,2-epoxibutano (3,40 gramos), se tapó, se calentó a 55°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 4 días a T= 55°C. El exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

Se cargaron 1,62 gramos de Desmodur N 3600, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 8,20 gramos de dimetilformamida en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 1,04 gramos del producto de la primera etapa en 8,20 gramos de dimetilformamida gota a gota en 15 minutos, se introdujeron otros 8,20 gramos de dimetilformamida en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación, y después se calentó la mezcla hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de el Bruker Alpha FT-IR. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm⁻¹. Posteriormente, se añadieron 0,05 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. La evaporación del disolvente *in vacuo* hasta alcanzar un 30% de sólidos produjo un líquido claro. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 891,62 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Mald-TOF-MS: Calcd. [M + Na⁺] = 914,62 Da; Obs. [M + Na⁺] = 914,66 Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,09 % en peso.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se añadieron 1,56 partes de la composición (*es decir*, al 30% de sólidos en dimetilformamida) a 15 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 7-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 7-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 7-1	-	8	-	6
Prueba 7-2	-	1	-	1

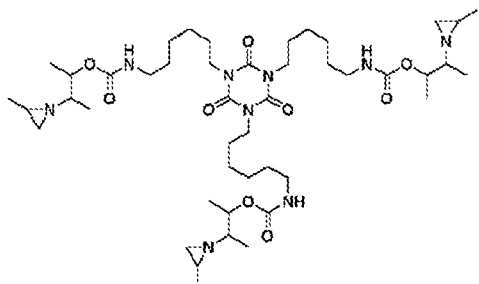
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 7	1,1	1,1	-	1,1	1,3	-	1,1	1,3	1,5	1,1	1,3	1,5

Ejemplo 8

Se cargó un vial de reacción de 20 mL con propileno imina (2,95 gramos), trans-2,3-epoxibutano (3,75 gramos) y K₂CO₃ (1,0 g), se tapó, se calentó a 55°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 11 días a T= 55°C. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

0,96 gramos de Desmodur N 3600, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 4,90 gramos de dimetilformamida en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 0,62 gramos del producto de la primera etapa en 4,90 gramos de dimetilformamida gota a gota en 15 minutos, se introdujeron otros 4,90 gramos de dimetilformamida en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación, y después se calentó la mezcla hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de el Bruker Alpha FT-IR. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm⁻¹. Posteriormente, se añadieron 0,03 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. La evaporación del disolvente *in vacuo* hasta un 45% de sólidos produjo un líquido rosáceo de baja viscosidad. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 891,62 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se añadieron 1,01 partes de la composición (es decir, al 45% de sólidos en dimetilformamida) a 15 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Después, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó a tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de aplicadores de alambón de 100 µm (Prueba 8-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 8-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 8-1	-	7	-	6
Prueba 8-2	-	1	-	1

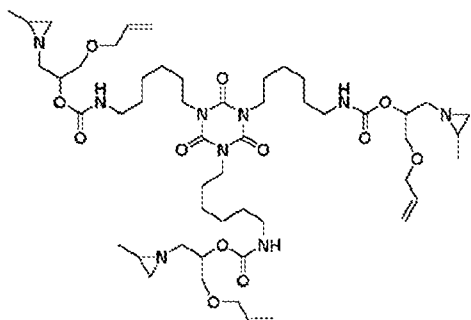
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 8	1,1	1,3	1,6	1,2	1,4	1,4	1,1	1,4	1,4	1,3	1,5	1,3

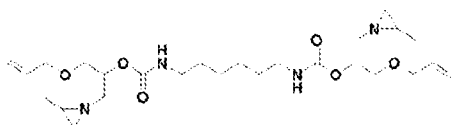
Ejemplo 9

Se cargó un vial de reacción con propileno imina (3,53 gramos), alil glicidil éter (5,07 gramos) y K_2CO_3 (0,5 gramos), se tapó y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 20 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

4.0 gramos de Desmodur N 3600, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 7,50 gramos de dimetilformamida se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 3,41 gramos del producto de la primera etapa en 7,50 gramos de dimetilformamida gota a gota en 10 minutos, se introdujeron otros 7,50 gramos de dimetilformamida en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación, y después se calentó la mezcla hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de el Bruker Alpha FT-IR. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm^{-1} . Posteriormente, se añadieron 0,13 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. La solución resultante era un líquido claro. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 1017,65 Da, la estructura química se muestra a continuación.

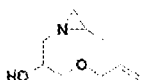


El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1040,64$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1040,75$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



5

estaba presente en la composición en 0,098 % en peso y



10

estaba presente en la composición en menos del 0,01 % en peso.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 9	1,1	1,2	1,2	1,0	1,1	1,1	1,2	1,2	1,2	1,1	1,1	1,2

15

Ejemplo 10

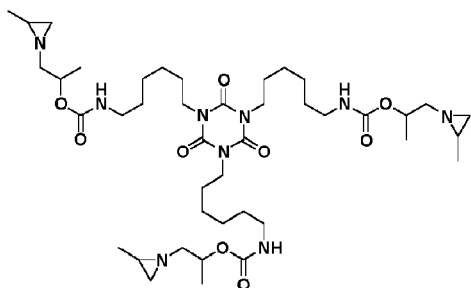
20

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó a $80^\circ C$ en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

25

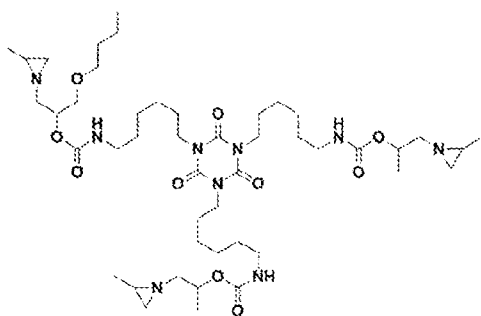
46.se cargaron 54 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) y 28,63 gramos de 1-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 32,54 gramos de 2-metiltetrahydrofurano. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a $50^\circ C$. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 100 gramos de Desmodur N 3600 en 32,54 gramos de 2-metiltetrahydrofurano gota a gota en 45 minutos, y se introdujeron otros 10 gramos de 2-metiltetrahydrofurano en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta $70^\circ C$. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en $2200-2300\text{cm}^{-1}$. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido amarillento muy viscoso. Los pesos moleculares calculados de los principales componentes teóricos fueron 849,57 Da (tres grupos laterales metilo), 921,63 Da (dos grupos laterales metilo, un grupo lateral butoximetilo), 993,68 Da (un grupo lateral metilo, dos grupos laterales butoximetilo) y 1065,74 Da (tres grupos laterales butoximetilo), las estructuras químicas se muestran a continuación.

35

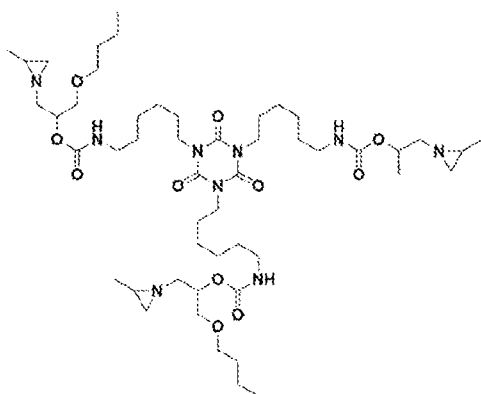


40

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 872,57$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 872,59$ Da.

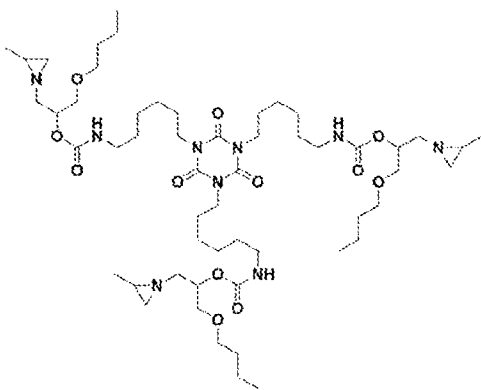


El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 944,63$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 944,66$ Da.



5

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1016,68$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1016,72$ Da.



10

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1088,74$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1088,79$ Da.

- 15 El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,74 partes de la composición con 0,74 partes de acetato de 1-metoxi-2-propilo y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 10-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 10-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recoció a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):
- 20
- 25

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 10-1	-	9	-	8
Prueba 10-2	-	1	-	1

Prueba de genotoxicidad

5

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bscl 2			Rtkn			Bscl 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 10	1,1	1,3	1,1	0,9	0,9	0,8	1,1	1,2	1,3	1,0	1,0	1,0

Ejemplo 10 Comparativo

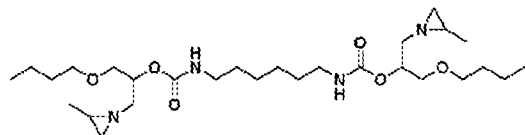
10

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con imina de propileno (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó hasta 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

15

20

20. se cargaron 9 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. 10. a continuación, se añadieron 0 gramos de HDI gota a gota en 30 minutos al matraz de reacción, tras lo cual la mezcla se calentó aún más hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR. Transcurridas 3 horas, se añadieron 0,25 g de 1-butanol a la mezcla de reacción y ésta se agitó a 80°C durante 1 hora. Tras enfriar a temperatura ambiente se obtuvo un líquido amarillento muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 542,40 Da, la estructura química se muestra a continuación.



25

El peso molecular se confirmó por medio de MALDI-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 565,40$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 565,49$ Da.

30

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bscl 2			Rtkn			Bscl 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 10	1,3	1,5	1,6	1,2	1,9	1,9	1,3	1,5	1,5	1,5	2,3	2,2

Ejemplo 11 Comparativo

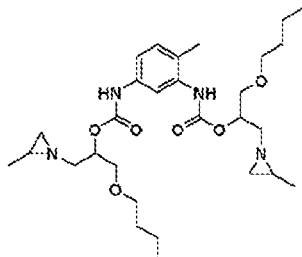
35

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó hasta 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

40

20. se cargaron 2 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. 10. a continuación se añadieron 0 gramos de TDI gota a gota en 30 minutos al matraz de reacción, tras lo cual la mezcla se calentó aún más hasta 80°C. Se tomaron

muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en $2200\text{--}2300\text{cm}^{-1}$. Tras enfriar a temperatura ambiente se obtuvo un sólido opaco. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 548,36 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 571,36$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 571,42$ Da.

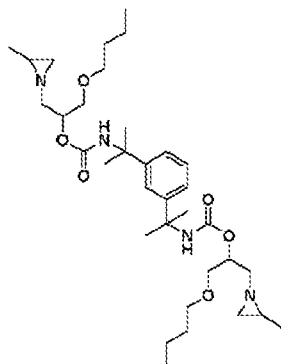
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Comp. Ej. 11	1,2	1,6	1,9	1,3	2,1	2,3	1,3	1,7	1,6	1,2	2,1	2,5

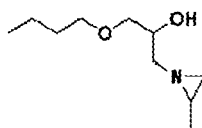
Ejemplo 11

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con imina de propileno (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó hasta 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a $T = 80^\circ\text{C}$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

8. se cargaron 72 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 24,85 gramos de 2-metiltetrahydrofurano. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C . A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 6,0 gramos de 1,3-bis(1-isocianato-1-metiletil)benceno en 24,85 gramos de 2-metiltetrahydrofurano gota a gota en 45 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 80°C . Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a $2200\text{--}2300\text{cm}^{-1}$. Posteriormente, se añadieron 0,18 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido translúcido muy viscoso de color amarillo oscuro. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 618,44 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 641,44$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 641,44$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,2 % en peso.

- 5 El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,16 partes de la composición con 0,16 partes de acetato de 1-metoxi-2-propilo y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 5 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 11-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 11-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recoció a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 11-1	-	6	-	5
Prueba 11-2	-	1	-	1

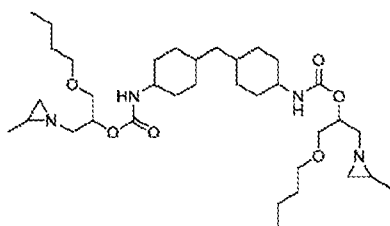
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bscl 2			Rtkn			Bscl 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 11	1,1	1,3	1,3	1,1	1,3	1,3	1,2	1,3	1,3	1,3	1,3	1,1

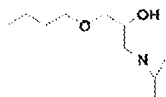
Ejemplo 12

- 30 Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N₂ y se cargó con propileno imina (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K₂CO₃ (10,00 gramos) y se calentó a 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a T= 80°C. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

- 35 8.se cargaron 12 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 23,62 gramos de 2-metiltetrahydrofurano. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 6,0 gramos de 4,4'-metilenobis(isocianato de ciclohexilo) en 23,62 gramos de 2-metiltetrahydrofurano gota a gota en 45 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm⁻¹. Posteriormente, se añadieron 0,17 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido translúcido amarillento muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 636,48 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 659,48$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 659,47$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,04 % en peso.

- El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,16 partes de la composición con 0,16 partes de acetato de 1-metoxi-2-propilo y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 5 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 12-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 12-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 12-1	-	8	-	7
Prueba 12-2	-	1	-	1

Prueba de genotoxicidad

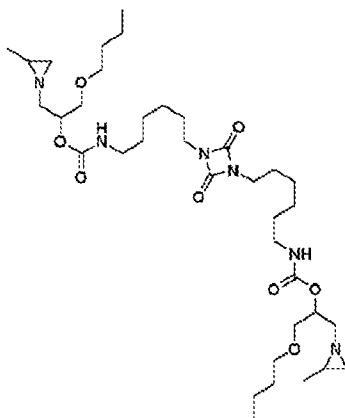
	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 12	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,1	1,0	1,0	1,0	1,0	1,1

Ejemplo 13

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó a 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación in vacuo, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

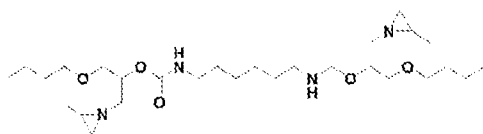
se cargaron 20 gramos de Desmodur N 3400 y 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. A continuación se añadieron 88 gramos del producto del primer etapa gota a gota en 10 minutos al matraz de reacción, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción con un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm^{-1} . Posteriormente, se añadieron 0,16 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. El producto era

un líquido amarillento muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 710,49 Da, la estructura química se muestra a continuación.



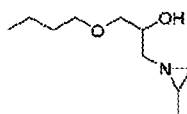
5

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 733,49$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 733,57$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



10

estaba presente en la composición en un 0,2 % en peso y



15

estaba presente en menos del 0,01 % en peso.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	BscI 2			Rtkn			BscI 2 a			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 13	1,1	1,3	-	1,1	1,2	-	1,2	1,2	-	1,4	1,6	-

20

Ejemplo 14

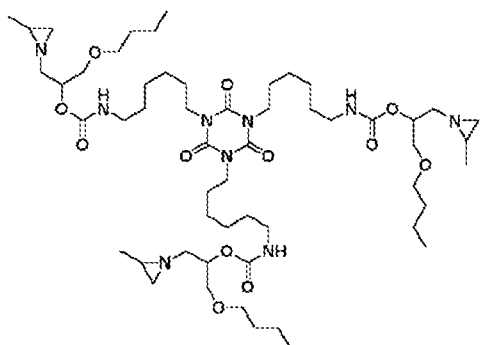
Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con imina de propileno (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó hasta 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

25

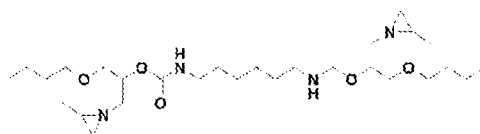
1. se cargaron 92 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 19 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 2,00 gramos de Desmodur N 3600 en 19 gramos de dimetilformamida gota a gota en 45 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en $2200-2300\text{ cm}^{-1}$. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro, amarillento y muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 1065,74 Da, la estructura química se muestra a continuación.

30

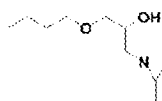
35



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1088,74$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1088,76$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,36 % en peso y



estaba presente en menos del 0,01 % en peso.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,58 partes de la composición con 0,60 partes de Proglyde™ DMM (éter dimetilico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,79 partes de la solución resultante a 20 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 14-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 14-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 14-1	8	8	8	7
Prueba 14-2	1	1	1	1

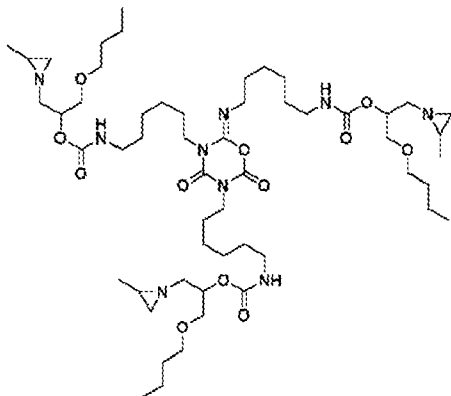
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 14	1,1	1,1	1,1	0,8	0,8	0,6	1,0	1,0	0,9	0,9	0,8	0,6

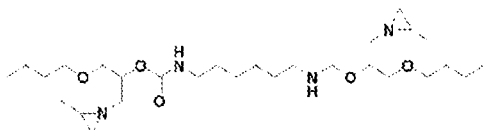
Ejemplo 15

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con imina de propileno (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó hasta 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

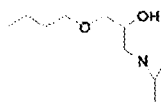
26. se cargaron 98 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 6,79 gramos de 2-metiltetrahydrofurano. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 28,00 gramos de Desmodur N 3900 en 6,79 gramos de 2-metiltetrahydrofurano gota a gota en 45 minutos, se introdujeron otros 10 gramos de 2-metiltetrahydrofurano a través del embudo de alimentación en la mezcla de reacción, y a continuación se calentó la mezcla hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en $2200-2300\text{ cm}^{-1}$. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro, amarillento y muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 1065,74 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1088,74\text{ Da}$; Obs. $[M + Na^+] = 1088,81\text{ Da}$. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,30 % en peso y



estaba presente en un 0,02 % en peso.

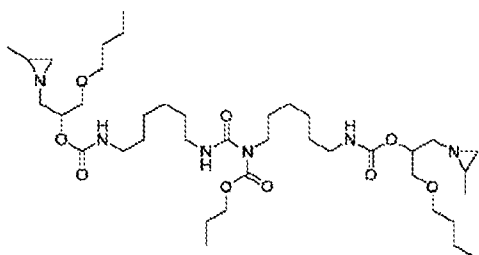
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 15	1,1	1,1	0,9	1,1	1,0	0,9	1,0	-	-	1,1	-	-

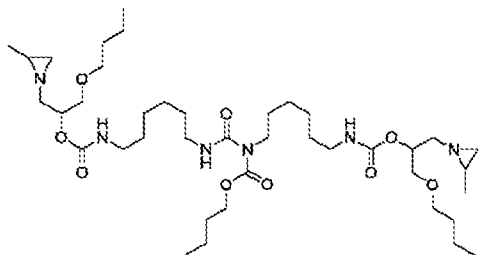
Ejemplo 16

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con imina de propileno (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó hasta 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

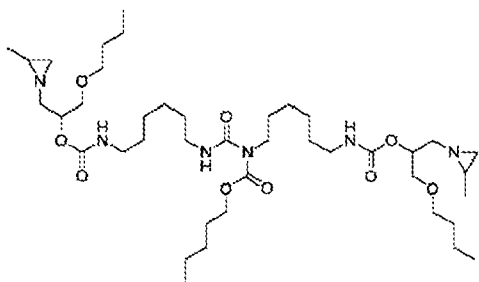
se cargaron 20 gramos de Desmodur XP 2860 y 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. 16.a continuación, se añadieron al matraz de reacción 40 gramos del producto del primer etapa gota a gota en 10 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm^{-1} . Posteriormente, se añadieron 0,16 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. El producto era un líquido amarillento translúcido muy viscoso. Los pesos moleculares calculados de los principales componentes teóricos fueron 770,55 Da (grupo lateral propilo), 784,57 Da (grupo lateral butilo) y 798,58 Da (grupo lateral pentilo), las estructuras químicas se muestran a continuación.



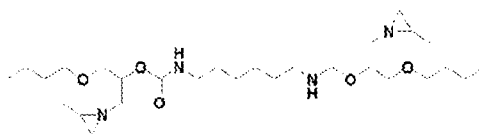
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 793,55$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 793,57$ Da.



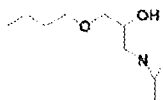
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 807,57$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 807,61$ Da.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 821,58$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 821,63$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,66 % en peso y



estaba presente en un 0,14 % en peso.

- 5 El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,62 partes de la composición con 0,62 partes de acetato de 1-metoxi-2-propilo y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 16-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 16-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

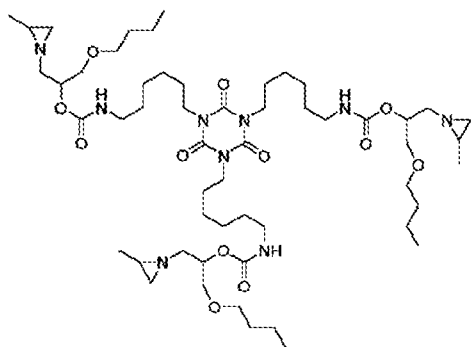
Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 16-1	-	7	-	6
Prueba 16-2	-	1	-	1

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 16	1,1	1,2	1,6	1,1	1,2	1,3	1,1	1,2	1,3	1,1	1,2	1,3

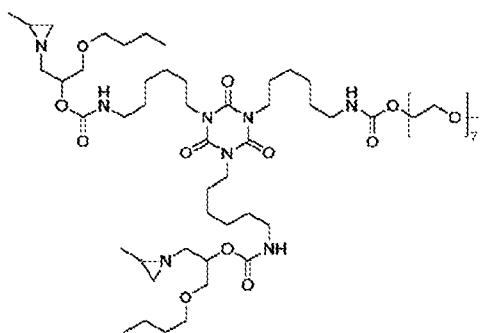
Ejemplo 17

- 30 Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N₂ y se cargó con imina de propileno (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K₂CO₃ (10,00 gramos) y se calentó hasta 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a T= 80°C. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.
- 35 18.se cargaron 21 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) y 9,45 gramos de un poli(etilenglicol) monometiléter con un Mn medio de 350 Da en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 6,29 gramos de 2-metiltetrahidrofurano. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 25,0 gramos de Desmodur N 3600 en 6,29 gramos de 2-metiltetrahidrofurano gota a gota en 25 minutos, se introdujeron otros 10 gramos de 2-metiltetrahidrofurano a través del embudo de alimentación en la mezcla de reacción, y a continuación se calentó la mezcla hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm⁻¹. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido translúcido amarillento muy viscoso. Los pesos moleculares calculados de los principales componentes teóricos fueron 1065,74 Da (tres aziridinas), 1218,79 Da (dos aziridinas, 7 unidades repetitivas EG), 1262,82 Da (dos aziridinas, 8 unidades repetitivas EG) y 1306,85 Da (dos aziridinas, 9 unidades repetitivas EG), las estructuras químicas se muestran a continuación.



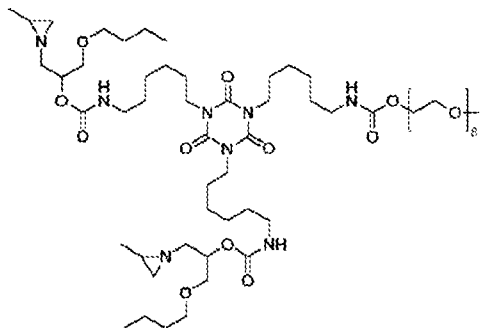
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1088,74$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1088,90$ Da.

5



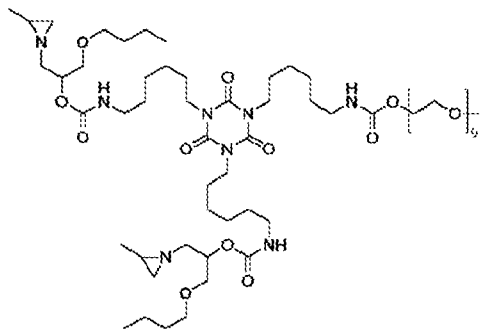
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1241,79$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1241,96$ Da.

10



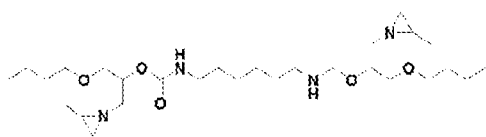
El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1285,82$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1286,00$ Da.

15

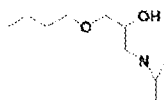


El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1329,85$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1330,03$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:

20



estaba presente en la composición en un 0,03 % en peso y



estaba presente en menos del 0,01 % en peso.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,98 partes de la composición con 0,25 partes de acetato de 1-metoxi-2-propilo y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 17-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 17-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recoció a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 17-1	-	9	-	8
Prueba 17-2	-	1	-	1

Prueba de genotoxicidad

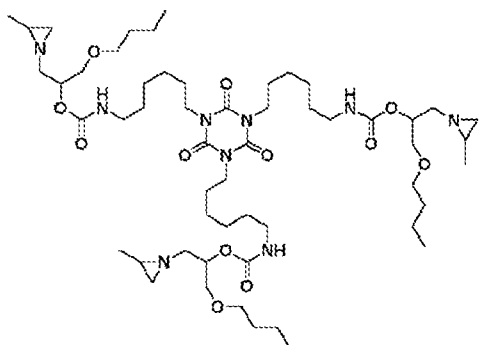
	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 17	1,2	1,3	-	1,1	1,0	-	1,1	1,2	1,3	1,2	1,2	1,2

Ejemplo 18

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N₂ y se cargó con imina de propileno (80,0 gramos), *n*-butilglicidil éter (126,0 gramos) y K₂CO₃ (10,00 gramos) y se calentó hasta 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 21 h a T= 80°C. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de una purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

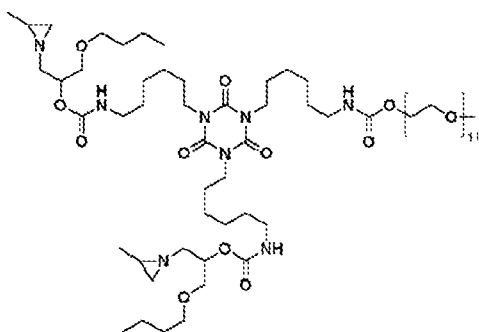
49. se cargaron 5 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 35,2 gramos de un poli(etilenglicol) monometiléter con un Mn medio de 500 Da, 0,2 gramos de neodecanoato de bismuto y 425 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 65,2 gramos de Desmodur N 3600 en 425 gramos de dimetilformamida gota a gota en 45 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 75°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm⁻¹. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro, de color amarillito oscuro y muy viscoso. Los pesos moleculares calculados de los principales componentes teóricos fueron 1065,74 Da (tres aziridinas), 1394,90 Da

(dos aziridinas, 11 unidades repetitivas EG), 1438,92 Da (dos aziridinas, 12 unidades repetitivas EG) y 1482,95 Da (dos aziridinas, 13 unidades repetitivas EG), las estructuras químicas se muestran a continuación.



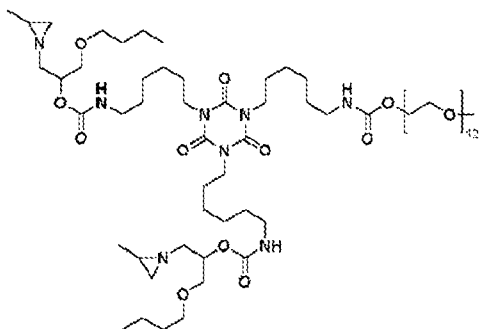
5

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1088,74$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1088,67$ Da.



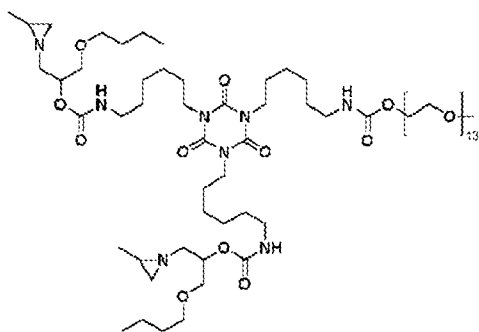
10

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1417,90$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1417,81$ Da.



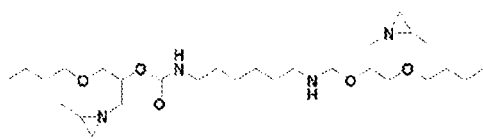
15

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1461,92$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1461,84$ Da.



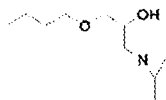
20

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1505,95$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1505,86$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,04 % en peso y

5



estaba presente en un 0,05 % en peso.

10

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,83 partes de la composición con 0,60 partes de Progylde™ DMM (éter dimetílico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,95 partes de la solución resultante a 20 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 18-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 18-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

15

20

Prueba de detección de etanol

25

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 18-1	7	7	7	6
Prueba 18-2	1	1	1	1

Prueba de genotoxicidad

30

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 18	1,0	1,1	1,2	0,9	0,9	0,7	1,1	1,2	1,3	0,9	0,8	0,7

A efectos de corroboración, también se evaluó la mutagenicidad de la composición reticulante por medio de la prueba de Ames establecida (ensayo de reversión bacteriana), de acuerdo con las siguientes directrices:

35

- Directriz 471 de la OCDE. Toxicología genética: Prueba de mutación inversa bacteriana. (Adoptado el 21 de julio de 1997).
- Directriz CE Núm. 440/2008. Parte B: Procedimientos para la determinación de la toxicidad y otros efectos sobre la salud, Directriz B.13/14: "Mutagenicidad: Prueba de mutación inversa con bacterias". Diario Oficial de la Unión Europea Núm. L142, 31 de mayo de 2008.

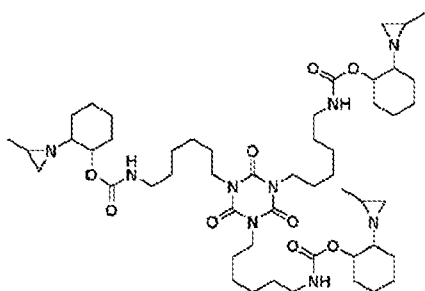
40

Este ensayo demostró que la composición reticulante descrita anteriormente no es mutagénica.

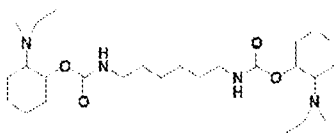
Ejemplo 19

Se cargó un vial de reacción de 20 mL con imina de propileno (2,97 gramos), óxido de ciclohexeno (4,06 gramos), se tapó, se calentó a 55°C, después de lo cual la mezcla se agitó durante 8 días a T= 55°C. El exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un polvo blanco.

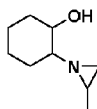
- 5 2.00 gramos de Desmodur N 3600, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 3,60 gramos de dimetilformamida se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 1,54
- 10 gramos del producto de la primera etapa en 3,60 gramos de dimetilformamida gota a gota en 10 minutos, se introdujeron otros 3,60 gramos de dimetilformamida en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación, y después se calentó la mezcla hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de el Bruker Alpha FT-IR. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm⁻¹. Posteriormente, se añadieron 0,06 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. El producto era un líquido ligeramente opaco. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 969,66 Da, la estructura química se muestra a continuación.



- 20 El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. [M + Na⁺] = 992,66 Da; Obs. [M + Na⁺] = 992,77 Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



- 25 estaba presente en la composición en un 0,27 % en peso y



- 30 estaba presente en menos del 0,01 % en peso.

- El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se añadieron 2,01 partes de la composición (*es decir*, al 25% de sólidos en dimetilformamida) a 15 partes de NeoRez[®] R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 19-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 19-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 19-1	-	8	-	6
Prueba 19-2	-	1	-	1

Prueba de genotoxicidad

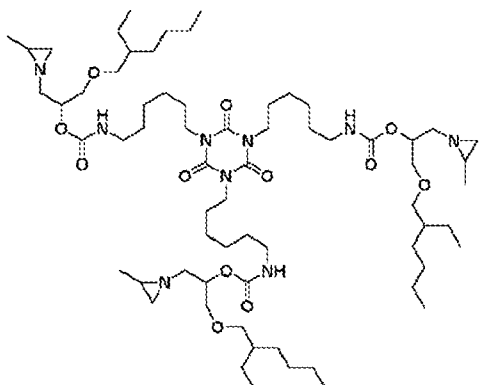
	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	BscI 2			Rtkn			BscI 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 19	1,1	1,3	-	1,2	1,3	-	1,1	1,2	1,2	1,2	1,3	1,3

5

Ejemplo 20

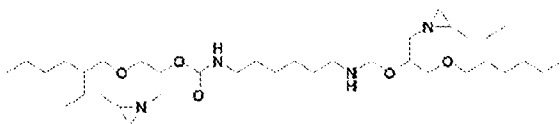
Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (91,0 gramos), 2-etilhexilglicidil éter (201,0 gramos) y K_2CO_3 (10,00 gramos) y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 47 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

se cargaron 130 gramos del material resultante en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 668 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 107,4 gramos de Desmodur N 3600 en 668 gramos de dimetilformamida gota a gota en 45 minutos, se introdujeron otros 10 gramos de dimetilformamida en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación y, a continuación, la mezcla se calentó de nuevo hasta 75°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido incoloro muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 1233,93 Da, la estructura química se muestra a continuación.



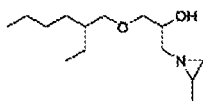
25

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1256,93$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1256,86$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



30

estaba presente en la composición en un 0,84 % en peso y



35

estaba presente en un 0,16 % en peso.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,96 partes de la composición con 0,96 partes de acetato de 1-metoxi-2-propilo y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación

40

continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 μm (Prueba 20-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 20-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 20-1	-	8	-	8
Prueba 20-2	-	1	-	1

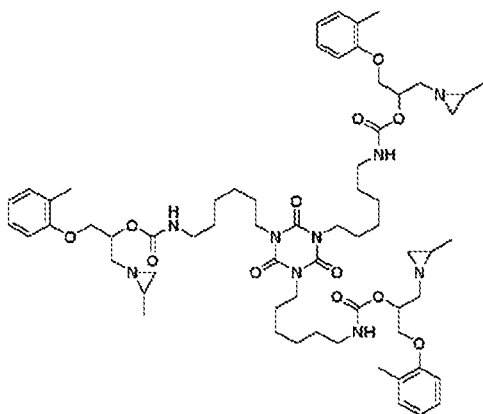
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	BscI 2			Rtkn			BscI 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 20	1,0	1,0	0,7	1,1	1,3	1,2	0,9	0,8	0,7	1,0	1,1	1,1

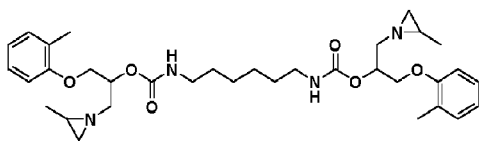
Ejemplo 21

Se cargó un vial de reacción de 20 mL con propileno imina (1,98 gramos), *o*-cresilglicidil éter (5,57 gramos), se tapó, se calentó a 55°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 20 horas a T= 55°C. El exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

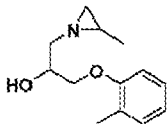
0.90 gramos de Desmodur N 3600, 0.02 gramos de neodecanoato de bismuto y 5,80 gramos de dimetilformamida se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 0,99 gramos del producto de la primera etapa en 5,80 gramos de dimetilformamida gota a gota en 5 minutos, se introdujeron otros 5,80 gramos de dimetilformamida a través del embudo de alimentación en la mezcla de reacción, y a continuación se calentó la mezcla hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de el Bruker Alpha FT-IR. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción con un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . La evaporación del disolvente *in vacuo* hasta un 43% de sólidos produjo un líquido amarillento de baja viscosidad. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 1167,69 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1190,69$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1190,77$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,08 % en peso y



estaba presente en un 0,08 % en peso.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se añadieron 0,47 partes de la composición (es decir, al 43% de sólidos en dimetilformamida) a 5 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 21-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 21-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recoció a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 21-1	-	8	-	8
Prueba 21-2	-	1	-	1

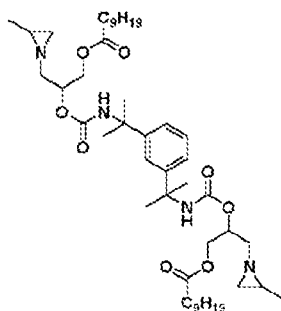
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 21	1,1	1,2	1,6	1,2	1,3	1,5	1,0	1,3	1,4	1,2	1,4	1,5

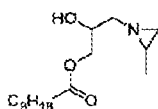
Ejemplo 22

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (69,0 gramos), Cardura E10P (201,0 gramos) y K_2CO_3 (7,30 gramos) y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 24 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro poco viscoso.

11,09 gramos del material resultante (neodecanoato de 2-hidroxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propilo) se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 46 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 5,00 gramos de 1,3-bis(1-isocianato-1-metiletil)benceno en 46 gramos de dimetilformamida gota a gota en 45 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO a 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido viscoso opaco. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 814,58 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 837,58$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 837,48$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 1,3 % en peso.

- El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,61 partes de la composición con 0,60 partes de Progylde™ DMM (éter dimetílico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,81 partes de la solución resultante a 20 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 22-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 22-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 22-1	7	7	7	7
Prueba 22-2	1	1	1	1

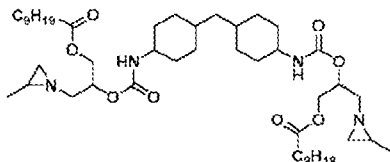
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 22	1,0	1,0	0,9	1,0	1,0	1,0	1,2	1,2	1,2	1,1	1,1	1,0

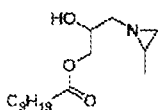
Ejemplo 23

- Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (69,0 gramos), Cardura E10P (201,0 gramos) y K_2CO_3 (7,30 gramos) y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 24 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro poco viscoso.
10. se cargaron 33 gramos del material resultante (neodecanoato de 2-hidroxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propilo) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 43 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C.

- 5 A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 5,00 gramos de 4,4'-metilenbis(isocianato de ciclohexilo) en 43 gramos de dimetilformamida gota a gota en 45 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm⁻¹. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido viscoso opaco. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 832,63 Da, la estructura química se muestra a continuación.



- 10 El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. [M + Na⁺] = 855,62 Da; Obs. [M + Na⁺] = 855,52 Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



- 15 estaba presente en la composición en un 0,2 % en peso.

- El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,64 partes de la composición con 0,60 partes de Progylde™ DMM (éter dimetilico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,83 partes de la solución resultante a 21 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 23-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 23-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

30 Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 23-1	2	2	2	2
Prueba 23-2	1	1	1	1

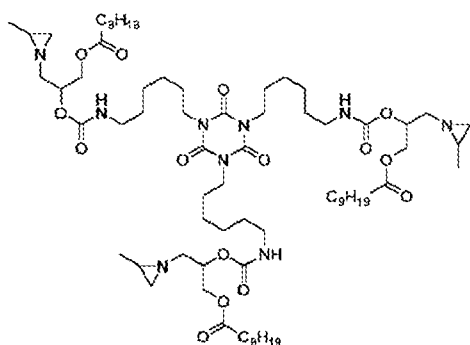
35 Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 23	1,1	1,2	1,2	1,1	1,2	1,1	1,1	1,1	1,1	1,0	1,2	1,2

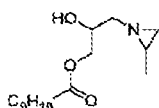
40 Ejemplo 24

- Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N₂ y se cargó con propileno imina (69,0 gramos), Cardura E10P (201,0 gramos) y K₂CO₃ (7,30 gramos) y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 24 h a T= 80°C. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro poco viscoso.

2. se cargaron 20 gramos del material resultante (neodecanoato de 2-hidroxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propilo) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 18 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 1,50 gramos de Desmodur N 3600 en 18 gramos de dimetilformamida gota a gota en 15 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm⁻¹. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido opaco muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 1359,96 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. [M + Na⁺] = 1382,95 Da; Obs. [M + Na⁺] = 1382,86 Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,27 % en peso.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,68 partes de la composición con 0,60 partes de Progylde™ DMM (éter dimetilico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,86 partes de la solución resultante a 21 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 24-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 24-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 24-1	3	2	1	1
Prueba 24-2	1	1	1	1

Prueba de genotoxicidad

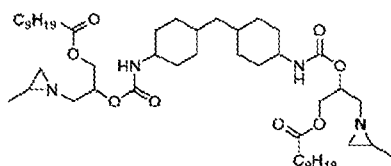
	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 24	1,1	1,2	1,0	1,1	1,2	1,0	1,0	1,1	1,1	1,1	1,1	1,2

Ejemplo 25

5 Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (69,0 gramos), Cardura E10P (201,0 gramos) y K_2CO_3 (7,30 gramos) y se calentó a $80^\circ C$, tras lo cual la mezcla se agitó durante 24 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro poco viscoso.

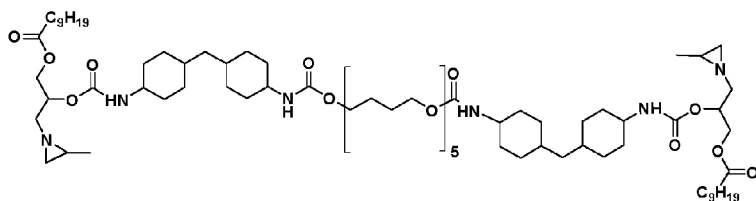
10 Se colocó un matraz de fondo redondo de 500 mL equipado con un termómetro y un agitador de techo bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con Desmodur W (60,08 gramos) y 65,35 gramos del producto de la etapa anterior. La mezcla resultante se calentó a $50^\circ C$, tras lo cual se añadió neodecanoato de bismuto (0,05 gramos). Se dejó que la mezcla se exotermizara y, a continuación, se calentó a $80^\circ C$ y se agitó durante 2,5 horas a $80^\circ C$. A continuación se añadió a la mezcla pTHF650 (74,52 gramos) y la mezcla se agitó durante 1 hora más a $80^\circ C$. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un sólido incoloro.

15 Los pesos moleculares calculados de los principales componentes teóricos fueron 832,63 Da (estructura 25-a: sin unidad de repetición pTHF650), 1473,10 (estructura 25-b: un segmento pTHF con 5 unidades de repetición de tetrametileno éter glicol), 1545,15 Da (estructura 25-c: un segmento pTHF con 6 unidades de repetición de tetrametileno éter glicol) y 2257,68 Da (estructura 25-d: dos segmentos pTHF con 6 unidades de repetición de tetrametileno éter glicol cada uno), las estructuras químicas se muestran a continuación.

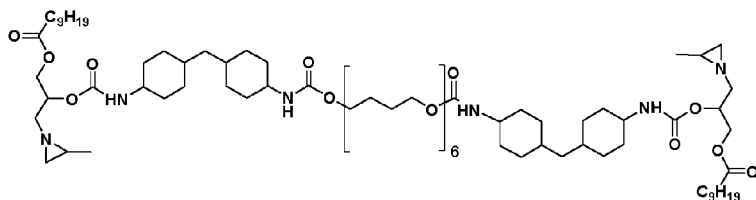
Estructura 25-a:

25

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 25-a: Calcd. $[M + Na^+] = 855,63$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 855,66$ Da.

Estructura 25-b:

35 El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 25-b: Calcd. $[M + Na^+] = 1496,10$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1496,16$ Da.

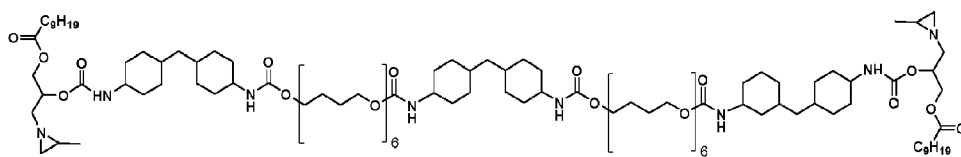
Estructura 25-c:

40

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 25-c: Calcd. $[M + Na^+] = 1568,15$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1568,21$ Da.

Estructura 25-d:

45



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 25-d: Calcd. $[M + Na^+] = 2280,68$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 2280,78$ Da.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 1,36 partes de la composición con 1,36 partes de acetato de 1-metoxi-2-propilo y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 25-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 25-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 25-1	-	8	-	8
Prueba 25-2	-	1	-	1

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 25	1,1	1,2	1,3	1,1	1,2	1,2	1,2	1,2	-	1,1	1,4	-

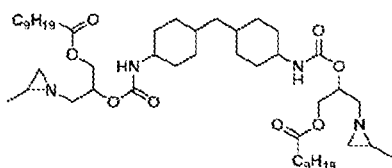
Ejemplo 26

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (69,0 gramos), Cardura E10P (201,0 gramos) y K_2CO_3 (7,30 gramos) y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 24 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro poco viscoso.

Se colocó un matraz de fondo redondo de 500 mL equipado con un termómetro y un agitador de techo bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con Desmodur W (49,60 gramos) y 53,95 gramos del producto de la etapa anterior. La mezcla resultante se calentó a 50°C, tras lo cual se añadió neodecanoato de bismuto (0,04 gramos). Se dejó que la mezcla se exotermizara y, a continuación, se calentó a 80°C y se agitó durante 2 horas a 80°C. A continuación, se añadió a la mezcla Durez-ter S 105-110 (96,40 gramos). Después de otras 2,5 horas de agitación a 80°C se añadió a la mezcla una segunda carga de Durez-ter S 105-110 (10,00 gramos) y la mezcla se agitó durante otras 11 horas a 80°C. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un sólido blanco.

El peso molecular calculado de los principales componentes teóricos fue de 832,63 Da (estructura 26-a), 1212,90 (estructura 26-b: un grupo de conexión hexanediol entre dos grupos Desmodur W procedentes del Durez-ter S 105-110), 1441,03 Da (estructura 26-c: una unidad repetitiva de poliéster), 1669,17 Da (estructura 26-d: dos unidades repetitivas de poliéster), 1897,30 Da (estructura 26-e: tres unidades repetitivas de poliéster) y 2125,44 Da (estructura 26-f: cuatro unidades repetitivas de poliéster), las estructuras químicas se muestran a continuación.

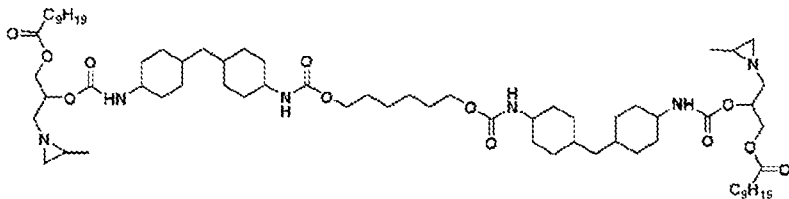
Estructura 26-a:



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 26-a: Calcd. $[M + Na^+] = 855,63$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 855,70$ Da.

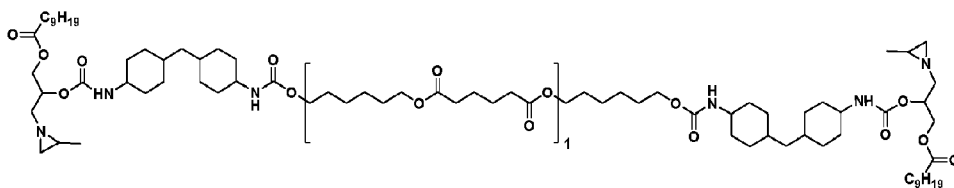
5

Estructura 26-b:



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 26-b: Calcd. $[M + Na^+] = 1235,90$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1236,01$ Da.

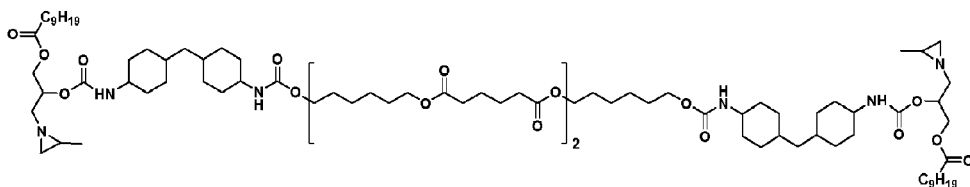
Estructura 26-c:



15

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 26-c: Calcd. $[M + Na^+] = 1464,03$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1464,16$ Da.

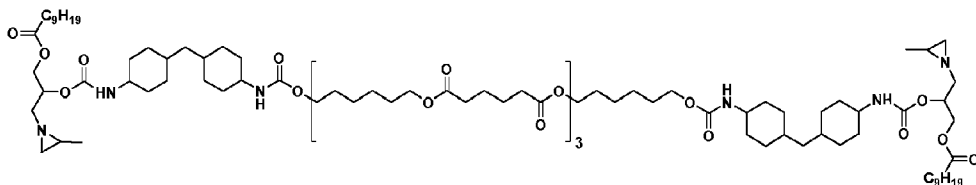
Estructura 26-d:



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 26-d: Calcd. $[M + Na^+] = 1692,17$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1692,32$ Da.

25

Estructura 26-e:

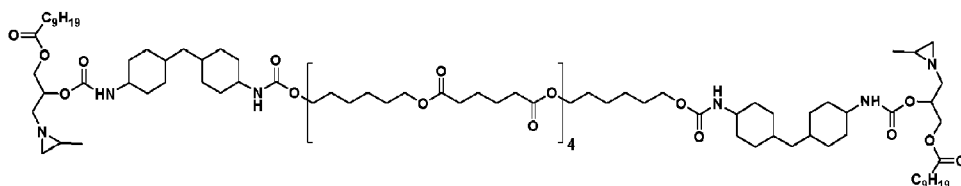


30

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 26-e: Calcd. $[M + Na^+] = 1920,30$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1920,48$ Da.

Estructura 26-f:

35



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Estructura 26-f: Calcd. $[M + Na^+] = 2148,44$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 2148,62$ Da.

El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 1,73 partes de la composición con 1,73 partes de acetato de 1-metoxi-2-propilo y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, la solución resultante se añadió a 15 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se agitó más durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 26-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 26-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 26-1	-	8	-	8
Prueba 26-2	-	1	-	1

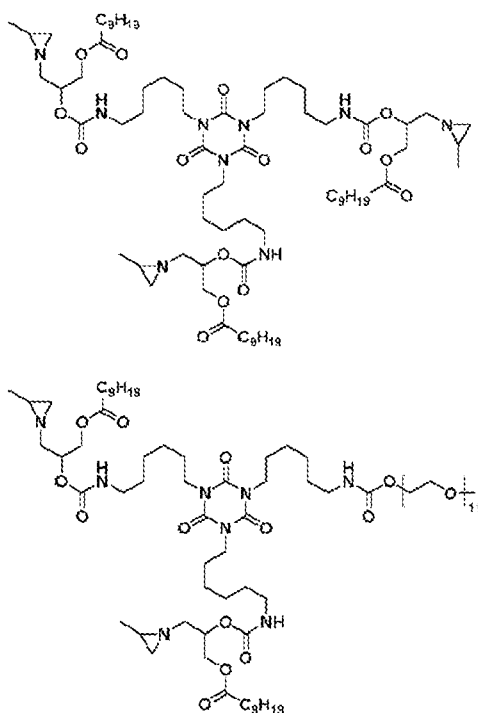
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 26	1,0	1,1	1,4	1,2	1,3	1,5	1,1	1,2	1,2	1,3	1,4	1,3

Ejemplo 27

Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (69,0 gramos), Cardura E10P (201,0 gramos) y K_2CO_3 (7,30 gramos) y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 24 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro poco viscoso.

2.se cargaron 89 gramos del material resultante (neodecanoato de 2-hidroxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propilo) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto, 1,35 gramos de un éter monometílico de poli(etilenglicol) con un Mn medio de 500 Da y 30 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 2,5 gramos de Desmodur N 3600 en 30 gramos de dimetilformamida gota a gota en 45 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm^{-1} . El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido claro muy viscoso. El peso molecular calculado de los principales componentes teóricos fue de 1359,96 Da (tres aziridinas) y 1591,04 Da (dos aziridinas, 11 unidades de repetición EG), las estructuras químicas se muestran a continuación.



5 El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,93 partes de la composición con 0,60 partes de Proglyde™ DMM (éter dimetilico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 1,02 partes de la solución resultante a 20 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 27-1). Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 27-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recoció a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 15 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 27-1	8	7	7	7
Prueba 27-2	1	1	1	1

Prueba de genotoxicidad

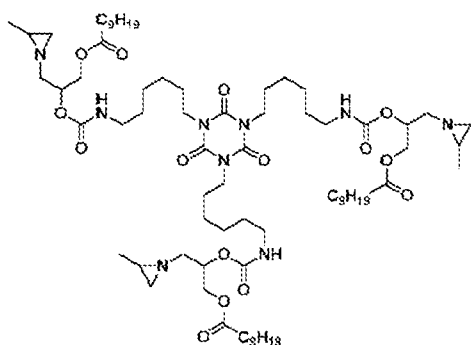
	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 27	1,1	1,1	1,1	1,1	1,0	0,8	1,1	1,1	1,0	1,0	0,9	0,8

Ejemplo 28

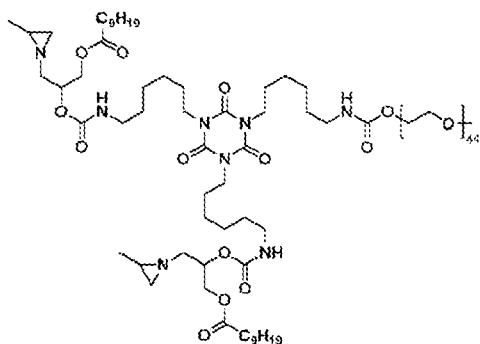
30 Se colocó un matraz de fondo redondo de 1 L equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con propileno imina (69,0 gramos), Cardura E10P (201,0 gramos) y K_2CO_3 (7,30 gramos) y se calentó a $80^\circ C$, tras lo cual la

mezcla se agitó durante 24 h a $T = 80^{\circ}\text{C}$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro poco viscoso.

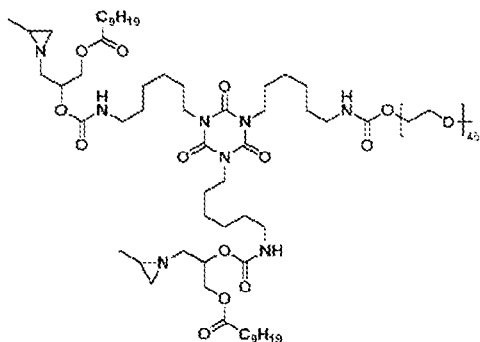
19. se cargaron 49 gramos del material resultante (neodecanoato de 2-hidroxi-3-(2-metilaziridin-1-il)propilo) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto, 37,94 gramos de un éter monometílico de poli(etilenglicol) con un Mn medio de 2000 Da y 11,07 gramos de 2-metiltetrahydrofurano. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C . A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 17,55 gramos de Desmodur N 3600 en 11,07 gramos de 2-metiltetrahydrofurano gota a gota en 45 minutos, y se introdujeron otros 10 gramos de 2-metiltetrahydrofurano en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 70°C . Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en $2200\text{--}2300\text{ cm}^{-1}$. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido opaco muy viscoso. Los pesos moleculares calculados de los principales componentes teóricos fueron 1359,96 Da (tres aziridinas), 3043,91 Da (dos aziridinas, 44 unidades repetitivas EG), 3087,94 Da (dos aziridinas, 45 unidades repetitivas EG) y 3131,96 Da (dos aziridinas, 46 unidades repetitivas EG), las estructuras químicas se muestran a continuación.



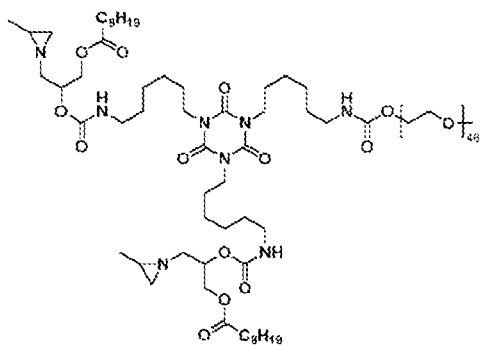
- El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + \text{Na}^+] = 1382,96\text{ Da}$; Obs. $[M + \text{Na}^+] = 1382,91\text{ Da}$.



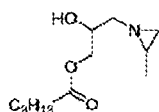
- El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + \text{Na}^+] = 3066,91\text{ Da}$; Obs. $[M + \text{Na}^+] = 3066,77\text{ Da}$.



- El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + \text{Na}^+] = 3110,94\text{ Da}$; Obs. $[M + \text{Na}^+] = 3110,79\text{ Da}$.



El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 3154,96$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 3154,81$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



estaba presente en la composición en un 0,02 % en peso.

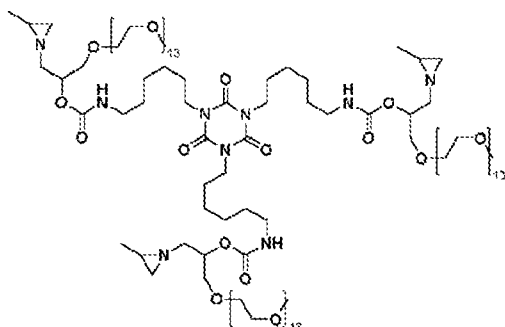
10 Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 28	1,0	1,1	1,2	1,4	1,3	1,2	1,0	1,1	1,2	1,0	1,0	1,0

15 Ejemplo 29

Se colocó un reactor de 100 mL equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con imina de propileno (2,40 gramos), epóxido de mPEG con un MW de 550 Da (10,1 gramos), 2-metiltetrahidrofurano (20 mL) y K_2CO_3 (1,1 gramos) y se calentó a $80^\circ C$, tras lo cual la mezcla se agitó durante 25 h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el disolvente y el exceso de PI se eliminaron *in vacuo*, obteniéndose un aceite viscoso de color marrón oscuro.

3. se cargaron 57 gramos del material resultante (1-(w-metoxi(oligoetilenoóxido))-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol con un MW de 550 Da) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 21 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó hasta $50^\circ C$. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 1,00 gramos de Desmodur N 3600 en 21 gramos de dimetilformamida gota a gota en 15 minutos, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta $70^\circ C$. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en $2200-2300\text{ cm}^{-1}$. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido parduzco muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 2656,62 Da, la estructura química se muestra a continuación.



El rendimiento del compuesto sintetizado como reticulante se evaluó por medio de pruebas puntuales en superficies de revestimiento, basadas en los procedimientos de la norma DIN 68861-1. Para estas pruebas, se mezclaron 0,70 partes de la composición con 0,39 partes de Progylde™ DMM (éter dimetílico de dipropilenglicol, mezcla de isómeros) y se incubaron a 80 °C durante 10 minutos bajo agitación regular. Posteriormente, se añadieron 0,73 partes de la solución resultante a 20 partes de NeoRez® R-1005 bajo agitación continua, y la mezcla resultante se siguió agitando durante 30 minutos. Posteriormente, esta composición de revestimiento se filtró y se aplicó sobre tarjetas de prueba Leneta mediante el uso de un aplicador de alambre de 100 µm (Prueba 29-1).

Como referencia, también se colaron películas de la misma composición sin reticulante (Prueba 29-2). Las películas se secaron durante 16 horas a 25 °C, después se recocieron a 50 °C durante 1 hora y se volvieron a secar durante 24 horas a 25 °C. A continuación, se empapó un trozo de algodón en 1:1 EtOH : agua desmineralizada y se colocó sobre la película durante varios periodos de tiempo. Tras retirar el EtOH y 60 minutos de recuperación, se obtuvieron los siguientes resultados (una puntuación de 1 indica una degradación completa de la película, 10 indica que no hay daños visibles):

Prueba de detección de etanol

Muestra	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
Prueba 29-1	6	6	6	5
Prueba 29-2	1	1	1	1

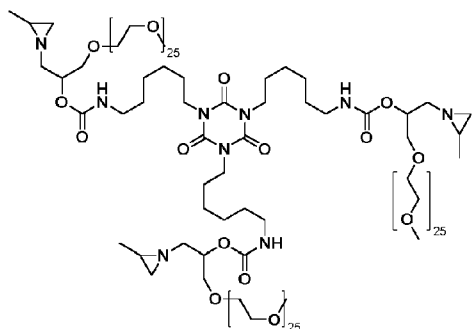
Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 29	1,1	1,4	1,4	1,0	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1

Ejemplo 30

Se colocó un reactor de 100 mL equipado con un condensador bajo una atmósfera de N₂ y se cargó con imina de propileno (1,30 gramo), epóxido de mPEG con un MW de 1 kDa (10,1 gramo), 2-metiltetrahydrofurano (50 mL) y K₂CO₃ (1,1 g) y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 25 h a T= 80°C. Tras la filtración, el disolvente y el exceso de PI se eliminaron *in vacuo*, obteniéndose un líquido viscoso de color marrón claro.

5. se cargaron 61 gramos del material resultante (1-(w-metoxi(oligoetilenoóxido))-3-(2-metilaziridin-1-il)propan-2-ol con un MW de 1 kDa Da) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 13,79 gramos de 2-metiltetrahydrofurano. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 1,00 gramos de Desmodur N 3600 en 13,79 gramos de 2-metiltetrahydrofurano gota a gota en 25 minutos, y se introdujeron otros 10 gramos de 2-metiltetrahydrofurano en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación, tras lo cual la mezcla se calentó de nuevo hasta 70°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún estiramiento NCO en 2200-2300 cm⁻¹. El disolvente se eliminó *in vacuo* para obtener un líquido parduzco muy viscoso. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 4241,57 Da, la estructura química se muestra a continuación.



Prueba de genotoxicidad

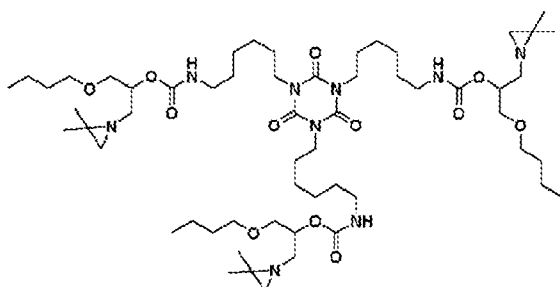
	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	Bsc1 2			Rtkn			Bsc1 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 30	1,0	1,3	1,6	0,9	0,9	1,0	1,0	1,5	1,8	0,8	0,9	1,0

5

Ejemplo 31

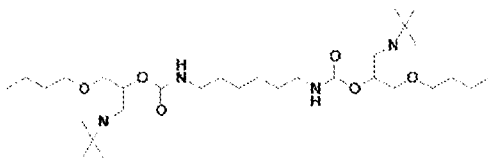
Se colocó un reactor de 100 mL equipado con un condensador bajo una atmósfera de N_2 y se cargó con 2,2-dimetilaziridina (8,00 gramos), *n*-butilglicidil éter (10,0 gramos), 2-metil tetrahydrofurano (20 mL) y K_2CO_3 (0,75 gramos) y se calentó a 80°C en 30 min, tras lo cual la mezcla se agitó durante 44h a $T = 80^\circ C$. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.

0.se cargaron 26 gramos del material resultante (1-butoxi-3-(2,2-dimetilaziridin-1-il)propan-2-ol) en un matraz de reacción equipado con un termómetro, junto con 0,01 gramos de neodecanoato de bismuto y 3 gramos de dimetilformamida. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 0,26 gramos de Desmodur N 3600 en 3 gramos de dimetilformamida gota a gota en 10 minutos, y se introdujo 1 gramo más de dimetilformamida en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm^{-1} . Posteriormente, se añadieron 0,03 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. La mezcla era un líquido opaco. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 1107,79 Da, las estructuras químicas se muestran a continuación.



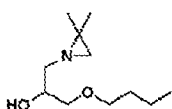
25

El peso molecular se confirmó por medio de Maldi-TOF-MS: Calcd. $[M + Na^+] = 1130,79$ Da; Obs. $[M + Na^+] = 1130,86$ Da. Los siguientes componentes con una masa inferior a 580 Da se determinaron por medio de LC-MS y se cuantificaron:



30

estaba presente en la composición en menos del 0,01 % en peso y



35

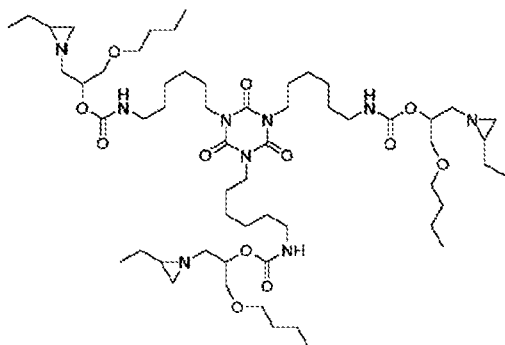
estaba presente en la composición en un 0,89 % en peso.

Prueba de genotoxicidad

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	BscI 2			Rtkn			BscI 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 31	1,2	1,2	-	1,2	1,2	-	1,1	1,1	1,1	1,2	1,2	1,3

Ejemplo 32

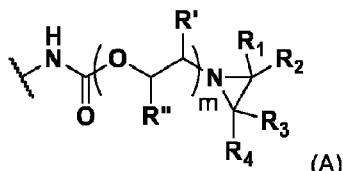
- 5 Se cargó un vial de reacción con 2-etilaziridina (2,50 gramos), n-butil glicidil éter (2,00 gramos) y K_2CO_3 (0,5 gramos), se tapó y se calentó a 80°C, tras lo cual la mezcla se agitó durante 20 h a T= 80°C. Tras la filtración, el exceso de PI se eliminó *in vacuo*, seguido de purificación adicional *por medio de* destilación *in vacuo*, obteniéndose un líquido incoloro de baja viscosidad.
- 10 4.0 gramos de Desmodur N 3600, 0,02 gramos de neodecanoato de bismuto y 8,10 gramos de dimetilformamida se cargaron en un matraz de reacción equipado con un termómetro. La mezcla se agitó con un agitador mecánico superior bajo atmósfera de nitrógeno y se calentó a 50°C. A continuación, se añadió al matraz de reacción una solución de 4,0 gramos del producto de la primera etapa en 8,10 gramos de dimetilformamida gota a gota en 10 minutos, se introdujeron otros 8,10 gramos de dimetilformamida en la mezcla de reacción a través del embudo de alimentación, y después se
- 15 calentó la mezcla hasta 80°C. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de el Bruker Alpha FT-IR. Se tomaron muestras a intervalos regulares y se controló el progreso de la reacción mediante el uso de un espectrómetro Bruker Alpha FT-IR hasta que no se observó ningún cambio en el estiramiento NCO a 2200-2300 cm^{-1} . Posteriormente, se añadieron 0,13 gramos de 1-butanol a la mezcla, tras lo cual se siguió reaccionando hasta la desaparición completa del mencionado pico de estiramiento NCO. La mezcla era un líquido
- 20 claro. El peso molecular calculado del componente principal teórico fue de 1107,79 Da, las estructuras químicas se muestran a continuación.

**Prueba de genotoxicidad**

	Sin extracto de hígado de rata S9						Con extracto de hígado de rata S9					
	BscI 2			Rtkn			BscI 2			Rtkn		
concentración →	10	25	50	10	25	50	10	25	50	10	25	50
Ej. 32	1,1	1,2	1,3	1,0	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,0	1,1	1,1

REIVINDICACIONES

1. Un compuesto multiaziridínico que tiene:
a) de 2 a 6 de las siguientes unidades estructurales (A):



por medio de

R₁ es H;

R₂ y R₄ se eligen independientemente entre H, un grupo lineal que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos, un grupo ramificado o cíclico que contiene de 3 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos, fenilo, bencilo o piridinilo; R₃ es un grupo lineal que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos, un grupo ramificado o cíclico que contiene de 3 a 8 átomos de carbono y opcionalmente contiene uno o más heteroátomos, fenilo, bencilo o piridinilo;

o R₂ y R₃, en caso de que R₂ sea distinto de H, pueden formar parte del mismo grupo cíclico que contenga de 3 a 8 átomos de carbono;

R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, preferentemente R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, más preferentemente R' es H o un grupo alquilo que contiene de 1 a 2 átomos de carbono, y

R'' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo cicloalifático que contiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, CH₂-O-(C=O)-R''', CH₂-O-R''', o CH₂-(OCR'''HCR'''H)_n-OR''' en el que R''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono y R''' es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 12 átomos de carbono o un grupo hidrocarburo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, n de 1 a 35, siendo R''' independientemente H o un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 12 átomos de carbono y R''' un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 4 átomos de carbono;

o R' y R'' pueden formar parte del mismo grupo hidrocarburo cicloalifático saturado que contenga de 5 a 8 átomos de carbono;

m es un número entero de 1 a 6.

b) una o más cadenas de enlace en las que cada una de estas cadenas de enlace une dos de las unidades estructurales A y en las que la cadena de enlace es la cadena más corta de átomos consecutivos que une dos unidades estructurales A; y

c) un peso molecular determinado por medio de espectrometría de masas MALDI-TOF como se describe en la descripción en el intervalo de 600 Daltons a 5000 Daltons.

2. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 1, en el que R₂ y R₄ se eligen independientemente entre H o un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 2 átomos de carbono, y R₃ es un grupo hidrocarburo alifático que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

3. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 1, en el que R₂ es H, R₃ es CH₃ y R₄ es H.

4. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 1, en el que R₂ es H, R₃ es CH₃ y R₄ es CH₃.

5. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que m es 1.

6. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que R' es H o un grupo alquilo que contenga de 1 a 2 átomos de carbono;

R'' = un grupo hidrocarburo alifático que contenga de 1 a 4 átomos de carbono, CH₂-O-(C=O)-R''', CH₂-O-R''' o CH₂-(OCR'''HCR'''H)_n-OR''' en el que R''' es un grupo alquilo que contenga de 1 a 12 átomos de carbono y

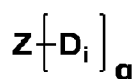
R''' es un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono, siendo n de 1 a 35, siendo R''' independientemente H o un grupo metilo y siendo R''' un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;

o R' y R'' pueden formar parte del mismo grupo hidrocarburo cicloalifático saturado que contenga de 5 a 8 átomos de carbono;

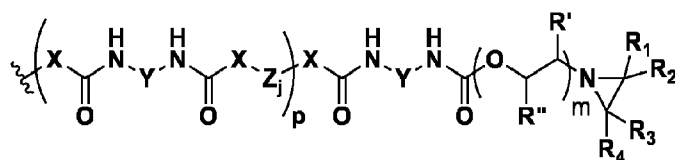
m es 1.

7. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que R' es H y R'' = un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, CH₂-O-(C=O)-R''', CH₂-O-R''' o CH₂-(OCH₂CH₂)_n-OCH₃, en el que R''' es un grupo alquilo que contiene de 3 a 12 átomos de carbono y R''' es un grupo alquilo que contiene de 1 a 12 átomos de carbono.

8. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el compuesto multiaziridínico contiene 2 o 3 unidades estructurales (A).
9. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que las cadenas de enlace constan de 6 a 100 átomos y los átomos de las cadenas de enlace son C, N y/o O.
10. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el compuesto multiaziridínico tiene un peso molecular de 840 a 3800 Daltons.
11. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el compuesto multiaziridínico comprende uno o más grupos de conexión en el que cada uno de estos grupos de conexión conecta dos de las unidades estructurales A, en el que un grupo de conexión se define como el conjunto de funcionalidades consecutivas que conectan dos unidades estructurales A y en el que los grupos de conexión consisten en al menos una funcionalidad seleccionada de entre: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático, funcionalidad de hidrocarburo aromático, funcionalidad de isocianurato, funcionalidad de iminoxadiazindiona, funcionalidad de éter, funcionalidad de éster, funcionalidad de amida, funcionalidad de carbonato, funcionalidad de uretano, funcionalidad de urea, funcionalidad de biuret, funcionalidad de alofanato, funcionalidad de uretdiona y cualquier combinación de las mismas.
12. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 11, en el que los grupos de conexión del compuesto multiaziridínico consisten en al menos una funcionalidad seleccionada entre: funcionalidad de hidrocarburo alifático, funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático, funcionalidad de hidrocarburo aromático, funcionalidad de isocianurato, funcionalidad de iminoxadiazindiona, funcionalidad de uretano, funcionalidad de urea, funcionalidad de biuret y cualquier combinación de las mismas.
13. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 11 o 12, en el que los grupos de conexión consisten en al menos una funcionalidad de hidrocarburo alifático y/o al menos una funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático y opcionalmente al menos una funcionalidad de hidrocarburo aromático y opcionalmente una funcionalidad de isocianurato o una funcionalidad de iminoxadiazindiona.
14. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 11 o 12, en el que los grupos de conexión consisten en al menos una funcionalidad de hidrocarburo alifático y/o al menos una funcionalidad de hidrocarburo cicloalifático y una funcionalidad de isocianurato o una funcionalidad de iminoxadiazindiona.
15. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el compuesto multiaziridínico se ajusta a la siguiente fórmula estructural:



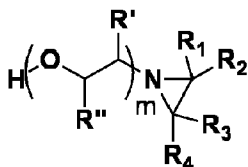
- en la que Z es un residuo molecular obtenido por medio de la eliminación de grupos reactivos isocianato XH de una molécula;
- q es un número entero de 2 a 6,
- i es un número entero de 1 a q,
- D_i tienen independientemente la siguiente fórmula estructural



- en la que X es R₁₁, S u O, siendo R₁₁ H o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono;
- Y es un grupo hidrocarburo aromático, un grupo hidrocarburo alifático, un grupo hidrocarburo cicloalifático o una combinación de los mismos;
- j es un número entero de 1 a p;
- p es un número entero de 0 a 10,
- m, R', R'', R₁, R₂, R₃ y R₄ son como se definen en cualquiera de las reivindicaciones precedentes.
16. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 15, en el que la molécula de la que se eliminan los grupos reactivos de isocianato para obtener Z es un diol, un triol, un poliéter con grupos reactivos de isocianato terminales, una poliamida con grupos reactivos de isocianato terminales, un policarbonato con grupos reactivos de isocianato terminales, o un polisiloxano con grupos reactivos de isocianato terminales cuyos grupos están unidos al siloxano a través de al menos un átomo de carbono, p es 0 y m es 1.

17. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el compuesto multiaziridínico contiene al menos un 5 % en peso y menos de un 20 % en peso de enlaces uretano.

- 5 18. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el compuesto multiaziridínico se obtiene haciendo reaccionar al menos un poliisocianato y un compuesto B con la siguiente fórmula estructural:

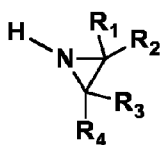


10

en la que la relación molar entre el compuesto B y el poliisocianato es de 2 a 6, más preferentemente de 2 a 4 y más preferentemente de 2 a 3, y en la que m, R', R'', R₁, R₂, R₃ y R₄ son como se definen en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

- 15 19. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 18, en el que el poliisocianato es un poliisocianato con reactividad alifática.

- 20 20. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 18 o 19, en el que el compuesto B se obtiene haciendo reaccionar al menos un compuesto monoepóxido no funcional OH con una aziridina con la siguiente fórmula estructural:



25

en la que R₁, R₂, R₃ y R₄ son como se definen en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.

21. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con la reivindicación 20, en el que el compuesto monoepóxido no funcional OH se selecciona del grupo que consiste en óxido de propileno, 2-etiloxirano, n-butilglicidiléter, 2-etilhexilglicidiléter, neodecanoato de glicidilo y cualquier mezcla de los mismos.

- 30 22. El compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el compuesto multiaziridínico contiene grupos polioxietileno (-O-CH₂-CH₂-) x o grupos polioxipropileno (-O-CH₂-CH₂-CH₂-) x o grupos politetrahidrofurano (-O-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-) x en una cantidad de al menos 0,1 % en peso y en una cantidad de menos de 45 % en peso, en relación con el compuesto multiaziridínico.

- 35 23. Composición reticulante que comprende al menos un compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes y que comprende además al menos un componente adicional.

- 40 24. La composición reticulante de acuerdo con la reivindicación 23, en la que el peso molecular de los compuestos multiaziridínicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 22 presentes en la composición reticulante está en el intervalo de 600 Daltons a 5000 Daltons.

- 45 25. La composición reticulante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 23 a 24, en la que la cantidad de moléculas funcionales de aziridina que tienen un peso molecular inferior a 580 Daltons es inferior al 5 % en peso, en relación con el peso total de la composición reticulante, en la que el peso molecular se determina mediante el uso de LC-MS como se describe en la descripción.

26. La composición reticulante de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 23 a 25, en la que la composición reticulante contiene menos del 5 % en peso de agua.

- 50 27. Uso del compuesto multiaziridínico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 22 o de la composición reticulante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 23 a 26 para reticular un polímero funcional de ácido carboxílico disuelto y/o disperso en un medio acuoso.

- 55 28. Sistema de dos componentes que comprende un primer componente y un segundo componente, cada uno de los cuales está separado y es distinto del otro, y en el que el primer componente comprende un polímero funcional de ácido carboxílico disuelto y/o disperso en un medio acuoso y el segundo componente comprende un compuesto multiaziridínico

de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 22 o una composición reticulante de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 23 a 26.

- 5 29. Un sustrato con un revestimiento obtenido por medio de (i) la aplicación de una composición de recubrimiento obtenida mezclando el primer y el segundo componente del sistema de dos componentes según la reivindicación 28 a un sustrato y (ii) el secado de la composición de recubrimiento por evaporación de volátiles.