

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication : **3 075 206**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

21 N° d'enregistrement national : **17 62529**

51 Int Cl⁸ : **C 08 G 18/70 (2018.01), A 61 K 8/87, A 61 Q 5/12,
C 08 G 18/48, C 11 D 3/37, D 06 M 15/568**

12 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION** **A1**

22 **Date de dépôt** : 19.12.17.

30 **Priorité** :

43 **Date de mise à la disposition du public de la
demande** : 21.06.19 Bulletin 19/25.

56 **Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire** : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 **Références à d'autres documents nationaux
apparentés** :

Demande(s) d'extension :

71 **Demandeur(s)** : COATEX Société par actions simpli-
fiée — FR.

72 **Inventeur(s)** : KENSICHER YVES, MAGNY BENOIT,
MATTER YVES et SUAU JEAN-MARC.

73 **Titulaire(s)** : COATEX Société par actions simplifiée.

74 **Mandataire(s)** : COATEX Société par actions simpli-
fiée.

54 **AGENT EPAISSISSANT ET COMPOSITION ASSOUPLEISSANTE.**

57 L'invention concerne le domaine de l'assouplissement ou de la lubrification de fibres textiles, naturelles, synthétiques ou mixtes ainsi que de fibres kératiniques. L'invention fournit une composition assouplissante ou adoucissante dont la rhéologie est contrôlée au moyen d'un agent épaississant particulier. Cet agent épaississant préparé à partir de plusieurs composés isocyanates fait également partie de l'invention.

FR 3 075 206 - A1



COMPOSITION ASSOUPLEISSANTE

DESCRIPTION

- 5 L'invention concerne le domaine de l'assouplissement ou de la lubrification de fibres textiles, naturelles, synthétiques ou mixtes ainsi que de fibres kératiniques. L'invention fournit une composition assouplissante ou adoucissante dont la rhéologie est contrôlée au moyen d'un agent épaississant particulier. Cet agent épaississant, préparé à partir de plusieurs composés isocyanates, fait également partie de l'invention.
- 10 Le conditionnement de fibres, notamment l'assouplissement ou la lubrification, permet généralement de lutter contre différents phénomènes entraînant la dégradation des propriétés de ces fibres, voire à la dégradation des fibres elles-mêmes. De telles dégradations peuvent se rencontrer pour des fibres textiles mais également pour des fibres
- 15 kératiniques, en particulier pour les cheveux.
- Pour développer efficacement leurs propriétés, telles qu'améliorer l'aspect et le toucher des fibres, lubrifier les fibres et réduire leur usure due aux frottements, limiter l'accumulation de charges statiques ou accélérer leur séchage, les compositions
- 20 assouplissantes doivent être homogènes, notamment en évitant une texture granuleuse ou grasseuse. Elles doivent posséder une viscosité contrôlée afin que leur emploi soit facile et efficace, notamment lorsqu'elles sont versées. Leur viscosité doit également être compatible avec la configuration des appareils automatiques dans lesquelles elles peuvent être utilisées, notamment les machines à laver le linge.
- 25 Elles doivent également être stables dans le temps et ne doivent pas jaunir.
- Ces compositions assouplissantes doivent également posséder de bonnes propriétés antistatiques.
- 30 Par ailleurs, il est important de pouvoir disposer de compositions assouplissantes qui soient de manipulation aisée, notamment lors de leur dosage. En effet, lors de l'utilisation de ces compositions assouplissantes, il est essentiel de pouvoir contrôler précisément la quantité utilisée.

Les compositions assouplissantes doivent également être suffisamment concentrées en substances actives, notamment pour limiter les volumes mis en œuvre ou pour améliorer leurs conditions de fabrication et de transport.

- 5 On connaît des agents épaississants qui ne permettent pas d'apporter de solution efficace aux problèmes rencontrés, notamment les problèmes liés à la viscosité et à la stabilité des compositions assouplissantes dans lesquelles ils sont présents.

10 Il est donc nécessaire de disposer d'agents épaississants permettant de préparer des compositions assouplissantes efficaces et dont la viscosité et la stabilité sont améliorées. Ces agents épaississants doivent également avoir une bonne compatibilité avec les différents composants des compositions assouplissantes.

15 L'invention permet d'apporter une solution à tout ou partie des problèmes rencontrés avec les agents épaississants pour compositions assouplissantes de l'état de la technique.

Ainsi, l'invention fournit un agent épaississant comprenant :

- I. au moins un composé, préparé en l'absence de tout composé diisocyanate, par réaction :
- 20 (A) d'au moins un composé monoisocyanate choisi parmi :
- (A1) un composé comprenant une unique fonction isocyanate et
- (A2) au moins un composé monoisocyanate issu de la réaction séparée
- (A2-1) d'au moins un composé comprenant au moins un
- 25 atome d'hydrogène labile et
- (A2-2) d'au moins un composé diisocyanate dissymétrique,
- (B) d'au moins un composé isocyanate comprenant plus de 2 fonctions isocyanates, et
- (C) d'au moins un composé de formule (I) :
- 30
$$(HO)-L_n-(OH)$$
- (I)
- dans laquelle L représente indépendamment un résidu poly(alkylèneglycol) et n représente un nombre allant de 40 à 400 ; et
- II. au moins un solvant non-réactif avec la fonction isocyanate.

L'agent épaississant selon l'invention comprend donc au moins un composé (I) préparé en l'absence de tout composé diisocyanate et au moins un solvant (II) non-réactif avec la fonction isocyanate.

5 De manière préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) de formule (II) :



(II)

10 dans laquelle R représente un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, de préférence un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ou un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique comprenant de 8 à 40 atomes
15 de carbone ou encore un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique comprenant de 8 à 40 atomes de carbone.

De manière plus préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) de formule (II) dans laquelle R représente un groupement
20 hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique comprenant de 10 à 32 atomes de carbone ou de 10 à 30 atomes de carbone, de préférence de 12 à 24 atomes de carbone, plus préférentiellement de 14 à 22 atomes de carbone.

De manière également plus préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) de formule (II) dans laquelle R représente un
25 groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 10 à 32 atomes de carbone ou de 10 à 30 atomes de carbone, de préférence de 12 à 24 atomes de carbone, plus préférentiellement de 14 à 22 atomes de carbone.

30 De manière également plus préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) de formule (II) dans laquelle R représente un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique ou aromatique comprenant de 10 à 32 atomes de carbone ou de 10 à 30 atomes de carbone, de préférence de 12 à 24 atomes de carbone, plus préférentiellement de 14 à 22 atomes de carbone.

De manière particulièrement préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) de formule (II) dans laquelle R représente un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique comprenant de 14 à 22 atomes de carbone, en particulier un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 14 à 22 atomes de carbone ou un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique ou aromatique comprenant de 14 à 22 atomes de carbone.

De manière également plus particulièrement préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) de formule (II) dans laquelle R représente :

- un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 8 à 19 atomes de carbone ou de 8 à 18 atomes de carbone ; ou
- un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique, ou aromatique, comprenant de 8 à 19 atomes de carbone ou de 8 à 18 atomes de carbone.

15

De manière également plus particulièrement préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) de formule (II) dans laquelle R représente :

- un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 8 à 11 atomes de carbone ou 13 atomes de carbone ou de 15 à 18 atomes de carbone ou de 15 à 19 atomes de carbone ; ou
- un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique, ou aromatique, comprenant de 8 à 11 atomes de carbone ou de 8 à 11 atomes de carbone ou 13 atomes de carbone ou de 15 à 18 atomes de carbone ou de 15 à 19 atomes de carbone.

20

De manière également plus particulièrement préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) de formule (II) dans laquelle R représente :

- un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 21 à 40 atomes de carbone ou de 21 à 32 atomes de carbone ou bien encore de 22 à 40 atomes de carbone ou de 22 à 32 atomes de carbone ; ou
- un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique, ou aromatique, comprenant de 21 à 40 atomes de carbone ou de 21 à 32 atomes de carbone ou bien encore de 22 à 40 atomes de carbone ou de 22 à 32 atomes de carbone.

25

30

De manière également particulièrement préférée, l'agent épaississant selon l'invention est préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A1) choisi parmi :

- 5 • les composés monoisocyanates aromatiques, notamment phenyl isocyanate, diphenylmethane monoisocyanate, 2-phenylethyl isocyanate, 4-tolyl isocyanate, 2-tolyl isocyanate, 2,5-dimethylphenyl isocyanate, 3,4-dimethylphenyl isocyanate, 2,3-dimethylphenyl isocyanate, 4-isocyanato-4'-methyldiphenylmethane ;
- 10 • les composés monoisocyanates aromatiques polyfonctionnels, notamment 2-methoxy-4-nitrophenyl isocyanate, polymethylene polyphenyl isocyanate ;
- les composés alkyl-monoisocyanates, notamment hexyl-isocyanate, heptyl-isocyanate, octyl-isocyanate, n-nonyl-isocyanate, decyl-isocyanate, undecyl-isocyanate, dodecyl-isocyanate, tridecyl-isocyanate, tetradecyl-isocyanate, cetyl-isocyanate, 2-ethyl-hexyl-isocyanate, n-octyl-isocyanate, isononyl-isocyanate, 15 stearyl-isocyanate, decyl-isocyanate, undecyl-isocyanate, dodecyl-isocyanate, tridecyl-isocyanate, tetradecyl-isocyanate, cetyl-isocyanate, behenyl-isocyanate, lignoceryl-isocyanate, cerotyl-isocyanate, eicosanyl-isocyanate ;
- les composés cycloalkyl-monoisocyanates, notamment cyclohexyl-isocyanate, 1-isocyanatomethyl-1,3,3-trimethylcyclohexane ;
- 20 • les composés monoisocyanates insaturés, notamment myristolyl-isocyanate, palmitoleyl-isocyanate, sapienyl-isocyanate, oleyl-isocyanate, élaïdyl-isocyanate.

Comme composé monoisocyanate (A1) mis en œuvre selon l'invention spécialement préféré, on peut citer :

- 25 • les composés monoisocyanates saturés, notamment decyl-isocyanate, undecyl-isocyanate, dodecyl-isocyanate, tridecyl-isocyanate, tetradecyl-isocyanate, cetyl-isocyanate, stearyl-isocyanate, behenyl-isocyanate, lignoceryl-isocyanate, cerotyl-isocyanate, eicosanyl-isocyanate ;
- 30 • les composés monoisocyanates insaturés, notamment myristolyl-isocyanate, palmitoleyl-isocyanate, sapienyl-isocyanate, oleyl-isocyanate, élaïdyl-isocyanate, linoleyl-isocyanate, linolenyl-isocyanate, arachidonyl-isocyanate, eicosapentanyl-isocyanate.

Selon l'invention, le composé (I) peut être préparé à partir d'un composé monoisocyanate (A) qui est un composé (A1) ou un composé (A2). Les composés (A1) et (A2) ne sont pas des composés diisocyanates.

5 Le composé (A2) peut néanmoins être préparé à partir d'un composé (A2-1) qui comprend au moins un atome d'hydrogène labile, et d'au moins un composé diisocyanate qui est un composé diisocyanate dissymétrique.

10 De manière préférée selon l'invention, le composé (A2-1) est choisi parmi un composé comprenant au moins un atome d'hydrogène labile et réactif avec le composé diisocyanate dissymétrique.

De manière préférée selon l'invention, le composé (A2-1) est un composé comprenant au moins un groupement hydroxyle ; un composé comprenant une fonction amine primaire ou une fonction amine secondaire ; un acide carboxylique ; un composé mercaptan.

15 De manière plus préférée selon l'invention, le composé (A2-1) est un composé comprenant un groupement hydroxyle. Il s'agit notamment d'un monoalcool, par exemple un monoalcool linéaire, ramifié ou cyclique en C₈-C₄₀ ou en C₈-C₃₂, de préférence en C₁₀-C₃₀, plus préférentiellement en C₁₂-C₂₄, bien plus préférentiellement en C₁₄-C₂₂.

20 De manière préférée selon l'invention, le composé (A2-2) est choisi parmi les composés diisocyanates aromatiques dissymétriques et les composés diisocyanates alicycliques dissymétriques.

De manière plus préférée selon l'invention, le composé (A2-2) est choisi parmi 2,4'-diisocyanate de diphenylméthylène (2,4'-MDI), 2,4'-dibenzyl diisocyanate (2,4'-DBDI), 2,4-diisocyanate de toluène (2,4-TDI) ; diisocyanate d'isophorone (IPDI).

25

Par ailleurs et de manière essentielle selon l'invention, le caractère dissymétrique du composé diisocyanate (A2-2) conduit à une réactivité différente des deux fonctions isocyanates qu'il comprend. En effet, de manière générale, les cinétiques de réaction des deux fonctions isocyanates sont différentes. Ainsi, le composé uréthane selon l'invention est fonctionnalisé de manière contrôlée.

30

Selon l'invention, le composé (I) est préparé à partir d'un composé (A) et d'un composé (B) comprenant plus de deux fonctions isocyanates. Le composé (B) n'est donc pas un composé diisocyanate.

De manière préférée selon l'invention, le composé (B) est un composé isocyanate comprenant plus de 2,2 fonctions isocyanates ou plus de 2,5 fonctions isocyanates, de préférence plus de 2,6 fonctions isocyanates, plus préférentiellement plus de 2,7 fonctions isocyanates ou plus de 3 fonctions isocyanates.

5 De manière également préférée selon l'invention, le composé (B) est un composé isocyanate comprenant de 2,2 à 6 fonctions isocyanates, de 2,2 à 5 fonctions isocyanates, de 2,2 à 4 fonctions isocyanates, de 2,2 à 3,5 fonctions isocyanates, de 2,5 à 6 fonctions isocyanates, de 2,5 à 4 fonctions isocyanates, de 2,5 à 3,5 fonctions isocyanates, notamment de 2,6 à 3,3 fonctions isocyanates.

10 De manière plus préférée selon l'invention, le composé (B) est un composé isocyanate comprenant de 2,2 à 3,5 fonctions isocyanates, de 2,5 à 6 fonctions isocyanates, de 2,5 à 4 fonctions isocyanates, de 2,5 à 3,5 fonctions isocyanates, notamment de 2,6 à 3,3 fonctions isocyanates.

De manière également plus préférée selon l'invention, le composé (B) est un composé
15 choisi parmi :

- le triphenylmethane-4,4',4''-triisocyanate ou 1,1',1''-methylidynetris (4-isocyanatobenzene) ;
- un composé isocyanurate, notamment un composé isocyanurate d'un composé
choisi parmi :

20 ○ les composés diisocyanates aromatiques symétriques, de préférence :
 ▪ 2,2'-diisocyanate de diphenylméthylène (2,2'-MDI) et
 4,4'-diisocyanate de diphenylméthylène (4,4'-MDI) ;

 ▪ 4,4'-dibenzyl diisocyanate (4,4'-DBDI) ;

 ▪ 2,6-diisocyanate de toluène (2,6-TDI) ;

25 ▪ m-xylène diisocyanate (m-XDI) ;

○ les composés diisocyanates alicycliques symétriques, de préférence
méthylène bis(4-cyclohexylisocyanate) (H₁₂MDI) ;

○ les composés diisocyanates aliphatiques symétriques, de préférence
diisocyanate d'hexaméthylène (HDI), diisocyanate de pentaméthylène
30 (PDI) ;

○ les composés diisocyanates aromatiques dissymétriques, de préférence :

 ▪ 2,4'-diisocyanate de diphenylméthylène (2,4'-MDI) ;

 ▪ 2,4'-dibenzyl diisocyanate (2,4'-DBDI) ;

 ▪ 2,4-diisocyanate de toluène (2,4-TDI) ;

- un composé trimère de biuret, notamment un composé trimère de biuret d'un composé choisi parmi :
 - les composés diisocyanates aromatiques symétriques, de préférence :
 - 2,2'-diisocyanate de diphenylméthylène (2,2'-MDI) et 4,4'-diisocyanate de diphenylméthylène (4,4'-MDI) ;
 - 4,4'-dibenzyl diisocyanate (4,4'-DBDI) ;
 - 2,6-diisocyanate de toluène (2,6-TDI) ;
 - m-xylène diisocyanate (m-XDI) ;
 - les composés diisocyanates alicycliques symétriques, de préférence méthylène bis(4-cyclohexylisocyanate) (H₁₂MDI) ;
 - les composés diisocyanates aliphatiques symétriques, de préférence diisocyanate d'hexaméthylène (HDI), diisocyanate de pentaméthylène (PDI) ;
 - les composés diisocyanates aromatiques dissymétriques, de préférence :
 - 2,4'-diisocyanate de diphenylméthylène (2,4'-MDI) ;
 - 2,4'-dibenzyl diisocyanate (2,4'-DBDI) ;
 - 2,4-diisocyanate de toluène (2,4-TDI) ;
- les composés diisocyanates alicycliques dissymétriques, de préférence diisocyanate d'isophorone (IPDI).

20

De manière particulièrement préférée selon l'invention, le composé (B) est un composé choisi parmi triphenylmethane-4,4',4''-triisocyanate, 1,1',1''-methylidynetris (4-isocyanatobenzene), un isocyanurate de HDI, un isocyanurate d'IPDI, un isocyanurate de PDI, un trimère de biuret de HDI, un trimère de biuret d'IPDI et un trimère de biuret de PDI.

25

Outre les composés (A) et (B), le composé (I) selon l'invention est préparé à partir d'un composé (C). Le composé (C) est un composé de formule (I).

30

De manière préférée, le composé (C) est un composé de formule (I) dans laquelle :

- L représente indépendamment un résidu poly(éthylèneglycol) ; ou
- n représente un nombre allant de 50 à 400, de préférence de 100 à 300 ; ou
- L représente indépendamment un résidu poly(éthylèneglycol) et n représente un nombre allant de 50 à 400, de préférence de 100 à 300.

Selon l'invention, la masse moléculaire du composé (C) mis en œuvre peut varier. Selon l'invention, la masse molaire est calculée à partir de l'indice d'hydroxyle déterminé selon la norme DIN 53240-1, désormais norme DIN EN ISO 4629-1, en appliquant la formule : $(56\ 100 \times \text{fonctionnalité en groupements OH}) / \text{indice d'hydroxyle}$.

5 De manière préférée, le composé (C) de formule (I) a une masse molaire (M_w) allant de 1 500 à 20 000 g/mol. De manière préférée, cette masse molaire (M_w) va de 2 000 à 20 000 g/mol, plus préférentiellement de 4 000 à 15 000 g/mol.

10 Lors de la préparation du composé (I) mis en œuvre selon l'invention, les quantités respectives des composés (A), (B) et (C) peuvent varier. En particulier, la quantité molaire de composé monoisocyanate (A) peut être plus élevée que la quantité molaire de composé (C). De manière préférée, la quantité molaire de composé monoisocyanate (A) est environ deux fois plus élevée que la quantité molaire de composé (C).

15 Outre le composé (I), l'agent épaississant selon l'invention comprend au moins un solvant (II). Selon l'invention, le solvant (II) est non-réactif avec la fonction isocyanate. De manière avantageuse, l'agent épaississant selon l'invention comprend un unique solvant (II). Il peut néanmoins comprendre deux, trois ou quatre solvants (II) différents.

20 De manière préférée selon l'invention, le solvant (II) est un solvant aprotique non-réactif avec la fonction isocyanate.

De manière également préférée, le solvant (II) est choisi parmi cétones, éthers, dérivés éthyliques aprotiques, diéthers, éthers couronne, esters, diesters, carbonates, furannes, solvants halogénés, alcanes, alcènes, alcynes, composés aromatiques, solvants issus de
25 ressources renouvelables, des solvants azotés ou soufrés, huiles minérales, huiles silicones et leurs combinaisons.

De manière avantageuse selon l'invention, le solvant (II) est choisi parmi :

- l'acétone, l'acétophénone, la butanone, la cyclopentanone, l'ethylpropyl cétone, la
30 2-hexanone, l'isophorone, la méthylbutyl cétone, la méthyl 2-pentanone,
- les polyalkylènes glycol dialkyl ethers, par exemple l'éthylène glycol diméthyl éther, l'éthylène glycol diéthyl éther, l'éthylène glycol dibutyl éther, le diéthylène glycol diméthyl éthers, le dioxane, le tétrahydrofurane, les oxiranes, les oxanes, les éthers de plus haut poids moléculaire, les éthers couronnes,

- l'acétate d'éthyle, l'éthylène glycol méthyl éther acétate, l'éthylène glycol monoéthyl éther acétate, l'éthylène glycol monobutyl éther acétate, le propylène glycol méthyl éther acétate, l'éthylène glycol diacétate, le diéthylène glycol diacétate, le triéthylène glycol diacétate, l'éthylène glycol méthyl ether acétate, l'éthylène glycol éthyl ether acétate, l'éthylène glycol monobutyl ether acétate, le propylène glycol monoethyl ether acétate, l'éthoxyéthyl acétate, le diéthylène monoéthyl ether acétate, le dipropylène glycol monométhyl ether acétate, des diesters de polyalkylène glycol, par exemple des diesters de polyéthylène glycol, des esters de méthoxy polyéthylène glycol,
- les carbonates d'alkyle, carbonate d'éthylène et carbonate de propylène,
- Les furannes, les pyranes et leurs dérivés tels que le furfural, le 2-méthylfuranne.
- le dichlorométhane, le trichlorométhane, le dibromométhane, le tribromométhane, le chlorobenzène, le dichlorobenzène,
- le pentane, l'hexane, le cyclohexane, l'heptane,
- le benzène, les xylènes, l'éthyl benzène, le naphthalène et ses dérivés, les coupes paraffiniques,
- l'acétonitrile, le diméthylformamide, le diméthylsulfoxyde, l'héxaméthylène phosphoramidate, la n-méthyl-2-pyrrolidinone, le nitrométhane, la pyridine, les thiophènes.

20

De manière particulièrement avantageuse selon l'invention, le solvant (II) est présent lors de la préparation du composé (I). Le solvant utilisé lors de la préparation du composé (I) peut être conservé au sein de l'agent épaississant selon l'invention.

25

De manière également avantageuse, le solvant (II) est partiellement ou totalement séparé de l'agent épaississant selon l'invention, notamment après préparation du composé (I) dans le solvant (II).

30

De manière préférée selon l'invention, la réaction entre les composés (A2-1) et (A2-2) est conduite dans un solvant organique non-réactif avec la fonction isocyanate.

Egalement de manière préférée, la réaction de préparation du composé monoisocyanate (A2) est une réaction catalysée, de préférence catalysée au moyen d'acide acétique, d'une amine, de préférence de 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-ene (DBU), ou d'au moins un dérivé d'un métal choisi parmi Al, Bi, Sn, Hg, Pb, Mn, Zn, Zr, Ti, par exemple dilaurate de dibutyl bismuth, diacétate de dibutyl bismuth, oxyde de dibutyl bismuth, carboxylate

de bismuth, dilaurate de dibutyl étain, diacétate de dibutyl étain, oxyde de dibutyl étain, un dérivé du mercure, un dérivé du plomb, des sels de zinc, des sels de manganèse, un composé comprenant du zirconium chélaté, un composé comprenant de l'aluminium chélaté. Le dérivé métallique préféré est choisi parmi un dérivé de Bi et un dérivé de Sn.

5

L'agent épaississant possède des propriétés particulièrement avantageuses qui permettent son utilisation dans de nombreux domaines techniques, en particulier dans des domaines qui mettent en œuvre des fibres.

10 De manière avantageuse, l'agent épaississant selon l'invention est compris dans une composition assouplissante.

Ainsi, l'invention fournit également une composition assouplissante comprenant au moins un agent épaississant selon l'invention et au moins un agent assouplissant, et éventuellement de l'eau.

15 La composition assouplissante est généralement préparée en mélangeant les différents ingrédients, en particulier l'agent épaississant selon l'invention et l'agent assouplissant, éventuellement en présence d'eau.

20 Selon l'invention, l'agent assouplissant peut être choisi parmi les agents assouplissants de fibre textile, naturelle, synthétique ou mixte. Il peut également être choisi parmi les agents assouplissants de fibre kératinique.

De manière préférée selon l'invention, l'agent assouplissant est une substance hydrophobe dispersée dans une phase aqueuse.

25 De manière également préférée, les groupements hydrophobes de l'agent assouplissant compris dans la composition assouplissante selon l'invention sont des groupements hydrocarbonés, en particulier des groupements alkyls, comprenant un nombre d'atomes de carbone identique ou similaire au nombre d'atomes de carbone du composé (I), en particulier des composés isocyanates (A) et (B). Plus particulièrement, les groupements hydrophobes de l'agent assouplissant comprenant un nombre d'atomes de carbone
30 identique ou similaire au nombre d'atomes de carbone du composé (A2-2).

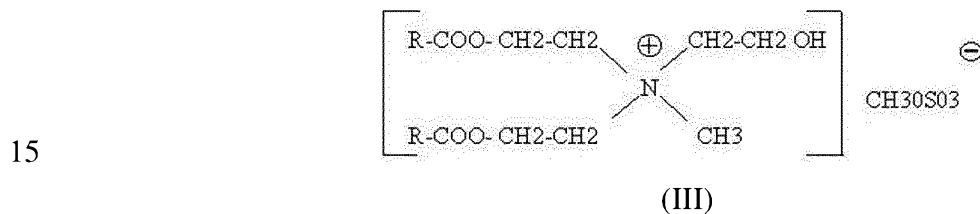
De manière plus préférée selon l'invention, l'agent assouplissant est choisi parmi :

- un composé comprenant une fonction ester ;
- un composé comprenant une fonction amido-amine ;

- un composé comprenant une fonction imidazoline ;
- un composé comprenant une fonction amine et au moins une chaîne grasse hydrocarbonée, en particulier un composé comprenant une fonction amine et au moins une chaîne grasse hydrocarbonée ainsi qu'au moins une fonction ester ;
- 5 - un composé cationique comprenant une fonction ammonium et au moins une chaîne grasse hydrocarbonée, en particulier un composé cationique comprenant une fonction ammonium et au moins une chaîne grasse hydrocarbonée ainsi qu'au moins une fonction ester.

10 Les sels de chlore, de methoxy-sulfonate, d'ethoxylate ou de lactate de ces composés sont particulièrement préférés.

De manière plus préférée, la composition assouplissante selon l'invention comprend au moins un agent assouplissant qui est un composé de formule (III) :



dans laquelle R représente un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, de préférence un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ou de 8 à 32 atomes de carbone ou un

20 groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ou de 8 à 32 atomes de carbone.

L'agent assouplissant pour le composition selon l'invention peut être choisi parmi

25 N,N-dimethyl-9-decenamide, coco pentaethoxy methyl ammonium methosulfate, bis-ester d'acide isopropylique-dimethyl ammonium methosulfate, TEA esterquat ou triethanolamine esterquat, imidazoline quat methosulfate d'origine végétale, amidoamine ethoxyquat, amidoamine ethoxylate, amidoamine lactate, MDIPA-esterquat ou

30 methyl-diisopropanolamine dialkyl quat-esterquat, ethoxylated cocoamine quat, mono-oleyl imidazolinium DMS quat, quaternium-72 et propyleneglycol, diamidoamine de suif quaternisé au dimethyl sulfate, diolelyl amidoamine quat, quaternium-53, di-(oleyl-carboxyethyl) hydroxyethyl methyl ammonium methylsulfate, diamidoamine de suif quaternisé, diaminoéthyle de suif-N poly ethoxy ammonium acetate.

Dans la composition assouplissante selon l'invention, les quantités d'agent épaississant selon l'invention et d'agent assouplissant peuvent varier, notamment en fonction des propriétés qui sont recherchées ou bien selon les conditions d'utilisation de cette composition. De manière préférée, la composition assouplissante selon l'invention
 5 comprend de 0,001 à 5 % en poids d'agent épaississant selon l'invention et de 0,1 à 15 % en poids d'agent assouplissant.

L'agent épaississant selon l'invention possède des propriétés particulièrement avantageuses, notamment lorsqu'il est combiné à un agent assouplissant.
 10

Ainsi, l'invention fournit une méthode de contrôle de la viscosité d'une composition assouplissante comprenant l'addition d'au moins un agent épaississant selon l'invention.

L'agent épaississant selon l'invention possède des propriétés qui sont également particulièrement avantageuses lorsqu'il est combiné à un agent de lubrification, notamment un agent de lubrification de fibres textiles, naturelles, synthétiques ou mixtes, ou de fibres kératiniques.
 15

Ainsi, l'invention fournit également une méthode de lubrification de fibres textiles, naturelles, synthétiques ou mixtes, ou de fibres kératiniques comprenant la mise en œuvre d'au moins un agent épaississant selon l'invention.
 20

Outre un agent épaississant comprenant un composé (I) et une composition assouplissante ainsi que leurs utilisations, l'invention concerne également certains composés (I) en tant que tel.
 25

Ainsi, l'invention fournit un composé (I), préparé en l'absence de tout composé diisocyanate, par réaction :

30 (A) d'au moins un composé monoisocyanate choisi parmi :

(A1) un composé de formule (II) comprenant une unique fonction isocyanate :

R-NCO

(II)

dans laquelle R représente un groupement choisi parmi :

- un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ou de 8 à 32 atomes de carbone, à l'exception d'un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, comprenant 20 atomes de carbone ; et

5

(A2) au moins un composé monoisocyanate issu de la réaction séparée

10

(A2-1) d'au moins un composé comprenant au moins un atome d'hydrogène labile choisi parmi un monoalcool linéaire, ramifié ou cyclique en C₁₀-C₄₀ ou en C₁₀-C₃₂, de préférence en C₁₀-C₃₀, plus préférentiellement en C₁₀-C₂₄, bien plus préférentiellement en C₁₄-C₂₂ ; à l'exception d'un monoalcool linéaire, ramifié ou cyclique en C₁₂ et d'un monoalcool linéaire, ramifié ou cyclique en C₁₄ ; et

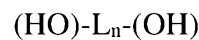
15

(A2-2) d'au moins un composé diisocyanate dissymétrique ;

(B) d'au moins un composé isocyanate comprenant plus de 2 fonctions isocyanates ; et

20

(C) d'au moins un composé de formule (I) :



(I)

dans laquelle L représente indépendamment un résidu poly(alkylèneglycol) et n représente un nombre allant de 40 à 400.

25

De manière avantageuse, le composé (I) selon l'invention est un composé possédant un caractère hydrophile. Il peut être formulé en milieu aqueux.

30

De manière préférée, le composé (I) selon l'invention est préparé à partir d'un composé (A1) de formule (II) comprenant une unique fonction isocyanate, et dans laquelle R représente un groupement choisi parmi un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, comprenant de 8 à 19 atomes de carbone ou de 8 à 18 atomes de carbone.

De manière également préférée, le composé (I) selon l'invention est préparé à partir d'un composé (A1) de formule (II) comprenant une unique fonction isocyanate, et dans laquelle R représente un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, comprenant de 21 à 40 atomes de carbone ou de 21 à 32 atomes de carbone ou bien encore de 22 à 40 atomes de carbone ou de 22 à 32 atomes de carbone.

De manière plus préférée, le composé (I) selon l'invention est préparé à partir d'un composé (A1) de formule (II) comprenant une unique fonction isocyanate, et dans laquelle R représente :

- un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 8 à 19 atomes de carbone ou de 8 à 18 atomes de carbone ; ou
- un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique, ou aromatique, comprenant de 8 à 19 atomes de carbone ou de 8 à 18 atomes de carbone.

De manière plus préférée, le composé (I) selon l'invention est préparé à partir d'un composé (A1) de formule (II) comprenant une unique fonction isocyanate, et dans laquelle R représente :

- un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 8 à 11 atomes de carbone ou 13 atomes de carbone ou de 15 à 18 atomes de carbone ou de 15 à 19 atomes de carbone ; ou
- un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique, ou aromatique, comprenant de 8 à 11 atomes de carbone ou de 8 à 11 atomes de carbone ou 13 atomes de carbone ou de 15 à 18 atomes de carbone ou de 15 à 19 atomes de carbone.

De manière également plus préférée, le composé (I) selon l'invention est préparé à partir d'un composé (A1) de formule (II) comprenant une unique fonction isocyanate, et dans laquelle R représente :

- un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 21 à 40 atomes de carbone ou de 21 à 32 atomes de carbone ou bien encore de 22 à 40 atomes de carbone ou de 22 à 32 atomes de carbone ; ou
- un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique, ou aromatique, comprenant de 21 à 40 atomes de carbone ou de 21 à 32 atomes de carbone ou bien encore de 22 à 40 atomes de carbone ou de 22 à 32 atomes de carbone.

De manière essentielle, le composé (I) selon l'invention est préparé en l'absence de tout composé diisocyanate. En effet, le composé monoisocyanate (A) est soit un composé

monoisocyanate (A1), soit un composé monoisocyanate (A2) issu de la condensation des composés (A2-1) et (A2-2), tandis que le composé isocyanate (B) comprend plus de 2 fonctions isocyanates.

5 Ainsi, lors de la préparation du composé (I) selon l'invention, le composé (C) mis en œuvre réagit avec le composé monoisocyanate (A) et avec le composé isocyanate (B) comprenant plus de 2 fonctions isocyanates.

L'invention fournit donc une méthode de préparation d'un composé (I) selon l'invention,
10 par réaction, en l'absence de tout composé diisocyanate :

(A) d'au moins un composé choisi parmi :

(A1) un composé comprenant une unique fonction isocyanate et

(A2) au moins un composé monoisocyanate issu de la réaction séparée

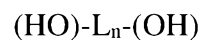
15 (A2-1) d'au moins un composé comprenant au moins un atome d'hydrogène labile et

(A2-2) d'au moins un composé diisocyanate dissymétrique,

(B) d'au moins un composé isocyanate comprenant plus de 2 fonctions isocyanates, et

(C) d'au moins un composé de formule (I) :

20



(I)

dans laquelle L représente indépendamment un résidu poly(alkylèneglycol) et n
25 représente un nombre allant de 40 à 400.

De manière avantageuse, la méthode de préparation selon l'invention peut être réalisée en présence d'au moins un solvant non-réactif avec la fonction isocyanate. De manière préférée, il s'agit d'un solvant (II) selon l'invention, plus préférentiellement un solvant
30 aprotique non-réactif avec la fonction isocyanate. La préparation peut être réalisée à température de reflux du solvant.

Le composé (I) selon l'invention possède des propriétés particulièrement avantageuses, notamment lorsqu'il est combiné à un agent assouplissant ou lorsqu'il est présent au sein
35 d'une composition assouplissante.

Ainsi, l'invention fournit une méthode de contrôle de la viscosité d'une composition assouplissante comprenant l'addition d'au moins un composé (I) selon l'invention ou d'un composé (I) préparé selon la méthode de préparation selon l'invention.

5 Le composé (I) selon l'invention possède des propriétés particulièrement avantageuse, notamment lorsqu'il est combiné à un agent de lubrification de fibres textiles, naturelles, synthétiques ou mixtes, ou de fibres kératiniques.

Ainsi, l'invention fournit également une méthode de lubrification de fibres textiles, naturelles, synthétiques ou mixtes, ou de fibres kératiniques, comprenant la mise en œuvre
10 d'au moins un composé (I) selon l'invention ou d'un composé (I) préparé selon la méthode de préparation selon l'invention.

Les exemples qui suivent permettent d'illustrer les différents aspects de l'invention.

15

Exemple 1 : préparation de composés uréthanes (I) selon l'invention

Dans un réacteur en verre de 3 L (récipient 1) équipé d'une agitation mécanique, d'une pompe à vide, d'une entrée d'azote et chauffé au moyen d'une double enveloppe dans laquelle circule de l'huile, on introduit 514,8 g de polyéthylène glycol de masse
20 moléculaire (M_w) 10 000 g/mol (PEG 10000) comme composé (C1) ainsi que 514,8 g d'éthylène diglycol monoéthyl éther acétate (EGDA) comme composé (II). Ce milieu agité est chauffé à 100°C et placé sous atmosphère inerte.

Par ailleurs, dans un ballon tricol en verre de 250 mL (récipient 2), on introduit 34,29 g
25 d'isophorone diisocyanate (IPDI) comme composé (A2-2) auxquels on ajoute 1 g d'un catalyseur au bismuth (carboxylate de bismuth). On purge le milieu à l'azote puis on le chauffe jusqu'à 50°C. Lorsque cette température est atteinte, on introduit progressivement dans le récipient 2, au moyen d'une seringue, 37,38 g d'hexadecan-1-ol comme composé (A2-1). Après addition complète, le mélange réactionnel du récipient 2 est laissé sous
30 agitation pendant 15 minutes. On obtient un composé uréthane (A) selon l'invention.

On ajoute alors dans le récipient 2, 13,14 g d'isocyanurate de HDI comme composé (B) et on laisse sous agitation pendant 5 minutes.

Puis, on coule le contenu du récipient 2, comprenant le mélange de composé monoisocyanate (A) et de composé triisocyanate (B), dans le récipient 1. On maintient l'agitation pendant 60 minutes à $100 \pm 2^\circ\text{C}$. Puis, on vérifie que le taux de fonction NCO est nul indiquant la fin de la réaction.

5 On obtient un agent épaississant (AE1) selon l'invention qui comprend le composé uréthane (I-1) et de l'EGDA comme solvant non-réactif (II) selon l'invention.

On formule le mélange des composés (I-1) et (II) en ajoutant successivement 150 g de tensioactif alkyléthoxylé (Disponil D8 de Basf) (TA), 1 722 g d'eau et 3 g d'agent biocide (Biopol SMV de Chemipol).

10 On obtient une formulation épaississante (FE1) comprenant l'agent épaississant (AE1) selon l'invention.

De manière analogue, on prépare d'autres composés uréthanes (I) (composés (I-2) à (I-6)) puis on prépare des agents épaississants (AE2) à (AE6) et enfin des formulations épaississantes (FE2) à (FE6) selon l'invention comprenant respectivement les agents épaississants (AE2) à (AE6). Les réactifs et proportions respectifs (% en masse) sont présentés dans le tableau 1.

15 Les formulations épaississantes (FE1) à (FE6) selon l'invention sont liquides à température ambiante, leur viscosité Brookfield est mesurée à 100 tr/min et à 25°C .

20

formulation épaississante	(FE1)	(FE2)	(FE3)	(FE4)	(FE5)	(FE6)
composé (I)	(I-1)	(I-2)	(I-3)	(I-4)	(I-5)	(I-6)
(A2-1) hexadecan-1-ol	1,3	1,3	1,3	1,5	1,2	1,2
(A2-2) IPDI	1,1	1,1	1,2	1,4	1,1	1,1
(B) isocyanurate de HDI	0,4	0,4		0,2	0,4	0,4
(B) biuret de HDI	/	/	0,2	/	/	/
(C) PEG8000	/	/		16,8	/	/
(C) PEG10000	17,2	17,3	17,4		17,2	17,2
catalyseur au Bi	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
solvant (II) EDGA	17,2	17,3	17,4	16,8		/
solvant (II) EGDA	/	/	/	/	17,2	/
solvant (II) TEGDE	/	/	/	/		17,3
biocide	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
TA	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
eau	57,6	57,6	57,5	58,1	57,7	57,6
viscosité (mPa.s)	7 000	7 100	2 900	3 950	7 600	9 800

EDGA : éthylène diglycol monoacétate – EGDA : éthylène glycol diacétate – TEGDE : tétraéthylène glycol diméthyl éther

Tableau 1

Exemple 2 : préparation et évaluation de compositions épaississantes selon l'invention et de compositions épaississantes comparatives

On prépare une composition assouplissante (CA1) selon l'invention en préparant 50 g d'ammonium-méthyl-sulfate de méthyl-bis[éthyl]-2-hydroxyéthyl de suif (Stepantex VT 90 de Stepan) fondu à une température de 50°C puis en coulant le produit fondu dans 950 g d'eau désionisée agitée et portée à une température de 50°C.

Après la fin de l'introduction de l'agent assouplissant, l'agitation est maintenue durant 30 minutes à la température de 50°C. Le chauffage est arrêté et le mélange est maintenu sous agitation jusqu'à refroidissement à température ambiante.

A 100 g de ce mélange, on ajoute sous agitation 0,29 g de formulation épaississante (FE1) selon l'invention ; on maintient l'agitation pendant 30 minutes.

Puis, on évalue l'efficacité de l'agent épaississant selon l'invention à l'aide d'un viscosimètre Haake Mars III muni d'un système de mesure cône plan. La mesure de viscosité (mPa.s) est effectuée à 18,17 s⁻¹ après 1 jour et après 5 jours.

De manière analogue, on prépare et on évalue d'autres compositions assouplissantes (CA2), (CA3), (CA4) et (CA5) selon l'invention qui comprennent respectivement les formulations épaississantes (FE2), (FE3), (FE5) et (FE6), ainsi qu'une composition assouplissante comparative (CC1) comprenant un agent épaississant polyuréthane connu (0,29 g d'Acusol 882 de Dow à 17,5 % en poids de concentration dans un solvant) plutôt qu'un agent épaississant selon l'invention. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 2.

composition assouplissante	viscosité à 1 jour	viscosité à 5 jours
(CA1)	362	416
(CA2)	398	426
(CA3)	285	267
(CA4)	330	361
(CA5) - 0,28 g (FE6)	317	342
(CC1)	180	258

25

Tableau 2

A quantités de formulation épaississante comparables par rapport à la composition adoucissante comparative comprenant un agent épaississant polyuréthane connu, les compositions adoucissantes selon l'invention possèdent des viscosités bien plus élevées. Les agents épaississants mis en œuvre selon l'invention sont plus efficaces que l'agent épaississant polyuréthane connu.

Exemple 3 : préparation et évaluation d'une composition épaississante selon l'invention et d'une composition épaississante comparative

On prépare une composition assouplissante (CA6) selon l'invention comprenant de la formulation épaississante (FE5) selon l'invention ainsi qu'une composition assouplissante comparative (CC2) comprenant un agent épaississant polyuréthane connu (Acusol 882 de Dow à 17,5 % en poids de concentration dans un solvant) plutôt qu'un agent épaississant selon l'invention.

On compare les quantités de formulation épaississante nécessaires pour obtenir une viscosité identique ou comparable pour les deux compositions assouplissantes.

On utilise 200 g d'une composition assouplissante connue ne comprenant aucun agent épaississant (produit Velveta d'ADCO) placée sous agitation et on ajoute une quantité de formulation épaississante ; on maintient l'agitation pendant 30 minutes.

On mesure la viscosité (en mPa.s) à température ambiante au moyen d'un viscosimètre Brookfield tournant à 20 tr/min. Cette mesure est effectuée immédiatement après l'arrêt de l'agitation au moment de la préparation puis après 21 et 28 jours de stockage à température ambiante. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 3.

composition adoucissante Velveta	200 g	200 g
(CA6)	0,16 g	/
(CC2)	/	0,59 g
durée de stockage (jours)	viscosité	
0	2 949	2 689
21	2 689	2 689
28	2 699	1 970

Tableau 3

La viscosité initiale et les viscosités à 21 jours et à 28 jours de la composition adoucissante selon l'invention sont égales ou bien supérieures aux viscosités de la composition adoucissante préparée à partir d'un agent épaississant polyuréthane connu. De plus, la

composition adoucissante selon l'invention comprend une quantité très inférieure d'agent épaississant.

Exemple 4 : préparation et évaluation d'une composition épaississante selon l'invention et de compositions épaississantes comparatives

5

De manière analogue à l'exemple 3, on prépare une composition assouplissante (CA7) selon l'invention comprenant de la formulation épaississante (FE5) ainsi que 3 compositions assouplissantes comparatives (CC3), (CC4) et (CC5) comprenant différents agents épaississants connus plutôt qu'un agent épaississant selon l'invention.

10

La composition assouplissante comparative (CC3) comprend un agent épaississant polyuréthane connu (Acusol 882 de Dow à 17,5 % en poids de concentration dans un solvant). La composition assouplissante comparative (CC4) comprend un agent épaississant connu (Rheovis CDE, de Basf à au moins 50 % en poids de concentration dans un mélange de solvants). La composition assouplissante comparative (CC5) comprend un agent épaississant connu (Flosoft 222 de Snf à 56 % en poids de concentration dans un solvant).

15

On utilise 200 g d'une composition assouplissante connue ne comprenant aucun agent épaississant (produit Velveta d'ADCO) placée sous agitation et on ajoute une quantité de formulation épaississante ; on maintient l'agitation pendant 30 minutes.

20

Puis, on évalue l'efficacité de l'agent épaississant selon l'invention à l'aide d'un viscosimètre Haake Mars III muni d'un système de mesure cône plan. La mesure de viscosité (mPa.s) est effectuée à $18,17 \text{ s}^{-1}$ après 1 jour. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4.

composition adoucissante Velveta	100 g	100 g	100 g	100 g
(CA7)	0,079 g			
(CC3)		0,0825 g		
(CC4)			0,0815 g	
(CC5)				0,0807 g
durée de stockage (jour)	viscosité mesurée à $18,17 \text{ s}^{-1}$			
1	252	91	74	61

Tableau 4

25

La viscosité de la composition adoucissante selon l'invention est bien supérieure à la viscosité des différentes compositions adoucissantes préparées à partir des agents épaississants connus.

REVENDEICATIONS

1. Agent épaississant comprenant :

5 I. au moins un composé préparé en l'absence de tout composé diisocyanate, par réaction :

(A) d'au moins un composé monoisocyanate choisi parmi :

(A1) un composé comprenant une unique fonction isocyanate et

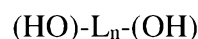
(A2) au moins un composé monoisocyanate issu de la réaction séparée

10 (A2-1) d'au moins un composé comprenant au moins un atome d'hydrogène labile et

(A2-2) d'au moins un composé diisocyanate dissymétrique,

(B) d'au moins un composé isocyanate comprenant plus de 2 fonctions isocyanates, et

15 (C) d'au moins un composé de formule (I) :



(I)

dans laquelle L représente indépendamment un résidu poly(alkylèneglycol) et n représente un nombre allant de 40 à 400 ; et

20 II. au moins un solvant non-réactif avec la fonction isocyanate.

2. Agent épaississant selon la revendication 1 pour lequel le composé monoisocyanate (A1) est :

- un composé de formule (II) :

25 $R-NCO$

(II)

dans laquelle R représente un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, de préférence un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique

30 comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ou un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ou encore un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ; ou est

- un composé choisi parmi :

- 5 ○ les composés monoisocyanates aromatiques, notamment phenyl isocyanate, diphenylmethane monoisocyanate, 2-phenylethyl isocyanate, 4-tolyl isocyanate, 2-tolyl isocyanate, 2,5-dimethylphenyl isocyanate, 3,4-dimethylphenyl isocyanate, 2,3-dimethylphenyl isocyanate, 4-isocyanato-4'-methyldiphenylmethane ;
- les composés monoisocyanates aromatiques polyfonctionnels, notamment 2-methoxy-4-nitrophenyl isocyanate, polymethylene polyphenyl isocyanate ;
- 10 ○ les composés alkyl-monoisocyanates, notamment hexyl-isocyanate, heptyl-isocyanate, octyl-isocyanate, n-nonyl-isocyanate, decyl-isocyanate, undecyl-isocyanate, dodecyl-isocyanate, tridecyl-isocyanate, tetradecyl-isocyanate, cetyl-isocyanate, 2-ethyl-hexyl-isocyanate, n-octyl-isocyanate, isononyl-isocyanate, stearyl-isocyanate, decyl-isocyanate, undecyl-isocyanate, dodecyl-isocyanate, tridecyl-isocyanate, tetradecyl-isocyanate,
- 15 cetyl-isocyanate, behenyl-isocyanate, lignoceryl-isocyanate, cerotyl-isocyanate, eicosanyl-isocyanate ;
- les composés cycloalkyl-monoisocyanates, notamment cyclohexyl-isocyanate, 1-isocyanatomethyl-1,3,3-trimethylcyclohexane.

20

3. Agent épaississant selon la revendication 2 pour lequel le composé monoisocyanate (A1) est un composé de formule (II) dans laquelle R représente :

- 25 • un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique comprenant de 10 à 32 atomes de carbone ou de 10 à 30 atomes de carbone, de préférence de 12 à 24 atomes de carbone, plus préférentiellement de 14 à 22 atomes de carbone ;
- 30 • en particulier un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 10 à 32 atomes de carbone ou de 10 à 30 atomes de carbone, de préférence de 12 à 24 atomes de carbone, plus préférentiellement de 14 à 22 atomes de carbone ;
- ou encore un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique ou aromatique comprenant de 10 à 32 atomes de carbone ou de 10 à 30 atomes de carbone, de préférence de 12 à 24 atomes de carbone, plus préférentiellement de 14 à 22 atomes de carbone.

4. Agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 3 pour lequel le composé (A2-1) est choisi parmi un composé comprenant au moins un atome d'hydrogène labile et réactif avec le composé diisocyanate dissymétrique ; un composé comprenant au moins un groupement hydroxyle ; un composé comprenant une fonction amine primaire ou une fonction amine secondaire ; un acide carboxylique ; un composé mercaptan ; de préférence un composé comprenant un groupement hydroxyle, notamment un monoalcool, par exemple un monoalcool linéaire, ramifié ou cyclique en C₈-C₄₀ ou en C₈-C₃₂, de préférence en C₁₀-C₃₀, plus préférentiellement en C₁₂-C₂₄, bien plus préférentiellement en C₁₄-C₂₂.

10

5. Agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 4 pour lequel le composé (A2-2) est choisi parmi :

- les composés diisocyanates aromatiques dissymétriques, de préférence 2,4'-diisocyanate de diphenylméthylène (2,4'-MDI), 2,4'-dibenzyl diisocyanate (2,4'-DBDI), 2,4-diisocyanate de toluène (2,4-TDI) ;
- les composés diisocyanates alicycliques dissymétriques, de préférence diisocyanate d'isophorone (IPDI).

15

6. Agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 5 pour lequel :

20 • le composé (B) est un composé isocyanate comprenant plus de 2,2 fonctions isocyanates ou plus de 2,5 fonctions isocyanates, de préférence plus de 2,6 fonctions isocyanates, plus préférentiellement plus de 2,7 fonctions isocyanates ou plus de 3 fonctions isocyanates ; ou pour lequel

25 • le composé (B) est un composé isocyanate comprenant de 2,2 à 6 fonctions isocyanates, de 2,2 à 4 fonctions isocyanates, de 2,2 à 3,5 fonctions isocyanates, de 2,5 à 6 fonctions isocyanates, de 2,2 à 5 fonctions isocyanates, de 2,5 à 4 fonctions isocyanates, de 2,5 à 3,5 fonctions isocyanates, notamment de 2,6 à 3,3 fonctions isocyanates ; ou pour lequel

30 • le composé (B) est le triphenylmethane-4,4',4''-triisocyanate ou 1,1',1''-methylidynetris (4-isocyanatobenzene) ; ou pour lequel

• le composé (B) est un composé isocyanurate, notamment un composé isocyanurate d'un composé choisi parmi :

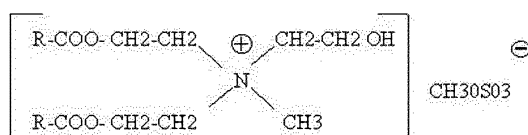
- les composés diisocyanates aromatiques symétriques, de préférence :

- 2,2'-diisocyanate de diphénylméthylène (2,2'-MDI) et 4,4'-diisocyanate de diphénylméthylène (4,4'-MDI) ;
 - 4,4'-dibenzyl diisocyanate (4,4'-DBDI) ;
 - 2,6-diisocyanate de toluène (2,6-TDI) ;
 - m-xylylène diisocyanate (m-XDI) ;
 - les composés diisocyanates alicycliques symétriques, de préférence méthylène bis(4-cyclohexylisocyanate) (H₁₂MDI) ;
 - les composés diisocyanates aliphatiques symétriques, de préférence diisocyanate d'hexaméthylène (HDI), diisocyanate de pentaméthylène (PDI) ;
 - les composés diisocyanates aromatiques dissymétriques, de préférence :
 - 2,4'-diisocyanate de diphénylméthylène (2,4'-MDI) ;
 - 2,4'-dibenzyl diisocyanate (2,4'-DBDI) ;
 - 2,4-diisocyanate de toluène (2,4-TDI) ;
- le composé (B) est un composé trimère de biuret, notamment un composé trimère de biuret d'un composé choisi parmi :
 - les composés diisocyanates aromatiques symétriques, de préférence :
 - 2,2'-diisocyanate de diphénylméthylène (2,2'-MDI) et 4,4'-diisocyanate de diphénylméthylène (4,4'-MDI) ;
 - 4,4'-dibenzyl diisocyanate (4,4'-DBDI) ;
 - 2,6-diisocyanate de toluène (2,6-TDI) ;
 - m-xylylène diisocyanate (m-XDI) ;
 - les composés diisocyanates alicycliques symétriques, de préférence méthylène bis(4-cyclohexylisocyanate) (H₁₂MDI) ;
 - les composés diisocyanates aliphatiques symétriques, de préférence diisocyanate d'hexaméthylène (HDI), diisocyanate de pentaméthylène (PDI) ;
 - les composés diisocyanates aromatiques dissymétriques, de préférence :
 - 2,4'-diisocyanate de diphénylméthylène (2,4'-MDI) ;
 - 2,4'-dibenzyl diisocyanate (2,4'-DBDI) ;
 - 2,4-diisocyanate de toluène (2,4-TDI) ;
- les composés diisocyanates alicycliques dissymétriques, de préférence diisocyanate d'isophorone (IPDI).

7. Agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 6 pour lequel le composé (C) est un composé de formule (I) dans laquelle :
- L représente indépendamment un résidu poly(éthylèneglycol) ; ou
 - n représente un nombre allant de 50 à 400, de préférence de 100 à 300 ; ou
- 5
- L représente indépendamment un résidu poly(éthylèneglycol) et n représente un nombre allant de 50 à 400, de préférence de 100 à 300.
8. Agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 7 pour lequel le composé de formule (I) a une masse molaire (M_w) allant de 1 500 à 20 000 g/mol, de préférence de 2 000 à 20 000 g/mol, plus préférentiellement de 4 000 à 15 000 g/mol.
- 10
9. Agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 8 pour lequel la quantité molaire de composé monoisocyanate (A) est environ deux fois plus élevée que la quantité molaire de composé (C).
- 15
10. Agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 9 pour lequel :
- le solvant (II) est un solvant aprotique non-réactif avec la fonction isocyanate; ou pour lequel
 - le solvant (II) est choisi parmi cétones, éthers, dérivés éthyliques aprotiques, diéthers, éthers couronne, esters, diesters, carbonates, furannes, solvants halogénés, alcanes, alcènes, alcynes, composés aromatiques, solvants issus de ressources renouvelables, des solvants azotés ou soufrés, huiles minérales, huiles silicones et leurs combinaisons ; ou pour lequel
 - le solvant (II) est présent lors de la préparation du composé (I).
- 20
- 25
11. Agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 10 pour lequel le solvant (II) est partiellement ou totalement séparé.
12. Composition assouplissante comprenant au moins un agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 11 et au moins un agent assouplissant, et éventuellement de l'eau.
- 30
13. Composition selon la revendication 12 pour laquelle :
- l'agent assouplissant est choisis parmi un agent assouplissant de fibre textile, naturelle, synthétique ou mixte, ou un agent assouplissant de fibre kératinique ; ou

- l'agent assouplissant est une substance hydrophobe dispersée dans une phase aqueuse.

14. Composition selon l'une des revendications 12 ou 13 pour laquelle l'agent assouplissant est un composé comprenant une fonction ester ou un composé comprenant une fonction amido-amine ou un composé comprenant une fonction imidazoline ou un composé comprenant une fonction amine et au moins une chaîne grasse hydrocarbonée, en particulier un composé comprenant une fonction amine et au moins une chaîne grasse hydrocarbonée ainsi qu'au moins une fonction ester, ou bien un composé cationique comprenant une fonction ammonium et au moins une chaîne grasse hydrocarbonée, de préférence un composé cationique comprenant une fonction ammonium et au moins une chaîne grasse hydrocarbonée ainsi qu'au moins une fonction ester, plus préférentiellement un composé de formule (III) :



15

(III)

dans laquelle R représente un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, de préférence un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ou de 8 à 32 atomes de carbone ou un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique comprenant de 8 à 40 atomes de carbone ou de 8 à 32 atomes de carbone.

20

15. Composé préparé en l'absence de tout composé diisocyanate, par réaction :

(A) d'au moins un composé monoisocyanate choisi parmi :

25

(A1) un composé de formule (II) comprenant une unique fonction isocyanate :



(II)

dans laquelle R représente un groupement choisi parmi :

30

- un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, comprenant de 8 à 19 atomes de carbone ou de 8 à 18 atomes de carbone ;

- 5 • un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé, insaturé ou aromatique, comprenant de 21 à 40 atomes de carbone ou de 21 à 32 atomes de carbone ou bien encore de 22 à 40 atomes de carbone ou de 22 à 32 atomes de carbone ; de préférence choisi parmi :
 - 10 • un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 8 à 19 atomes de carbone ou de 8 à 18 atomes de carbone ;
 - 10 • un groupement alkyl linéaire, ramifié ou cyclique, comprenant de 21 à 40 atomes de carbone ou de 21 à 32 atomes de carbone ou bien encore de 22 à 40 atomes de carbone ou de 22 à 32 atomes de carbone ;
 - 15 • un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique, ou aromatique, comprenant de 8 à 19 atomes de carbone ou de 8 à 18 atomes de carbone ;
 - 15 • un groupement alcényle linéaire, ramifié ou cyclique, ou aromatique, comprenant de 21 à 40 atomes de carbone ou de 21 à 32 atomes de carbone ou bien encore de 22 à 40 atomes de carbone ou de 22 à 32 atomes de carbone ; et
- 20 (A2) au moins un composé monoisocyanate issu de la réaction séparée
 - (A2-1) d'au moins un composé comprenant au moins un atome d'hydrogène labile choisi parmi un monoalcool linéaire, ramifié ou cyclique en C₁₀-C₄₀ ou en C₁₀-C₃₂, de préférence en C₁₀-C₃₀, plus préférentiellement en C₁₀-C₂₄, bien plus préférentiellement en C₁₄-C₂₂ ; à l'exception d'un monoalcool linéaire, ramifié ou cyclique en C₁₂ et d'un monoalcool linéaire, ramifié ou cyclique en C₁₄ ; et
 - (A2-2) d'au moins un composé diisocyanate dissymétrique ;
- 30 (B) d'au moins un composé isocyanate comprenant plus de 2 fonctions isocyanates ; et
- (C) d'au moins un composé de formule (I) :



(I)

dans laquelle L. représente indépendamment un résidu poly(alkylèneglycol) et n représente un nombre allant de 40 à 400.

5 16. Méthode de préparation d'un composé (I) tel que défini dans l'une des revendications 1 à 10 ou selon la revendication 15 en l'absence de tout composé diisocyanate, par réaction :

(A) d'au moins un composé monoisocyanate choisi parmi :

(A1) un composé comprenant une unique fonction isocyanate et

(A2) au moins un composé monoisocyanate issu de la réaction séparée

10 (A2-1) d'au moins un composé comprenant au moins un atome d'hydrogène labile et

(A2-2) d'au moins un composé diisocyanate dissymétrique,

(B) d'au moins un composé isocyanate comprenant plus de 2 fonctions isocyanates, et

(C) d'au moins un composé de formule (I) :

15



(I)

20 dans laquelle L représente indépendamment un résidu poly(alkylèneglycol) et n représente un nombre allant de 40 à 400.

25 17. Méthode de contrôle de la viscosité d'une composition assouplissante comprenant l'addition d'au moins un agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 11 ou d'un composé selon la revendication 15 ou d'au moins un composé préparé selon la méthode de la revendication 16.

30 18. Méthode de lubrification de fibres textiles, naturelles, synthétiques ou mixtes, ou de fibres kératiniques comprenant la mise en œuvre d'au moins un agent épaississant selon l'une des revendications 1 à 11 ou d'un composé selon la revendication 15 ou d'au moins un composé préparé selon la méthode de la revendication 16.



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 850758
FR 1762529

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
E	WO 2018/073545 A1 (COATEX SAS [FR]) 26 avril 2018 (2018-04-26) * revendications 1-17; exemples 1-4 * -----	1-18	C08G18/70 C08G18/48 D06M15/568 C11D3/37
X	FR 2 372 865 A1 (ROHM & HAAS [US]) 30 juin 1978 (1978-06-30) * revendications 1-19; exemple 68 * -----	1-18	A61K8/87 A61Q5/12
X	FR 2 894 980 A1 (COATEX SAS [FR]) 22 juin 2007 (2007-06-22) * page 1, lignes 5-8,31-34 * * page 4, ligne 27 - page 5, ligne 24 * -----	1-18	
A	US 2013/053299 A1 (KOEHLE HANS-JUERGEN [DE] ET AL) 28 février 2013 (2013-02-28) * alinéa [0008] * -----	1-18	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C08G C08L D06M A61Q A61K C11D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
25 septembre 2018		Scheuer, Sylvie	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		
		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1762529 FA 850758**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **25-09-2018**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2018073545 A1	26-04-2018	FR 3057871 A1	27-04-2018
		WO 2018073545 A1	26-04-2018
FR 2372865 A1	30-06-1978	CA 1096983 A	03-03-1981
		DE 2752955 A1	15-06-1978
		FR 2372865 A1	30-06-1978
		JP S5390493 A	09-08-1978
		NL 7712979 A	05-06-1978
		US 4180491 A	25-12-1979
FR 2894980 A1	22-06-2007	AR 059953 A1	14-05-2008
		AU 2006327865 A1	28-06-2007
		BR PI0620056 A2	01-11-2011
		CA 2631518 A1	28-06-2007
		CN 101346406 A	14-01-2009
		EP 1969025 A1	17-09-2008
		FR 2894980 A1	22-06-2007
		JP 2009520095 A	21-05-2009
		KR 20080091450 A	13-10-2008
		MA 30169 B1	02-01-2009
		PL 1969025 T3	31-07-2018
		TN SN08229 A1	30-10-2009
		TW 200728450 A	01-08-2007
		US 2010152375 A1	17-06-2010
WO 2007072152 A1	28-06-2007		
US 2013053299 A1	28-02-2013	BR 112012027530 A2	02-08-2016
		CN 102869757 A	09-01-2013
		EP 2563889 A1	06-03-2013
		ES 2627705 T3	31-07-2017
		HR P20170871 T1	08-09-2017
		HU E033227 T2	28-11-2017
		PL 2563889 T3	31-08-2017
		US 2013053299 A1	28-02-2013
		WO 2011134835 A1	03-11-2011