

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 935 646**

51 Int. Cl.:

C08G 18/73 (2006.01)

C09D 5/04 (2006.01)

C08G 18/28 (2006.01)

C08L 75/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.11.2017 PCT/EP2017/078430**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.05.2018 WO18083328**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.11.2017 E 17800765 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.11.2022 EP 3535308**

54 Título: **Un procedimiento para la preparación de una composición tixotrópica**

30 Prioridad:

07.11.2016 EP 16197582

23.01.2017 EP 17152633

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

08.03.2023

73 Titular/es:

ALLNEX NETHERLANDS B.V. (100.0%)

Synthesebaan 1

4612 RB Bergen op Zoom, NL

72 Inventor/es:

BOSMA, MARTIN;

ELFRINK, PETRUS JOHANNES MARIA DAVID;

RENSEN, ENRICO RICHARDUS AUGUST y

BRINKHUIS, RICHARD HENDRIKUS GERRIT

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 935 646 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

Un procedimiento para la preparación de una composición tixotrópica

Antecedentes de la invención

Campo de la invención

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una composición tixotrópica que comprende partículas de poliurea, a una composición tixotrópica que comprende partículas de poliurea y a los usos de la misma.

Descripción de la técnica relacionada

10 Las composiciones tixotrópicas se usan ampliamente para proporcionar propiedades de fluidez favorables a las composiciones de pinturas. Aunque la invención se refiere principalmente a composiciones de pinturas, las composiciones tixotrópicas también se pueden utilizar en general en composiciones líquidas, que preferiblemente comprendan una resina, tales como adhesivos, tintas, revestimientos tipo gel, sellantes, materiales compuestos, etc.

15 En este documento, las composiciones tixotrópicas también se denominan agentes de control del escurrimiento(SCA). Los SCA de poliurea se usan ampliamente en diversas modificaciones en las composiciones de pinturas para evitar la formación de defectos del escurrimiento (desgarro por escurrimiento o formación de cortinas) en la pintura húmeda sin curar, al mismo tiempo que se conservan las buenas propiedades de nivelación de la pintura. Las composiciones tixotrópicas de poliurea comprenden partículas de poliurea que son el producto de reacción de un poliisocianato y una monoamina o el producto de reacción de una poliamina y un monoisocianato. Los SCA típicos de poliurea son partículas sólidas que tienen una forma similar a una aguja delgada y larga. La adición de tales partículas de SCA a una composición de pintura puede dar como resultado un comportamiento reológico pseudoplástico, tixotrópico. La pseudoplasticidad de una composición significa que la viscosidad de esa composición en condiciones de bajo cizallamiento es mayor que la viscosidad en condiciones de alto cizallamiento. El comportamiento pseudoplástico aumenta la resistencia al escurrimiento de la composición cuando se aplica en aplicaciones no horizontales. El comportamiento tixotrópico se rige por la observación de que se necesita un tiempo finito para obtener la viscosidad de equilibrio a bajo cizallamiento después de que la muestra se someta a un tratamiento de alto cizallamiento. Eso significa que después de reducir la viscosidad mientras se aplica la pintura con alto cizallamiento, la viscosidad se acumula en la capa de revestimiento húmedo con bajo cizallamiento lo suficientemente rápido como para evitar el goteo de la pintura húmeda. El comportamiento tixotrópico adecuado de la composición asegura una excelente combinación de buena resistencia al escurrimiento y conservación de buenas propiedades de nivelación.

20 Las partículas de poliurea en las composiciones tixotrópicas pueden influir negativamente en la apariencia del revestimiento. Es un desafío lograr las propiedades reológicas tixotrópicas deseadas de la pintura con efectos desventajosos mínimos de las partículas sobre las propiedades ópticas y mecánicas del revestimiento finalmente curado y, evidentemente, también minimizar el costo. Esto exige una composición tixotrópica con una alta eficacia tixotrópica (en lo sucesivo denominada también TE), lo que significa que la composición tixotrópica, cuando se usa en una composición de revestimiento, da como resultado un efecto tixotrópico alto con una cantidad pequeña de SCA. La definición precisa y el método de medición de la eficiencia tixotrópica se describen a continuación.

25 El documento EP0198519 describe una composición tixotrópica preparada mediante la preparación de un SCA de poliurea en una resina portadora que puede usarse como una mezcla maestra de SCA para proporcionar propiedades tixotrópicas. Los formuladores de pinturas suelen utilizar una mezcla maestra de SCA, ya que es prácticamente imposible que un formulador de pintura realice la formación de partículas de SCA en la composición de pintura prevista, que puede comprender una resina diferente, y lograr un comportamiento tixotrópico consistente y de alta calidad. Sin embargo, la adición de esta mezcla maestra de SCA tiene la desventaja de que introduce una resina portadora en la composición de pintura prevista. Esta resina portadora puede no ser la resina óptima deseada para las propiedades previstas de la pintura. Es prácticamente imposible, debido a la gran diversidad de diferentes resinas de revestimiento, preparar mezclas maestras de SCA en la resina que se utilizará como aglutinante en la composición de revestimiento final. Además, como la eficiencia tixotrópica de la mezcla maestra de SCA es menor cuando se prepara a una concentración alta de SCA, se debe usar una concentración relativamente baja de SCA en la resina portadora total, introduciendo así una cantidad relativamente alta de resina portadora en la receta de la pintura. Esto reduce la libertad de formulación del fabricante de pinturas y puede presentar problemas de compatibilidad, control de calidad, etc.

30 El documento EP0192304 describe un SCA basado en isocianurato para usar en una composición de pintura que es satisfactoriamente tixotrópica también a baja temperatura de curado. Los documentos EP1641887 y EP1641888 describen un SCA basado en una mono o poliamina o un mono o poliisocianato ópticamente activos. El documento EP1902081 describe un SCA que comprende un primer producto de reacción de poliurea de un primer poliisocianato con una primera amina, preferiblemente quiral, y un segundo producto de reacción de poliurea de un segundo poliisocianato con una segunda amina, preferiblemente una amina no quiral, diferente del primer producto de reacción de poliurea y que precipita en presencia del primer producto de reacción. Sin embargo, a pesar de algunas mejoras en la eficiencia tixotrópica, estas composiciones de SCA de poliurea tienen una concentración baja de SCA o una eficiencia tixotrópica baja y se preparan en presencia de una resina portadora cuando se necesita una concentración de SCA más alta para usar como mezcla maestra.

El documento US2016017158A1 describe un método para preparar una composición de SCA de poliurea que tiene una concentración relativamente alta en un disolvente orgánico no polimérico sin que esté presente una resina portadora al hacer reaccionar una amina con un poliisocianato en un dispositivo emulsionante o dispersor, por ejemplo, una máquina de rotor/estator o un impulsor Cowles de alta cizalladura. Supuestamente, el método da como resultado una composición de SCA de poliurea que tiene la ventaja de proporcionar un producto que es estable durante el almacenamiento durante un período de al menos 60 días. Los ejemplos de este documento muestran que las composiciones tixotrópicas, cuando se utilizan en una resina de polioliol en una cantidad de 2,2% en peso de cristales de SCA sobre el peso total de la composición, tienen una eficacia tixotrópica muy baja lo cual se puede ver fácilmente por el hecho de que la viscosidad a bajo cizallamiento es apenas superior a la viscosidad a alto cizallamiento a pesar de la alta concentración de partículas de SCA de poliurea.

El documento US4677028 describe un método para la preparación de una composición de SCA de poliurea haciendo reaccionar, en ausencia de una resina portadora, una amina con poliisocianato en un disolvente orgánico para formar el SCA bajo agitación vigorosa, seguido de la adición del producto de reacción obtenido a una resina con disolvente orgánico seguido de molienda para reducir la finura a una finura de menos que 15 μm . La desventaja de los métodos que precipitan SCA sin que esté presente la resina es que esto típicamente da como resultado partículas de poliurea que tienen una eficiencia tixotrópica baja y que son muy gruesas. Un grosor demasiado alto de las partículas es inaceptable en las aplicaciones de revestimiento, ya que dará como resultado una mala apariencia del revestimiento. La reducción del grosor mediante una etapa adicional de molienda intensiva es una clara desventaja y típicamente dará como resultado una reducción de la eficiencia tixotrópica del SCA de poliurea.

Por lo tanto, todavía existe el deseo y el problema de proporcionar una composición de SCA de poliurea y un procedimiento para la preparación de dicha composición que no tenga uno o más de los problemas antes mencionados, en particular una composición tixotrópica que comprenda una alta concentración de partículas de SCA de poliurea que tenga una alta eficacia tixotrópica incluso cuando se prepara en ausencia sustancial de una resina portadora y preferiblemente estando sustancialmente libre de partículas gruesas de SCA.

Breve descripción de las figuras

Las características y ventajas de la invención se apreciarán con referencia a los siguientes dibujos, en los que:

La Figura 1 es un gráfico que muestra la medición de la capacitancia de fluencia a una tensión de fluencia de 0,7 Pa de una composición de pintura (contenido de sólidos del 53% en peso) con y sin la composición tixotrópica de la invención.

La Figura 2 es una vista esquemática en sección transversal de la configuración experimental utilizada para la preparación de las composiciones tixotrópicas descritas en los ejemplos.

La Figura 3 muestra las curvas de flujo (hacia abajo) de resinas de polioliol modificadas por la composición tixotrópica del Ejemplo 1 (cuadrados rellenos) y el Ejemplo Comparativo 1 (cuadrados vacíos). Ambas resinas modificadas tienen un contenido de sólidos de 60,9% y un contenido de HMDI/BA de 1,5% en peso sobre el peso total de sólidos.

La Figura 4 muestra las curvas de flujo (hacia abajo) de resinas de polioliol modificadas por la composición tixotrópica del Ejemplo 2 (cuadrados rellenos) y el Ejemplo Comparativo 2 (cuadrados vacíos). Ambas resinas modificadas tienen un contenido de sólidos de 60,9% en peso y un contenido de HMDI/SAMBA de 1,5% en peso sobre el peso total de sólidos.

La Figura 5 muestra las curvas de flujo (hacia abajo) de resinas de polioliol modificadas con diversas composiciones tixotrópicas de HMDI/BA en las que se varió la duración del postratamiento ultrasónico. La resina de polioliol modificada por la composición tixotrópica del Ejemplo Comparativo 1 se muestra como referencia (cuadrados vacíos). La finura Hegman en μm (HG) de cada muestra se muestra en la leyenda entre paréntesis. Todas las resinas modificadas tienen un contenido de sólidos de 60,9% en peso y un contenido de HMDI/BA de 1,5% en peso sobre el peso total de sólidos.

La Figura 6 muestra las curvas de flujo (hacia abajo) de resinas de polioliol modificadas con varias composiciones tixotrópicas de HMDI/SAMBA en las que se varió la duración del postratamiento ultrasónico. La resina de polioliol modificada por la composición tixotrópica del Ejemplo Comparativo 2 se muestra como referencia (cuadrados vacíos). La finura Hegman en μm (HG) de cada muestra se muestra en la leyenda entre paréntesis. Todas las resinas modificadas tienen un contenido de sólidos de 60,9% en peso y un contenido de HMDI/SAMBA de 1,5% en peso sobre el peso total de sólidos.

La Figura 7 muestra las curvas de flujo (hacia abajo) y los resultados del ensayo de Hegman (HG) de composiciones que comprenden SCA producidos con diferentes tratamientos ultrasónicos en la etapa de dosificación (DS) y en el postratamiento (PT). La resina modificada con la dispersión de control del escurrimiento fabricada sin ultrasonidos se muestra como rombos vacíos (Ejemplo Comparativo 2), la fabricada con la dispersión de control del escurrimiento fabricada usando ultrasonido durante DS y PT se muestra como cuadrados sólidos (Ejemplo 2) y la fabricada sin ultrasonidos en la DS pero con ultrasonidos durante el PT se

muestra como triángulos sólidos (Ejemplo 9). Los resultados del ensayo de Hegman (HG) de las tres muestras se muestran en la leyenda. Todas las resinas modificadas tienen un contenido de sólidos de 60,9% en peso y un contenido de HMDI/SAMBA de 1,5% en peso sobre el peso total de sólidos.

Breve descripción de realizaciones ilustrativas

5 De acuerdo con un aspecto de la invención, uno o más de los problemas mencionados se han resuelto proporcionando un procedimiento para la preparación de una composición tixotrópica que comprende partículas de poliurea, comprendiendo dicho procedimiento poner en contacto y hacer reaccionar en un medio líquido reaccionantes (I) que comprenden un poliisocianato (a) y una monoamina (b) o reaccionantes (II) que comprenden una poliamina (a) y un monoisocianato (b) para formar una poliurea y precipitar la poliurea para formar partículas de poliurea, en donde se aplica vibración acústica durante el contacto de los reaccionantes o, como tratamiento posterior, a las partículas de poliurea formadas o en ambos.

10 Los inventores han encontrado que con los procedimientos de la invención se pueden preparar composiciones tixotrópicas con un alto contenido de partículas de poliurea y con una alta eficiencia tixotrópica incluso cuando se usan reaccionantes simples que de otro modo darían como resultado un SCA con poca eficiencia tixotrópica y sin la necesidad de la presencia de los componentes de la resina durante la reacción y la precipitación y sin necesidad de etapas de tratamiento adicionales como la molienda. En comparación con los procedimientos de preparación normales, en el procedimiento de la invención se puede mejorar la finura Hegman sin un deterioro sustancial de la eficacia tixotrópica o incluso con una mejora de la eficacia tixotrópica.

15 Una composición tixotrópica obtenida por el procedimiento de la invención tiene una buena eficiencia tixotrópica y finura Hegman. Preferiblemente, la composición tixotrópica tiene una buena eficacia tixotrópica con una capacitancia reducida entre el 20% y el 50%, más preferiblemente una alta eficacia tixotrópica con una capacitancia reducida entre el 10% y el 20% y lo más preferiblemente una eficiencia tixotrópica muy alta con una capacitancia reducida inferior al 10% y un valor de finura Hegman preferiblemente inferior a 40, más preferiblemente inferior a 20, e incluso más preferiblemente inferior a 15 µm.

20 La definición precisa y el método de medición de la eficiencia tixotrópica (expresada como capacitancia reducida baja) y la finura Hegman se describen a continuación. A menos que se especifique lo contrario, en este documento los porcentajes en peso se refieren al peso relativo al peso total de la composición sin incluir pigmentos ni cargas y el porcentaje en peso de sólidos se refiere al porcentaje en peso de los componentes de pintura no volátiles sin incluir pigmentos ni cargas.

25 Por tanto, en otro aspecto la invención se refiere a una composición tixotrópica obtenible por cualquiera de los procedimientos según la invención.

30 La alta eficacia tixotrópica se puede obtener en el procedimiento de la invención incluso en ausencia sustancial de una resina polimérica. En vista del uso como mezcla maestra en un procedimiento para la preparación de composiciones de pinturas, se prefiere que la composición tixotrópica de la invención no comprenda sustancialmente ninguna resina polimérica. En este documento y en adelante "sustancialmente sin ninguna resina polimérica" o "ausencia sustancial de resina polimérica" significa menos que 1, preferiblemente menos que 0,5, más preferiblemente menos que 0,1 y lo más preferiblemente 0% en peso de resina polimérica en relación con el peso total de sólidos de la composición.

35 En una realización (A), la invención se refiere a una composición tixotrópica que comprende una gran cantidad de partículas de poliurea, preferiblemente que comprende al menos un 5% en peso, preferiblemente al menos un 8% en peso, más preferiblemente al menos un 10% en peso de partículas de poliurea y que no comprende sustancialmente ninguna resina polimérica (en donde el% en peso es relativo al peso total de la composición tixotrópica).

40 En otra realización (B), la invención se refiere a una composición tixotrópica que comprende una baja cantidad de resina polimérica, que preferiblemente comprende al menos un 5% en peso, preferiblemente al menos un 8% en peso, más preferiblemente al menos un 10% en peso de partículas de poliurea y que comprende entre 1 y 40% en peso, preferiblemente entre 1 y 25% en peso, más preferiblemente entre 1 y 15% en peso y lo más preferiblemente entre 1 y 10% en peso de resina polimérica, por ejemplo para mejorar la compatibilidad de la composición tixotrópica con la pintura a la que se añade y/o para mejorar la eficacia tixotrópica. Estas composiciones A y B son muy adecuadas para usar como mezclas maestras debido a la cantidad relativamente baja o nula de resina polimérica. Cuando se usa como mezcla maestra en la preparación de una pintura que comprende una resina aglutinante diferente de la resina polimérica en la composición tixotrópica, la resina polimérica está preferiblemente presente en una cantidad tan baja que no afecta sustancialmente a las propiedades del revestimiento.

45 Las nuevas composiciones tixotrópicas A y B tienen, a pesar del alto contenido de partículas de poliurea, una alta eficiencia tixotrópica y/o finura Hegman caracterizadas porque la composición tixotrópica, cuando se ensaya en una formulación estándar como se describe en la descripción a continuación a una concentración de 1,5% en peso de partículas de poliurea sobre el peso total de sólidos, tiene una capacitancia reducida inferior al 50%, preferiblemente inferior al 40%, más preferiblemente inferior al 30%, incluso más preferiblemente inferior al 20% y lo más preferiblemente inferior al 15% e idealmente incluso inferior al 10% y un valor de finura Hegman de menos que 40, preferiblemente menos que 20 y más preferiblemente menos que 15 µm.

En aún otra realización C, la invención se refiere a una composición tixotrópica, que es una composición tixotrópica preparada in situ, en la que las partículas de poliurea se precipitan en una composición que comprende un alto contenido de resina polimérica y se someten a vibraciones acústicas de acuerdo con el procedimiento de la invención. La composición tixotrópica comprende preferiblemente del 0,1 al 8% en peso, preferiblemente del 0,1 al 5% en peso de partículas de poliurea y entre el 40 y el 85% de una resina polimérica. Esta composición tixotrópica también se puede usar como una mezcla maestra, pero también se puede usar como pintura o se puede formular en una pintura mediante la adición de aditivos de pinturas adicionales sin la adición adicional de resina aglutinante.

Debido al procedimiento de la invención, se puede usar una poliurea que, de otro modo, no alcanzaría la baja capacitancia reducida por debajo del 50% o la finura Hegman por debajo de 40 micrómetros como se especificó anteriormente en un método de preparación normal.

En otra realización más del procedimiento de la invención, la vibración acústica se aplica sólo como un postratamiento a una composición tixotrópica que comprende partículas de poliurea, en particular a una composición tixotrópica que comprende partículas de poliurea que tienen una baja eficiencia tixotrópica y/o finura de partículas, con el fin de mejorar la eficiencia tixotrópica y/o la finura.

La invención también se refiere al uso de las composiciones tixotrópicas de la invención como se describe, preferiblemente como una mezcla maestra, en un procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, de pinturas, de adhesivos, de tintas o de sellantes. La invención también se refiere a composiciones de revestimiento, de tintas, de adhesivos o de sellantes preparadas a partir de las composiciones tixotrópicas de la invención, o que comprenden las partículas de poliurea de las composiciones tixotrópicas de la invención, y a revestimientos curados que tienen una apariencia mejorada.

Descripción detallada de la invención

En el procedimiento según la invención, la composición tixotrópica que comprende partículas de poliurea se prepara poniendo en contacto y haciendo reaccionar los reaccionantes en un medio líquido. En una realización, los reaccionantes (I) comprenden un poliisocianato (a) y una monoamina (b). En otra realización, los reaccionantes (II) comprenden una poliamina (a) y un monoisocianato (b). Las partículas de poliurea son sustancialmente insolubles en el medio líquido y, tras la reacción, la poliurea que se forma precipita para formar las partículas de poliurea, que típicamente tienen forma de aguja que confiere propiedades tixotrópicas.

Preferiblemente, en vista de la precipitación de poliurea, en el procedimiento la temperatura durante el contacto de los reaccionantes y/o en el postratamiento de las partículas de poliurea formadas es inferior a 80 °C, más preferiblemente inferior a 60 °C incluso más preferiblemente inferior a 50 °C.

La vibración acústica se aplica durante el contacto o después de finalizar el contacto de los reaccionantes como tratamiento posterior de las partículas de poliurea formadas o más preferiblemente en ambos. El contacto de los reaccionantes se realiza, por ejemplo, agregando un reactivo al otro reactivo en el medio líquido, típicamente dosificándolo durante un cierto período de tiempo. En una realización, la vibración acústica se aplica sólo después de finalizar el contacto de los reaccionantes (denominado tratamiento posterior o postratamiento). "Después de finalizar el contacto" normalmente significa "después de finalizar la dosificación". En otra realización, la vibración acústica se aplica sólo durante el contacto de los reaccionantes, típicamente durante la dosificación y en una realización más preferida tanto durante el contacto de los reaccionantes como después de finalizar el contacto de los reaccionantes. En una realización preferida del procedimiento, los reaccionantes y el producto de reacción se someten adicionalmente a agitación durante al menos una parte de la duración de la vibración acústica, preferiblemente durante el contacto de los reaccionantes, para mantener fluida la dispersión de partículas de poliurea formada el mayor tiempo posible.

Como se usa en este documento, el término "vibración acústica" se refiere a vibración sónica, más preferiblemente, vibración ultrasónica y se aplica indirectamente o, más preferiblemente, directamente. Las vibraciones sónica y ultrasónica se caracterizan por frecuencias por debajo y por encima de 20 kHz, respectivamente. Vibración acústica directa significa que el transductor de vibración acústica está sumergido en el medio líquido. La vibración acústica indirecta significa que la vibración se transmite a través de un líquido a un recipiente que comprende el medio líquido, por ejemplo, un baño de ultrasonidos como en la Figura 2.

Con vistas a conseguir suficiente eficacia tixotrópica, la densidad de energía E1 de la vibración acústica es preferiblemente superior a 5 W/L, más preferiblemente superior a 10, 20, 50 W/L, pero lo más preferiblemente superior a 100 W/L. La unidad de densidad de energía W/L se refiere a la potencia bruta del (ultra)sonido aplicado (en vatios, W) dividida entre el volumen total del líquido expuesto al (ultra)sonido (en litros, L). Más preferiblemente, la vibración acústica tiene una densidad de energía E2 de más que 5 W/L, más preferiblemente más que 10, 20, 50 o más preferiblemente más que 100 W/L, donde la densidad de energía es la potencia bruta de la unidad o las unidades ultrasónicas dividida entre el volumen total de composición tixotrópica que se expone al ultrasonido.

Durante el contacto y la reacción de los reaccionantes está presente un medio líquido como medio de dispersión y para transferir la vibración sónica. El medio líquido es un disolvente de los reaccionantes pero no un disolvente de las partículas de poliurea. Preferiblemente, un medio líquido se elige entre un disolvente, un diluyente reactivo, una resina de bajo peso molecular, preferiblemente una resina curable por UV o una resina epoxi o combinaciones de las mismas,

y que comprende opcionalmente una resina polimérica disuelta o dispersa en ella. El medio líquido puede ser agua, un disolvente orgánico, un diluyente reactivo, un monómero o combinaciones de los mismos. En principio, el tipo de medio líquido puede elegirse ampliamente en vista del uso previsto de la composición tixotrópica. Los disolventes orgánicos preferidos son los disolventes de dilución típicos que se utilizan en la industria de la pintura, incluidos, entre otros, xileno, Solvesso 100, Solvesso 150 u otros disolventes aromáticos, acetato de butilo, butanol, aguarrás o combinaciones de los mismos. En vista del uso de la composición tixotrópica como mezcla maestra en la preparación de composiciones de pinturas, el medio líquido se elige preferiblemente para que sea un disolvente que también se usa en o es compatible con el disolvente usado en la composición de pintura prevista basada en disolventes.

En una realización preferida, el medio líquido solo comprende un disolvente no reaccionante como medio líquido. Sin embargo, en una realización alternativa, por ejemplo para uso en aplicaciones de revestimiento reaccionante, el medio líquido puede comprender componentes reaccionantes, por ejemplo monómeros u oligómeros, por ejemplo monómeros etilénicamente insaturados, una resina curable por UV o una resina epoxi. En este documento, el monómero, oligómero o resina tienen un peso molecular bajo que tiene un peso molecular Mn bajo por GPC hasta 1500, más preferiblemente hasta 1000 g/mol e incluso más preferiblemente hasta 800 g/mol. Este se distingue de una resina polimérica que tiene un Mn superior a 1500 g/mol, preferiblemente superior a 2000 o incluso a 3000 g/mol. En realizaciones de la composición tixotrópica que comprende una resina polimérica, la resina polimérica es parte del medio líquido, preferiblemente como solución o dispersión.

En una realización preferida del procedimiento, la reacción tiene lugar en un medio líquido en ausencia sustancial de material de resina polimérica y la composición tixotrópica formada comprende al menos 4% en peso, más preferiblemente al menos 6% en peso, 8% en peso, 10% en peso o incluso al menos 15% en peso de partículas de poliurea y sustancialmente ningún material de resina polimérica. Un límite superior es normalmente hasta 40% en peso, 30% en peso o 20% en peso de partículas de poliurea en relación con el peso total de la composición tixotrópica. La composición resultante tiene una eficacia tixotrópica muy alta a pesar del alto contenido de poliurea y a pesar de la ausencia de resina y puede usarse como composición de mezcla maestra para la fabricación de una composición de pintura tixotrópica sin tener que introducir una resina no deseada.

En otra realización del procedimiento, la composición tixotrópica comprende un material de resina polimérica en una cantidad entre 1 y 40% en peso, preferiblemente entre 1 y 25% en peso, más preferiblemente entre 1 y 15% en peso y lo más preferiblemente entre 1 y 10% en peso, y preferiblemente al menos 4% en peso, más preferiblemente al menos 8% en peso, aún más preferiblemente al menos 10% en peso, lo más preferiblemente al menos 13% en peso de partículas de poliurea en relación con el peso total de la composición tixotrópica que incluye el material de resina polimérica. El material de resina polimérica puede estar presente durante la reacción o se añade después de la reacción dependiendo del uso previsto. La resina polimérica puede compatibilizar la composición tixotrópica con la composición de revestimiento en la que se utiliza como mezcla maestra, por ejemplo para mejorar la miscibilidad. Preferiblemente, en esta realización, la reacción y la precipitación de la urea tienen lugar en presencia del material de resina polimérica, ya que normalmente aumenta la eficacia tixotrópica.

En comparación con las composiciones tixotrópicas existentes, se puede obtener una mejora adicional de la eficiencia tixotrópica y/o de la finura Hegman en el procedimiento de la invención en el que la reacción tiene lugar en presencia de una gran cantidad, típicamente entre 40 y 85% de un material tipo resina polimérica como aglutinante. Este es un intervalo de cantidades típico para las composiciones de revestimiento. En esta realización del procedimiento, la composición típicamente comprende entre 0,1 y 8% en peso, preferiblemente entre 0,1 y 5% en peso, más preferiblemente entre 0,2 y 5% en peso de partículas de poliurea con respecto al peso total de la composición. En este procedimiento, el SCA de poliurea tiene una eficacia tixotrópica muy alta. La composición se puede usar como mezcla maestra en una formulación de pintura, pero también se puede preparar directamente in situ en la formulación final prevista de una pintura mezclando los reaccionantes de poliurea en la composición de pintura junto con otros componentes de la composición de pintura bajo la aplicación de vibración sónica. Para el uso como mezcla maestra de esta realización de composición tixotrópica, el contenido de partículas de poliurea es preferiblemente de al menos 2% en peso, más preferiblemente de al menos 3% en peso.

En una realización alternativa del procedimiento, la vibración acústica se aplica sólo como tratamiento posterior a una composición tixotrópica o a una composición de revestimiento que comprende partículas de poliurea y, opcionalmente, un material de resina polimérica. El procedimiento puede así utilizarse para aumentar la eficacia tixotrópica de una composición que tiene una eficacia tixotrópica demasiado baja para la aplicación prevista y/o para mejorar la finura Hegman de la composición de SCA de poliurea. La composición de SCA de poliurea puede ser, por ejemplo, un producto comercialmente existente. Típicamente, tales composiciones tixotrópicas son composiciones que comprenden al menos 1% en peso, preferiblemente al menos 3% en peso, más preferiblemente al menos 5% en peso, aún más preferiblemente al menos 8% en peso, o lo más preferiblemente al menos 10% en peso o incluso al menos 13% en peso de partículas de poliurea con respecto al peso total de la composición tixotrópica.

Los SCA de poliurea adecuados que se pueden usar en el procedimiento y el producto de la invención son conocidos y se describen en la técnica anterior como se describió anteriormente. Preferiblemente, en la composición tixotrópica, al menos parte de las partículas de poliurea se prepara a partir de un diisocianato y bencilamina o en donde al menos parte de las partículas de poliurea se prepara a partir de aminas o isocianatos quirales.

Un aspecto particularmente atractivo de la invención es que se puede usar un tipo relativamente económico de SCA de poliurea que normalmente tendría una eficacia tixotrópica insuficiente. También se puede lograr una eficiencia tixotrópica relativamente alta con altos contenidos de poliurea con una poliurea relativamente económica. Por ejemplo, una poliurea basada en una composición tixotrópica en la que al menos parte de las partículas de poliurea se prepara a partir de un diisocianato y bencilamina, preparada en concentraciones superiores al 5% en peso, puede tener una eficacia tixotrópica baja inaceptable (es decir, una capacitancia reducida muy por encima del 50%), pero la composición tixotrópica según la invención a base de la misma poliurea puede alcanzar una composición de alta eficacia tixotrópica (capacitancia reducida entre 20% y 50%, más preferiblemente una capacitancia reducida entre 10% y 20% o lo más preferiblemente una capacitancia reducida inferior al 10% cuando se ensaya en la formulación de referencia estándar que se describe a continuación) a concentraciones superiores al 5% en peso o incluso al menos al 10% en peso en tiempos de tratamiento ultrasónico suficientemente largos como se ejemplifica en los ejemplos. Preferiblemente, en este documento el tiempo de postratamiento ultrasónico es de al menos 5, 15 o incluso de al menos 30 minutos. El experto en la materia puede, sobre la base de esta descripción, establecer el tiempo y las condiciones de vibración sónica necesarias para llegar a la eficiencia tixotrópica mínima requerida. La invención se refiere a una composición tixotrópica que comprende al menos un 5% en peso de partículas de poliurea preparadas a partir de un diisocianato y bencilamina y que, cuando se ensaya en una formulación estándar como se describe a continuación, tiene una concentración de 1,5% en peso de partículas de poliurea sobre el peso total de sólidos, una capacitancia reducida inferior al 50%, preferiblemente inferior al 40%, más preferiblemente inferior al 30%, incluso más preferiblemente inferior al 20% y lo más preferiblemente inferior al 15% e idealmente incluso inferior al 10% y un valor de finura Hegman de menos que 40, preferiblemente menos que 20 y más preferiblemente menos que 15 μm . Es sorprendente que esta poliurea pueda tener una mayor eficacia tixotrópica que la poliurea SAMBA/HDMI de la técnica anterior, mucho más cara, como se demuestra en los ejemplos.

Sin embargo, con vistas a obtener la mayor eficacia tixotrópica posible, se prefiere que al menos parte de las partículas de poliurea se prepare utilizando al menos en parte aminas o isocianatos quirales, preferiblemente monoaminas o monoisocianatos quirales y en donde la composición resultante tiene una alta eficiencia tixotrópica, en particular, cuando se ensaya en la formulación estándar como se describe en el presente documento, tiene una capacitancia reducida de menos que 20%, preferiblemente menos que 15% y más preferiblemente menos que 10% y un valor de finura Hegman de menos que 40, preferiblemente menos que 20 y más preferiblemente menos que 15 μm .

Preferiblemente, se utilizan reaccionantes (I) que comprenden un poliisocianato (a) y una monoamina (b). Preferiblemente, el poliisocianato (a) es uno o más componentes elegidos del grupo de diisocianato alifático u homocíclico simétrico y la monoamina (b) es uno o más componentes elegidos del grupo de compuestos que contienen al menos un grupo amino primario y opcionalmente un grupo éter.

En principio, las aminas adecuadas son, por ejemplo, alquilaminas alifáticas (sustituidas) tales como ciclohexilamina, butilamina, hexilamina, laurilamina o 3-metoxipropilamina o (alquilaril)aminas alifáticas tales como 2-feniletilamina, bencilamina y 3-aminometilpiridilamina. Preferiblemente, con vistas a lograr una alta eficacia tixotrópica, se usa una monoamina ópticamente activa, no como una mezcla racémica, dando como resultado una molécula de poliurea que tiene un átomo de carbono quiral adyacente a un grupo amina o isocianato.

Los poliisocianatos se seleccionan preferiblemente del grupo que consiste en poliisocianatos alifáticos, cicloalifáticos, aralquilenos y arilenos, más preferiblemente del grupo que consiste en poliisocianatos alifáticos lineales sustituidos o no sustituidos (y sus isocianuratos, biurets, uretdionas) y poliisocianatos de arileno, aralquileno y ciclohexileno. El poliisocianato contiene normalmente de 2 a 40 y preferiblemente de 4 a 12 átomos de carbono entre los grupos NCO. El poliisocianato contiene preferiblemente como máximo cuatro grupos isocianato, más preferiblemente como máximo tres grupos isocianato y lo más preferiblemente dos grupos isocianato. Es aún más preferido usar un diisocianato alifático o de ciclohexileno simétrico. Los ejemplos adecuados de diisocianatos se describen en el documento EP1902081.

En vista de los intereses ambientales, se prefiere utilizar en la composición un porcentaje lo más alto posible de constituyentes que se originen a partir de recursos renovables. Por lo tanto, el poliisocianato en el SCA de la invención preferiblemente es de base biológica, por ejemplo Desmodur ECON7300. Las aminas de recursos de base biológica renovables son bien conocidas en la técnica (p. ej., aminoácidos).

Los SCA que son los más preferidos en vista de lograr una alta eficiencia tixotrópica en el procedimiento de la invención se describen en el documento EP1902081 que describe un agente tixotrópico SCA que comprende un primer producto de reacción tipo poliurea de un primer poliisocianato con una primera amina y un segundo producto de reacción tipo poliurea de un segundo poliisocianato con una segunda amina diferente del primer producto de reacción de poliurea precipitado en presencia de las partículas coloidales del primer producto de reacción. Preferiblemente, en este documento, la primera poliurea comprende reaccionantes quirales y la segunda poliurea sólo comprende reaccionantes no quirales. Lo más preferiblemente, la primera poliurea es un producto de reacción de hexametileno diisocianato (HMDI) con alfa-metilbencilamina (AMBA) y un segundo producto de reacción tipo poliurea de hexametileno diisocianato (HMDI) con bencilamina (BA) precipitado en presencia de partículas coloidales anisotrópicas de dicho primer producto de reacción.

En otra realización, los reaccionantes (I) pueden comprender además una poliamina, preferiblemente una di o triamina, en una cantidad que proporciona preferiblemente menos que 80% en moles, preferiblemente menos que 70, 50, 30,

10 o incluso menos que 5% en moles de la cantidad total de grupos amina o donde los reaccionantes II comprenden además un poliisocianato, preferiblemente un di o triisocianato en una cantidad que proporciona preferiblemente menos que 80% en moles, preferiblemente menos que 70, 50, 30, 10 o incluso menos que 5% en moles de los grupos isocianato totales.

5 Se obtuvieron buenos resultados en un procedimiento de acuerdo con la invención en el que los reaccionantes y el producto de reacción se someten a vibración ultrasónica durante un período de tiempo de al menos 30 segundos, más preferiblemente de al menos 2 minutos, incluso más preferiblemente de al menos 5 minutos y lo más preferiblemente al menos 10 o incluso 20 minutos. El tiempo de vibración acústica puede disminuir al aumentar la densidad de energía aplicada y los tiempos mencionados normalmente se aplican a densidades de energía E1 de 10-30 W/L. En una
10 realización preferida del procedimiento, la vibración acústica es un postratamiento después de finalizar sustancialmente el contacto de los reaccionantes durante un período de tiempo de al menos 1 minuto, incluso más preferiblemente de al menos 5 minutos y lo más preferiblemente de al menos 20 minutos. Este procedimiento de postratamiento por vibración acústica según la invención se puede aplicar inmediatamente después del contacto de los reaccionantes y la formación de las partículas de poliurea, pero también se puede aplicar a una composición
15 tixotrópica obtenida a partir de un procedimiento completamente separado y/o de otra ubicación y/o producido un tiempo significativo antes de la aplicación del tratamiento posterior, por ejemplo, para mejorar un producto comercialmente disponible que tiene poca eficiencia tixotrópica y/o poca finura. Puede ser una composición de pintura tixotrópica o una composición tixotrópica que tenga un alto contenido de SCA para usar como mezcla madre.

20 El grado de escurrimiento de una pintura durante el período de secado de evaporación instantánea (FO) depende de la velocidad y el grado de aumento de la viscosidad después del procedimiento de aplicación (junto con otros efectos como el espesor de la capa aplicada). Para las pinturas newtonianas, la tasa de aumento de la viscosidad sólo depende de la evaporación del disolvente. Para pinturas tixotrópicas, como las modificadas con SCA, el grado de escurrimiento durante FO también depende del efecto tixotrópico. Un fuerte efecto tixotrópico significa que la pintura muestra una resistencia al escurrimiento significativamente mejorada en comparación con una pintura similar sin el efecto tixotrópico.

25 Como se describe en detalle en M. Bosma et al., *Progress in Organic Coatings*, 55, 97-104 (2006), el grado de escurrimiento de las pinturas tixotrópicas durante el período de secado instantáneo y, por lo tanto, también el efecto de un SCA, se puede describir determinando la capacitancia de fluencia J de la pintura en condiciones comparables a las condiciones reales de la pintura: a temperatura ambiente (23 °C) después de 300 segundos (5 min) a un esfuerzo cortante comparable al que actúa sobre la pintura húmeda aplicada sobre un panel vertical (aprox. 0,7 Pa para una
30 capa de pintura húmeda de 70 µm de espesor). Esta capacitancia de fluencia se denomina en lo sucesivo J(0,7 Pa, 300 s) o J(0,7 Pa, 300 s, 23 °C) o J5'. Para simular la aplicación de la pintura, la muestra recibe, antes del ensayo de capacitancia de fluencia, un tratamiento de alto cizallamiento (30 s a 1000 s⁻¹) después de lo cual se detiene el cono (2 s en cero s⁻¹) para eliminar primero y luego permitir que se construya la estructura de la red del SCA en la composición. La capacitancia de fluencia J5' se determinó usando un reómetro rotatorio con cojinetes de aire con una
35 geometría de cono y placa (40 mm de diámetro con ángulo de cono de 4°) y es la deformación resultante dividida entre la tensión aplicada (1/Pa). Una baja capacitancia de fluencia J5' significa por lo tanto un bajo escurrimiento y una buena resistencia al escurrimiento. La Figura 1 muestra un gráfico de la capacitancia de fluencia en función del tiempo para una composición con y sin SCA.

40 Un valor más correcto de la capacitancia de fluencia es la capacitancia de fluencia reducida J_{red}. Esto es más correcto porque la tixotropía de hecho significa alta viscosidad en condiciones de bajo cizallamiento y baja viscosidad en condiciones de alto cizallamiento. La viscosidad a alto cizallamiento (viscosidad HS) se define en este documento como la viscosidad determinada a una velocidad de cizallamiento de 950 ± 100 s⁻¹. Esta alta velocidad de cizallamiento se eligió lo suficientemente baja para evitar un calentamiento viscoso significativo durante la medición. La capacitancia reducida de una composición dada se puede calcular a partir de la capacitancia medida J (0,7 Pa, 300 s) y la viscosidad
45 a alto cizallamiento:

$$J_{\text{reducida}} = (\text{HS-viscosidad} \cdot J(0,7\text{Pa}, 300\text{s})) / 300 \quad (\text{Ecuación 1})$$

50 La cantidad de escurrimiento y, en consecuencia, la capacitancia de fluencia J5' depende de la naturaleza y el contenido de sólidos de la resina y de la cantidad de SCA en la composición. Entonces, para poder comparar la eficiencia tixotrópica de un SCA con otro SCA de manera objetiva y cuantitativa, y para determinar el efecto del tratamiento acústico, se debe determinar la capacitancia reducida en una formulación estándar con contenido definido de sólidos y concentración de SCA.

55 La formulación estándar utilizada en este documento tiene una concentración fija de SCA de 1,5% en peso sobre los sólidos totales y un contenido de sólidos de 60,9% en peso. En este documento, la composición de resina de referencia es Setal 1715 VX-74, un poliéster saturado en disolvente nafta/xileno disponible en Allnex con un contenido de sólidos del 74,3% en peso. La capacitancia reducida de una composición tixotrópica se mide haciendo primero una formulación estándar tomando una cantidad de la composición tixotrópica y agregando a la composición la resina estándar Setal 1715 VX-74 en una cantidad tal que la cantidad de partículas de poliurea sea del 1,5% en peso respecto a los sólidos totales y ajustando la cantidad de o-xileno a un contenido total de sólidos de 60,9% en peso. Esta composición se usa luego para ensayar la capacitancia reducida y la finura Hegman.

- En caso de que una composición tixotrópica comprenda un SCA de poliurea y también una resina polimérica que sea un tipo diferente de resina polimérica que la resina polimérica Setal 1715 VX-74 utilizada para preparar la formulación estándar, la cantidad de esa resina polimérica diferente en la formulación estándar debe ser como máximo el 25%, preferiblemente como máximo el 10% en peso de la cantidad total de resina polimérica en la formulación estándar a ensayar. En caso de que una composición tixotrópica comprenda un SCA de poliurea y un medio líquido diferente del o-xileno, la cantidad de ese medio líquido diferente en la formulación estándar debe ser como máximo el 25%, preferiblemente como máximo el 10% en peso de la cantidad total del medio líquido en la formulación estándar a ensayar. En caso de que estuviera presente una mayor cantidad de medio líquido diferente, este medio líquido diferente se reemplaza preferiblemente con o-xileno.
- Como composición tixotrópica de referencia se utiliza un tipo de SCA de bencilamina-HMDI comercial preparado en presencia de una resina de polioliol, a saber, Setalux 91715 SS-55 (de Allnex. Contenido total de sólidos = 53% en peso, el % de SCA respecto a sólidos es 6,2% en peso) ya que se sabe que tiene una eficacia tixotrópica muy alta. La composición de la formulación estándar basada en Setal 1715 y Setalux 91715 se muestra a continuación en la Tabla 1. Tiene una viscosidad a alto cizallamiento de 0,45 Pa.s y una capacitancia de fluencia J5' de 111,3 1/Pa y, por lo tanto, una capacitancia reducida del 17%. La calidad tixotrópica de otros SCA se puede determinar midiendo la capacitancia reducida en una formulación estándar similar (1,5% en peso de SCA respecto a sólidos totales, un contenido de sólidos de 60,9% en peso, siendo la resina predominantemente Setal 1715 VX-74 y usando o-xileno como disolvente diluyente). Una capacitancia reducida inferior al 20% indica un SCA con una eficacia tixotrópica muy alta, una capacitancia reducida entre el 50% y el 20% indica un SCA con una buena eficacia tixotrópica y valores de capacitancia reducidos muy por encima del 50% en la formulación de referencia indican un SCA con una eficacia tixotrópica deficiente.

Tabla 1

Setalux 91715 SS-55	62,1 gramos
Resina Setal 1715 VX-74	27,8 gramos
o-Xileno	10,1 gramos
NVM, %	60,9% en peso
SCA, % en peso respecto a sólidos	1,5% en peso

- La composición tixotrópica que se puede obtener mediante el procedimiento de la invención se caracteriza preferiblemente porque tiene, cuando se ensaya en una formulación estándar a una concentración de 1,5% en peso de partículas de poliurea sobre el peso total de sólidos, una capacitancia reducida inferior al 50%, preferiblemente inferior al 40%, más preferiblemente inferior al 30%, incluso más preferiblemente inferior al 20% y lo más preferiblemente inferior al 15% e idealmente incluso inferior al 10%. La capacitancia reducida se define y ensaya como se describe anteriormente en una formulación estándar y se calcula a partir del producto matemático de la capacitancia medida J (0,7 Pa, 300 s) y la viscosidad a alto cizallamiento, determinada a una velocidad de cizallamiento de 950 ± 100 s⁻¹, dividido entre 300 según la Ecuación 1.

En caso de que no haya una muestra para medir la capacitancia de fluencia en una formulación estándar, el valor de la capacitancia medida después de 300 s a 0,7 Pa en formulaciones ligeramente desviadas también se puede usar para calcular la capacitancia reducida utilizando la corrección descrita por la ecuación 2:

$$J_{\text{reducida}} = ((1+k \cdot [\% \text{SCA o.s.}]^p) / 5,99) \cdot (HS\text{-viscosidad} \cdot J(0,7\text{Pa}, 300\text{s})) / 300 \quad (\text{Ecuación 2})$$

en donde J_{reducida} es la capacitancia reducida corregida, la viscosidad HS y J(0,7 Pa, 300 s) son la viscosidad a alto cizallamiento y el valor de la capacitancia medidos para la formulación desviada, respectivamente, %SCA o.s. es el % en peso real de partículas de SCA sobre el peso total de sólidos en la formulación desviada y $k = 2,57 \cdot 10^7$, y $p = 3,68$.

- Además de una alta eficacia tixotrópica, también se prefiere que las partículas de SCA no sean significativamente visibles en el revestimiento curado. El tamaño de partícula del SCA en una formulación de pintura se determina utilizando el método de Hegman, que se describe con más detalle a continuación. En aplicaciones de pinturas comerciales, el tamaño de partícula del SCA determinado con el método Hegman está preferiblemente por debajo del espesor de la capa aplicada en al menos un 10%, más preferiblemente en al menos un 15, 25 o incluso un 35%.

- La composición tixotrópica se caracteriza además preferiblemente porque cuando se ensaya en una composición de resina estándar como se describió anteriormente a una concentración de partículas de poliurea de 1,5% en peso sobre el peso total de sólidos, tiene un valor de finura Hegman de menos que 40, preferiblemente menos que 20, y más preferiblemente menos que 15 μm.

- El método de Hegman generalmente es evaluado por operadores humanos capacitados que realizan observaciones visuales de la apariencia de la superficie de una muestra de composición de SCA de "arrastre". La evaluación del arrastre generalmente utiliza un dispositivo conocido como "Calibre de finura Hegman", generalmente denominado "Calibre Hegman", como se describe en la Norma D1210 de la American Society for Testing and Materials (ASTM) "Standard Test

Method for Fineness of Dispersion of Pigment-Vehicle Systems by Hegman-Type Gage". El calibre Hegman comprende un bloque de acero endurecido (o acero inoxidable o acero cromado) (llamado bloque del calibre Hegman) y un rascador endurecido de un material similar. El bloque de acero endurecido tiene una superficie plana rectificada y tiene una ranura cónica maquinada a lo largo de su longitud de 127 milímetros. La ranura cónica es, p. ej., de 50 micrómetros de profundidad en un extremo y la ranura se estrecha hasta una profundidad de cero en el otro extremo. El calibre Hegman para los arrastres manuales tiene una ranura de 1,27 cm (media pulgada) de ancho. Las escalas de calibración están marcadas a lo largo de los bordes laterales de la ranura. A lo largo de un borde, la escala está marcada en micrómetros (que designan la profundidad de la ranura cónica). Se deposita una cantidad predeterminada de pintura en el extremo profundo de la ranura cónica del bloque del calibre Hegman. El rascador de acero endurecido se coloca sobre el bloque de acero y se arrastra a lo largo de su longitud, dejando atrás, en la ranura cónica, un depósito de pintura similar a una película cuyo espesor se estrecha desde un espesor máximo hasta un espesor mínimo. El operador observa visualmente la muestra y busca partículas grandes que sobresalgan de la superficie de la película de pintura. Estas protuberancias se conocen como "partículas", "motas" o "excrementos". El operador determina visualmente la ubicación a lo largo del calibre donde aparecen las motas por primera vez. Debido a que la apariencia de la muestra de arrastre cambia a medida que la muestra de pasta o pintura comienza a secarse, se tiene que realizar una observación visual de inmediato. Dentro de aproximadamente diez segundos tras el arrastre, el operador hace una observación visual de la apariencia de la muestra de arrastre. El operador determina el punto a lo largo del calibre donde aparece un patrón definido de múltiples motas (las partículas de polvo o muy pocas partículas no se tienen en cuenta). Este punto se denomina "línea de finura" o "medida de la finura" y proporciona una indicación de la finura o calidad del SCA.

La invención se refiere al uso de la composición tixotrópica de la invención en un procedimiento para la preparación de composiciones de revestimiento, de adhesivos, de tintas o de sellantes, en particular al uso de la composición tixotrópica A o B como mezcla maestra en un procedimiento para la preparación de una composición de revestimiento, de revestimiento tipo gel, de pintura, de adhesivo, de tinta o de sellante.

Otros usos previstos son en detergentes, papel, cartón, textiles, materiales de construcción, plásticos técnicos, pigmentos, fluidos de minería o cosméticos. La invención se refiere además en particular a una composición de revestimiento, de adhesivo, de tinta o de sellante, preparada a partir de una composición tixotrópica según la invención o que comprende partículas de poliurea a partir de una composición tixotrópica según la invención. La invención se refiere además a revestimientos curados preparados a partir de la composición de revestimiento de la invención que tienen un buen aspecto con un contenido más bajo de SCA.

30 Ejemplos

Abreviaturas utilizadas: BA es bencilamina, HMDI es hexametileno diisocianato y o-xileno es orto-xileno, NVM es material no volátil (determinado según la norma ISO 3251), SCA es agente de control del escurrimiento, SAMBA es (S)-(-)- α -metilbencilamina, HSV es viscosidad a alto cizallamiento, HF es finura Hegman y US es ultrasonidos.

Se prepararon muestras de composiciones tixotrópicas (en lo sucesivo denominadas también dispersiones de control del escurrimiento) con las composiciones que se muestran en la Tabla 2 (10% en peso de HMDI/BA en o-xileno).

Tabla 2

	Gramos	Moles	o-Xileno (gramos)
BA	29,67	0,28	250
HMDI	23,26	0,14	190
Enjuague con o-xileno	-	-	35

Ejemplo 1

En la Figura 2 se muestra una vista esquemática de la sección transversal de la configuración experimental utilizada para la preparación de dispersiones de control del escurrimiento. Las dispersiones de control del escurrimiento se prepararon en un reactor discontinuo que consiste en un reactor de vidrio de un litro de fondo redondo, un embudo de adición y un agitador mecánico de ancla. En el líquido del reactor se coloca un termómetro PT100 cerca del agitador de ancla. El reactor se coloca en un baño de ultrasonidos (Julabo USR3/2; la frecuencia ultrasónica es de 35 kHz; el consumo de energía bruto medido es de 70 a 110 W dependiendo de la temperatura y la viscosidad del medio líquido) lleno de agua y cubitos de hielo. El baño de ultrasonidos permaneció encendido durante todo el proceso de producción. La densidad de energía E1 es de 23 - 37 W/L de líquido expuesto a los ultrasonidos y la densidad de energía E2 es de 130 - 210 W/L de composición tixotrópica.

El reactor se llena con una premezcla de BA (29,67 g) y o-xileno (250 g) y el embudo de adición se llena con una mezcla de hexametileno diisocianato (23,26 g) y o-xileno (190 g). El agitador se ajusta a aproximadamente 300 rpm y se permite que el contenido del reactor se enfríe a una temperatura de alrededor de 10 °C o menos mediante el baño de enfriamiento que contiene agua de refrigeración. Posteriormente, la mezcla de HMDI/xileno se añade desde el embudo de adición al reactor en 10 minutos. Finalmente, el embudo de adición se enjuaga con o-xileno (35 g), lo que da como resultado un contenido final de HMDI-BA del 10% en peso. La mezcla de reacción permanece agitada durante

5 un período de 30 minutos después de finalizar el procedimiento de dosificación de HMDI (tratamiento posterior) durante el cual el baño de ultrasonidos permaneció encendido. Si es necesario, durante este tratamiento posterior la mezcla de dispersión de control del escurrimiento se homogeneiza manualmente a intervalos de tiempo regulares (cada 5 minutos) con la ayuda de una pequeña varilla de metal cuando la agitación no fue efectiva. Después de los 30 minutos de tratamiento posterior, la dispersión de control del escurrimiento se retira del reactor.

10 La dispersión de control del escurrimiento tiene entonces una consistencia similar a la de un sólido lo que no permite una fácil caracterización de las propiedades reológicas. Por esta razón, la dispersión de control del escurrimiento se mezcla con una resina saturada de poliéster polioliol (Setal 1715 VX-74 disponible en Allnex) utilizando la proporción de mezcla que se muestra en la Tabla 3. La mezcla se homogeneiza en un mezclador Hauschild SpeedMixer (DAC 150.1 FVZ) durante 60 s a 3000 rpm. La mezcla resultante tiene un contenido de sólidos de 60,9% en peso y una concentración de SCA de HMDI-BA de 1,5% en peso sobre el peso total de sólidos.

Tabla 3

Dispersión de control del escurrimiento	3,61 g
Setal 1715 VX-74 Resina	32,22 g
o-Xileno	4,10 g
SCA, % sobre el peso total	0,90% en peso
NVM, %	60,9% en peso
SCA, % en peso de sólidos	1,5% en peso

15 La formulación anterior se define en este documento y se denomina formulación estándar para la determinación de la capacitancia reducida y la finura Hegman. Después del proceso de homogeneización, en esta formulación se miden estándar las propiedades reológicas y la finura Hegman de la mezcla de resina modificada con SCA. La finura Hegman se determinó utilizando un grindómetro Hegman comercial (Byk 1511, dos calibres paralelos con una profundidad máxima de 50 µm). Con la resina de polioliol modificada con la dispersión de control del escurrimiento del Ejemplo 1 la finura Hegman fue de 25 µm.

20 Las propiedades reológicas de la mezcla de SCA-polioliol se determinaron a 23 °C usando un reómetro de cono y placa (AR2000, TA Instruments) usando un cono de 4° y 40 mm. Para evitar la evaporación no deseada del disolvente se usó una trampa de disolvente. La curva de flujo descendente (viscosidad frente a velocidad de cizallamiento) se midió desde 400 Pa a 0,1 Pa y se muestra en la Figura 3. Junto a la curva de flujo, se midió la capacitancia de la fluencia durante 5 minutos a una tensión de fluencia de 0,7 Pa. El ensayo de fluencia fue precedido por un tratamiento de alto cizallamiento (30 s a 1000 s⁻¹) y una etapa de parada breve (2 s a 0 s⁻¹). Los resultados se resumen en la Tabla 5.

Ejemplo Comparativo 1

30 La dispersión de control del escurrimiento se preparó en el mismo reactor discontinuo, con la misma composición que en el Ejemplo 1 (Tabla 2) y usando el mismo procedimiento que se describe para el Ejemplo 1 con la excepción de que en este caso el baño de ultrasonidos se apagó durante el proceso de producción completo (sin acción ultrasónica). Después de dosificar HMDI y enjuagar el embudo de adición, la mezcla de reacción se agitó durante un período de 30 minutos (sin ultrasonidos). Después de los 30 minutos posteriores al tratamiento, la dispersión de control del escurrimiento similar a un sólido se retira del reactor.

35 La dispersión de control del escurrimiento se mezcla con una resina de polioliol en la composición que se muestra en la Tabla 3 y se caracteriza de la misma manera que se describe para el Ejemplo 1. El ensayo de Hegman mostró numerosas partículas sobre el calibre completo (finura de Hegman > 50 µm). La curva de flujo descendente se muestra en la Figura 3 y los resultados, incluido el del ensayo de fluencia, se resumen en la Tabla 5.

Ejemplo 2

Se prepararon muestras de dispersiones de control del escurrimiento con la composición que se muestra en la Tabla 4 (10% en peso de HMDI/SAMBA en o-xileno).

40 Tabla 4

	Gramos	Moles	o-Xileno (g)
SAMBA	31,16	0,26	250
HMDI	21,62	0,13	190
Enjuague con o-Xileno	-	-	35

Se usaron las mismas condiciones de proceso y configuración experimental que se describieron en el Ejemplo 1 para

fabricar la dispersión de control del escurrimiento del Ejemplo 2 en condiciones de ultrasonidos y se midieron la eficiencia tixotrópica y la finura de Hegman de la misma manera. La mezcla resultante tiene un contenido de sólidos del 60,9% en peso y una concentración de SCA de HMDI-SAMBA del 1,5% en peso sobre el peso total de sólidos. El calibre Hegman estaba sustancialmente libre de partículas en toda la longitud del calibre, por lo que la finura de Hegman es de alrededor de 0 μm . La curva de flujo descendente medida de 400 Pa a 0,1 Pa se muestra en la Figura 4. Junto a la curva de flujo, se midieron los valores de capacitancia de fluencia durante 5 minutos a una tensión de fluencia de 0,7 Pa como se describió anteriormente.

Ejemplo Comparativo 2

La dispersión de control del escurrimiento se preparó como se describió en el Ejemplo 2, excepto que el baño de ultrasonidos se desconectó durante todo el proceso de producción. Después de dosificar HMDI y enjuagar el embudo de adición, la mezcla de reacción se agitó durante un período de 30 minutos (sin ultrasonidos). Después de los 30 minutos posteriores al tratamiento, la dispersión de control del escurrimiento similar a un sólido se retira del reactor. La dispersión de control del escurrimiento se caracteriza de la misma manera que se describió anteriormente en el Ejemplo 2. El ensayo de Hegman mostró numerosas partículas en todo el calibre (finura de Hegman > 50 μm). La curva de flujo descendente se muestra en la Figura 4.

Ejemplos 3 a 8

Se determinó el impacto de la duración del postratamiento de ultrasonidos para las dispersiones de control del escurrimiento con la composición que se muestra en la Tabla 2 (10% en peso de HMDI/BA en o-xileno; Ejemplos 3 y 4) y para las dispersiones de control del escurrimiento con la composición que se muestra en la Tabla 4 (10% en peso de HMDI/SAMBA en o-xileno; Ejemplos 5 a 8). En todos los experimentos, la dosificación del isocianato se realizó durante 10 minutos aplicando ultrasonidos. Después del final de este período de dosificación, las muestras se agitaron durante un cierto tiempo durante el cual el equipo de ultrasonidos permaneció encendido. La duración de este tiempo de postratamiento varió entre las diversas muestras. Todas las muestras preparadas de dispersión de control del escurrimiento se caracterizaron como se describió anteriormente. La Figura 5 y la Figura 6 muestran una descripción general de las curvas de flujo (hacia abajo) de las resinas modificadas en función de la duración del tratamiento posterior con ultrasonidos para las muestras HMDI/BA y las muestras HMDI/SAMBA, respectivamente. En ambas figuras también se muestran resinas modificadas con dispersión de control del escurrimiento que se fabricaron sin el uso de ultrasonidos (Ejemplo Comparativo 1 en la Figura 5, Ejemplo Comparativo 2 en la Figura 6).

Tabla 5

	E1	EC1	E2	EC2	E3	E4	E5	E6	E7	E8
Tipo SCA	A	A	B	B	A	A	B	B	B	B
[SCA] (%)	1,48	1,48	1,47	1,48	1,48	1,48	1,49	1,49	1,49	1,48
Tiempo de US (min)	10/30	0/0	10/30	0/0	10/5	10/15	10/1	10/15	10/20	10/25
HF (μm)	25	>50	0	>50	>50	>50	>50	>50	0	0
HSV (Pa.s)	0,43	0,4	0,42	0,39	0,41	0,39	0,45	0,44	0,4	0,43
J5' (1/Pa)	82,9	444,8	15	259	454	456	36,3	33,9	19,9	20,3
Jr (%)	11,8	58,6	2,1	33,4	62,2	59,2	5,5	5	2,6	2,9
A = HMDI/BA, B = HMDI/SAMBA										

Los Ejemplos 3 y 4 son ejemplos del procedimiento de la invención pero el postratamiento fue demasiado corto para producir una mejora significativa para esta composición A particular. Los ejemplos muestran que la mejora en la eficiencia de la tixotropía es más fácil para la poliurea B que para la poliurea A; un tratamiento con US suave (10/15 min) proporciona una mejora significativa en la eficiencia tixotrópica de la poliurea B (E6), mientras que eso no es suficiente para la poliurea A (E4). El tiempo de postratamiento utilizado para E6 fue todavía demasiado corto para dar como resultado una buena finura Hegman. Sin embargo, el tiempo necesario para producir una buena finura Hegman es más corto para la poliurea B que para la poliurea A (10/20 min en E7 frente a 10/30 min en E1).

En la Tabla 5 [SCA] (%) es el % en peso de SCA sobre el peso total de sólidos de la mezcla. La viscosidad a alto cizallamiento es la viscosidad (promedio) en la curva descendente en el rango de velocidad de cizallamiento entre 850 y 1050 s^{-1} , J5' es el valor de la capacitancia de fluencia después de 300 s (5 min: J5'), la capacitancia reducida es 300 * J5' dividido entre la viscosidad a alto cizallamiento. Los datos de fluencia se determinan con una tensión de fluencia de 0,7 Pa.

En la Tabla 5 se puede ver que en estos experimentos la duración preferida del postratamiento de ultrasonidos necesario para producir el material dispersión de control del escurrimiento con buena finura así como una buena eficiencia tixotrópica es de aproximadamente 20 minutos para la configuración de ultrasonidos utilizada en estos

experimentos.

5 Los resultados muestran que los resultados del SCA (B) basado en SAMBA son mejores en todas las circunstancias que los del SCA (A) basado en BA. Sin embargo, también se puede ver que, según la invención, se puede preparar un SCA (E1) a partir de SCA ordinario basado en BA que es incluso mejor en eficiencia tixotrópica que el SCA (CE2) basado en SAMBA más caro conocido.

Se considera que para diferentes tipos de SCA y en un procedimiento y configuración diferentes, el tiempo requerido de postratamiento sónico puede ser diferente y puede establecerse de acuerdo con los ejemplos anteriores para cada condición del procedimiento.

Ejemplo 9

10 Se preparó una dispersión de control del escurrimiento con la composición que se muestra en la Tabla 4 (10% en peso de HDMI/SAMBA en o-xileno) en la que la dosificación del isocianato se realizó durante 10 minutos sin ultrasonidos seguido de un período de agitación de 30 minutos durante el cual el equipo de ultrasonidos estuvo encendido. La muestra de dispersión de control del escurrimiento se caracterizó como se describió anteriormente. La Figura 7 muestra la curva de flujo (hacia abajo) de esta resina modificada (triángulos sólidos). En esta figura también se muestran resinas modificadas con dispersión de control del escurrimiento fabricada sin ultrasonidos (Ejemplo Comparativo 2, rombos vacíos) y con dispersión de control del escurrimiento fabricada con ultrasonidos en continuo (Ejemplo 2, cuadrados sólidos). Los resultados del ensayo de Hegman (HG) de las tres muestras se muestran en la leyenda. Los ejemplos muestran claramente las mejoras sorprendentemente grandes tanto en la tixotropía como en la finura como resultado de la aplicación de ultrasonidos tanto durante como después de la reacción.

20 Ejemplo 10 y Ejemplo Comparativo 3

El Ejemplo 10 y el Ejemplo Comparativo 3 son dispersiones de control del escurrimiento con la composición que se muestra en la Tabla 6 (10% en peso de HDMI/BA, 8% en peso de sólidos de Setal 1715 VX-74 y o-xileno) que se prepararon usando el mismo método que se describió anteriormente para el Ejemplo 1 y el Ejemplo Comparativo 1, respectivamente. En estos ejemplos, la premezcla que comprende BA y o-xileno también contenía resina de poliol (Setal 1715 VX-74). Para permitir la determinación de la capacitancia reducida y de la finura de Hegman, ambas dispersiones de control del escurrimiento se mezclaron con Setal VX-74 adicional y algo de o-xileno para obtener la formulación estándar que contenía 1,5% en peso de SCA sobre el peso total de sólidos y con un contenido de sólidos de 60,9% en peso (Tabla 7). Las propiedades reológicas y la finura Hegman para estos materiales se resumen en la Tabla 8.

30 La comparación de los resultados para E10 y EC3 muestra claramente la mejora drástica en la finura Hegman y la mejora en la eficiencia tixotrópica (reducción de la capacitancia reducida) como resultado de la aplicación de ultrasonidos tanto durante como después de la reacción.

Tabla 6

	Gramos	Moles	o-Xileno (g)
BA	28,1	0,26	198
Setal 1715 VX-74	54,0		
HMDI	22,0	0,13	198

35

Tabla 7

Dispersión de control del escurrimiento	3,53 g
Setal 1715 VX-74 adicional	31,22 g
o-Xileno	3,64 g
NVM, %	60,9% en peso
SCA, % en peso de sólidos	1,5% en peso

ES 2 935 646 T3

Tabla 8

	E10	EC3
Tipo de SCA	A	A
[SCA] (% en peso)	1,5	1,5
Tiempo de US (min)	10/30	0/0
HF (μm)	0	>50
HSV (Pa.s)	0,39	0,40
J5' (1/Pa)	331	416
Jr (%)	43,0	55,4

Ejemplo 11 y Ejemplo Comparativo 4

5 El Ejemplo 11 y el Ejemplo Comparativo 4 son dispersiones de control del escurrimiento con la composición que se muestra en la Tabla 9 (10% en peso de HDMI/SAMBA, 40% en peso de sólidos de resina de Setal 1715 VX-74 y o-xileno) que se prepararon usando el mismo método que se describió anteriormente para el Ejemplo 1 y el Ejemplo Comparativo 1, respectivamente. La determinación de la capacitancia reducida y la finura de Hegman se realizó usando las mezclas que se muestran en la Tabla 10 (composición de resina estándar), los resultados se muestran en la Tabla 11. La comparación de los resultados para E11 y EC4 muestra claramente la mejora drástica en la finura de Hegman como resultado de la aplicación de ultrasonidos tanto durante como después de la reacción.

10

Tabla 9

	Gramos	Moles	o-Xileno (g)
SAMBA	11,9	0,1	127,8
Setal 1715 VX-74	270,3		
HMDI	8,2	0,05	82,1

Tabla 10

Dispersión de control del escurrimiento	3,50 g
Setal 1715 VX-74 adicional	10,52 g
o-Xileno	1,10 g
NVM, %	60,9% en peso
SCA, % en peso de sólidos	1,5% en peso

15

Tabla 11

	E11	EC4
Tipo SCA	B	B
[SCA] (% en peso)	1,5	1,5
Tiempo de US (min)	10/30	0/0
HF (μm)	0	>50
HSV (Pa.s)	0,46	0,43
J5' (1/Pa)	13,0	12,5
Jr (%)	2,0	1,8

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para la preparación de una composición tixotrópica que comprende partículas de poliurea, comprendiendo dicho procedimiento poner en contacto y hacer reaccionar en un medio líquido reaccionantes (I) que comprenden un poliisocianato (a) y una monoamina (b) o reaccionantes (II) que comprenden una poliamina (a) y un monoisocianato (b) para formar una poliurea y precipitar la poliurea para formar partículas de poliurea, en donde se aplica vibración acústica durante el contacto de los reaccionantes o como tratamiento posterior sobre las partículas de poliurea formadas o ambos.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que se aplica vibración acústica tanto durante el contacto de los reaccionantes como, en forma de tratamiento posterior, sobre las partículas de poliurea formadas.
- 10 3. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la temperatura durante el contacto y/o en el postratamiento es inferior a 80 °C, más preferiblemente inferior a 60 °C, incluso más preferiblemente inferior a 50 °C.
4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la vibración acústica es una vibración sónica o, más preferiblemente, una vibración ultrasónica aplicada indirectamente o, más preferiblemente, directamente.
- 15 5. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la vibración acústica tiene una densidad de energía E1 de más que 5 W/L, más preferiblemente más que 10, 20, 50 o más preferiblemente más que 100 W/L, donde la densidad de energía es la potencia bruta de la(s) unidad(es) ultrasónica(s) dividida entre el volumen total de líquido que se expone a los ultrasonidos, o más preferiblemente en donde la vibración acústica tiene una densidad de energía E2 de más que 5 W/L, más preferiblemente más que 10, 20, 50 o más preferiblemente más que 20 100 W/L, donde la densidad de energía es la potencia bruta de la(s) unidad(es) ultrasónica(s) dividida entre el volumen total de composición tixotrópica que se expone a los ultrasonidos.
6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que los reaccionantes y las partículas de poliurea formadas también se someten a agitación.
- 25 7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la reacción tiene lugar en un medio líquido en ausencia sustancial de material de resina polimérica y en donde la composición tixotrópica formada comprende al menos 4% en peso, más preferiblemente al menos 6% en peso, 8% en peso, 10% en peso o incluso al menos 15% en peso y típicamente menos que 40% en peso, 30% en peso o 25% en peso de partículas de poliurea en relación con el peso total de la composición tixotrópica y sustancialmente ningún material de resina polimérica.
- 30 8. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la composición tixotrópica formada comprende un material de resina polimérica en una cantidad entre 1 y 40% en peso, preferiblemente entre 1 y 25% en peso, más preferiblemente entre 1 y 15% en peso y lo más preferiblemente entre 1 y 10% en peso, y al menos 4% en peso, más preferiblemente al menos 8% en peso, incluso más preferiblemente al menos 10% en peso o incluso al menos 13% en peso de partículas de poliurea en relación con el peso total de la composición tixotrópica que incluye material de resina polimérica y en el que preferiblemente las partículas de poliurea se han formado en presencia del 35 material de resina polimérica.
9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la reacción tiene lugar en una composición de resina que comprende entre 40% en peso y 85% en peso de material de resina polimérica como aglutinante y en donde la composición tixotrópica comprende entre 0,1 y 8% en peso, preferiblemente entre 0,1 y 5% en peso de partículas de poliurea, en donde los % en peso son relativos al peso total de la composición tixotrópica.
- 40 10. Un procedimiento para la preparación de una composición tixotrópica que comprende partículas de poliurea, en el que la vibración acústica se aplica sólo como tratamiento posterior a una composición de revestimiento tixotrópica que comprende partículas de poliurea.
11. Una composición tixotrópica, obtenible por cualquiera de los procedimientos según las reivindicaciones 1 a 10.
- 45 12. La composición tixotrópica según la reivindicación 11, que comprende A) al menos el 5% en peso, preferiblemente al menos el 8% en peso, más preferiblemente al menos el 10% en peso de partículas de poliurea y que no comprende sustancialmente ninguna resina polimérica o B) que comprende al menos el 5% en peso, preferiblemente al menos el 8% en peso, más preferiblemente al menos el 10% en peso de partículas de poliurea y que comprende entre el 1 y el 40% en peso, preferiblemente entre el 1 y el 25% en peso, más preferiblemente entre el 1 y el 15% en peso y lo más preferiblemente entre el 1 y el 10% en peso de resina polimérica en donde el % en peso es relativo al peso total de la 50 composición tixotrópica y en donde la composición tixotrópica, cuando se ensaya en una formulación estándar como se describe en la descripción a una concentración de 1,5% en peso de partículas de poliurea sobre el peso total de sólidos, tiene una capacitancia reducida inferior al 50%, preferiblemente inferior al 40%, más preferiblemente inferior al 30%, incluso más preferiblemente inferior al 20% y lo más preferiblemente inferior al 15% e idealmente incluso inferior al 10% y un valor de finura Hegman inferior a 40, preferiblemente inferior a 20 y más preferiblemente inferior a 15 μm .
- 55 13. La composición tixotrópica según las reivindicaciones 11 ó 12, en la que al menos parte de las partículas de

poliurea se prepara a partir de un diisocianato y bencilamina o en la que al menos parte de las partículas de poliurea se prepara a partir de aminas o isocianatos quirales.

- 5 14. La composición tixotrópica según las reivindicaciones 11 a 13 o las reivindicaciones de procedimiento 1 a 10, que comprende un medio líquido que se elige entre un disolvente, un diluyente reactivo, una resina de bajo peso molecular, preferiblemente una resina curable por UV o una resina epoxi o combinaciones de los mismos y que comprende opcionalmente una resina polimérica disuelta o dispersada en el mismo.
15. Uso de la composición tixotrópica según las reivindicaciones 11 a 14, preferiblemente como mezcla maestra, en un procedimiento para la preparación de una composición de revestimiento, de revestimiento tipo gel, de pintura, de adhesivo, de tinta o de sellante.
- 10 16. Una composición de revestimiento, preparada a partir de una composición tixotrópica según una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 14 o que comprende partículas de poliurea de una composición tixotrópica según una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 14.
17. Un revestimiento curado, preparado a partir de la composición de revestimiento según la reivindicación 16.

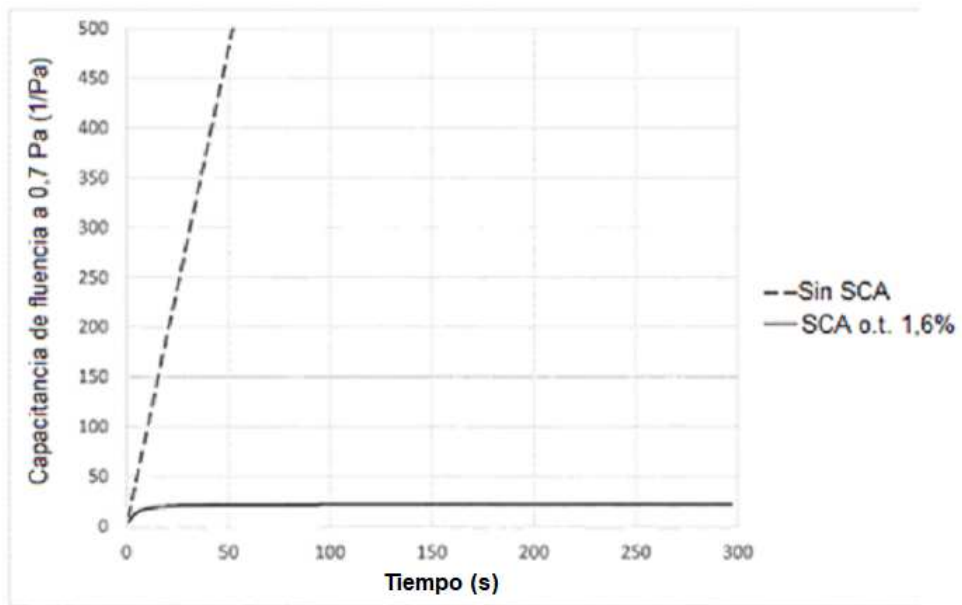


Figura 1

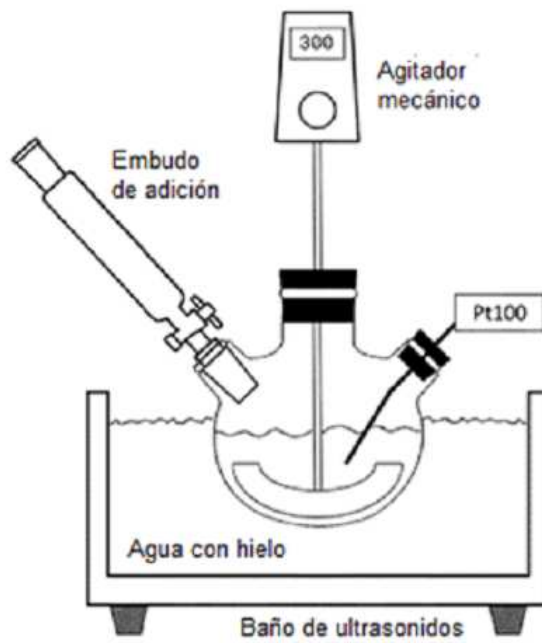


Figura 2

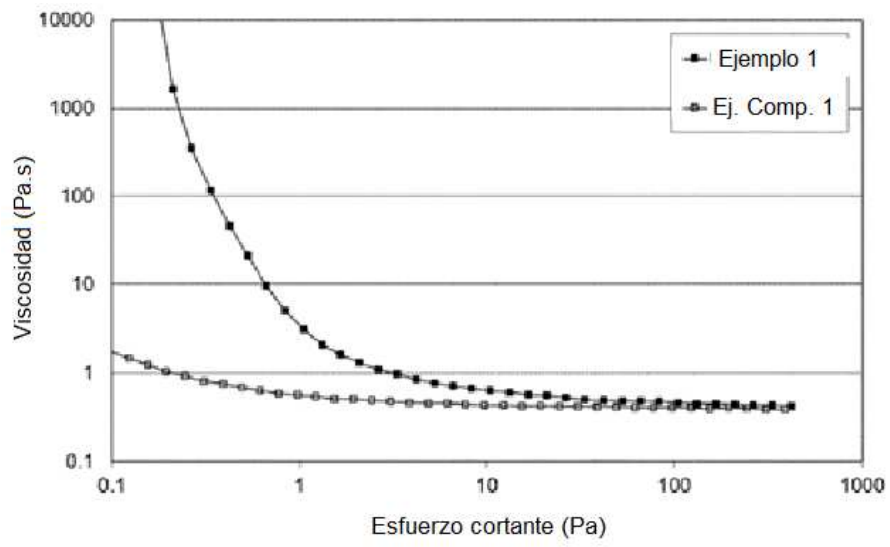


Figura 3

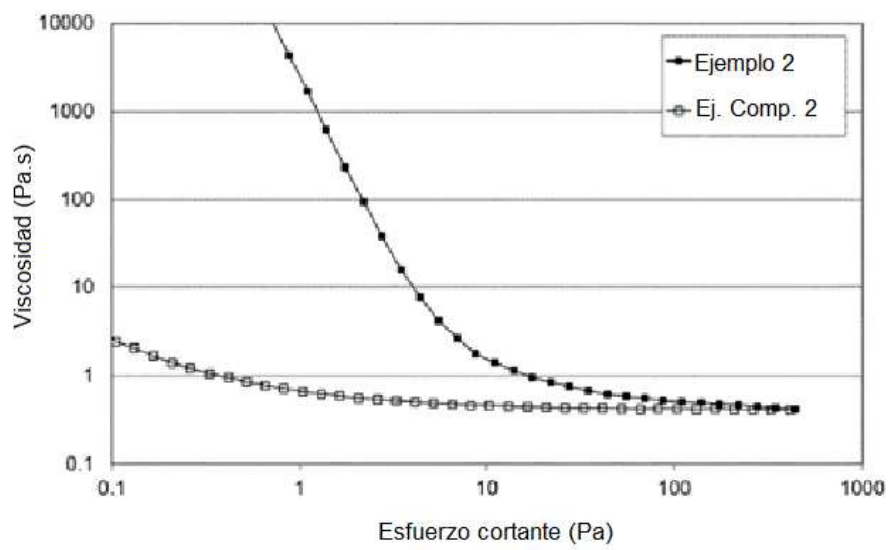


Figura 4

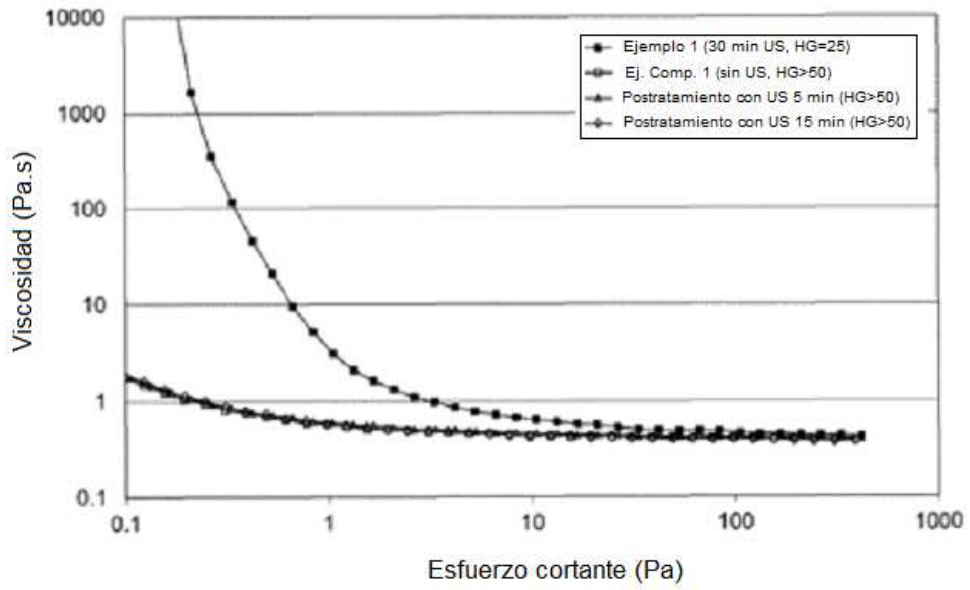


Figura 5

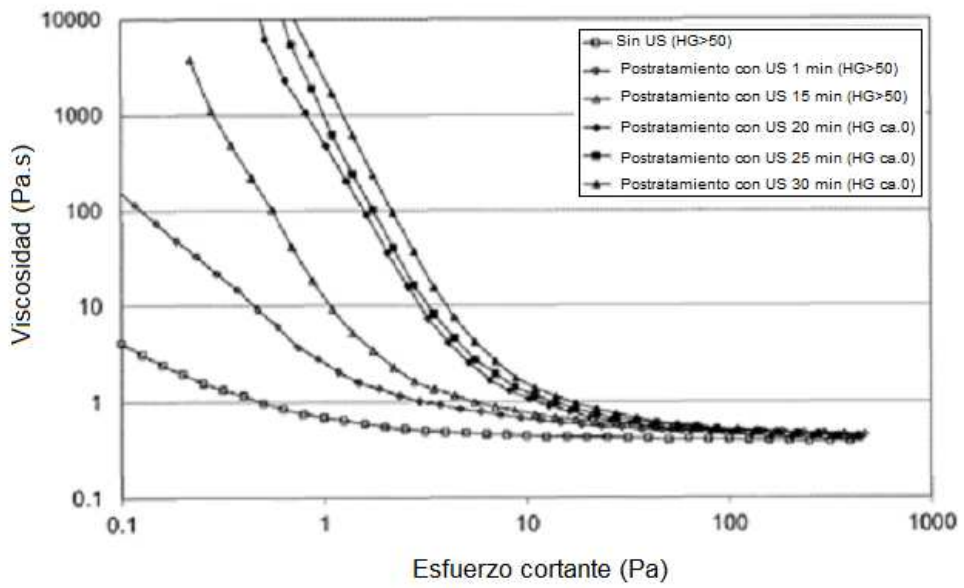


Figura 6

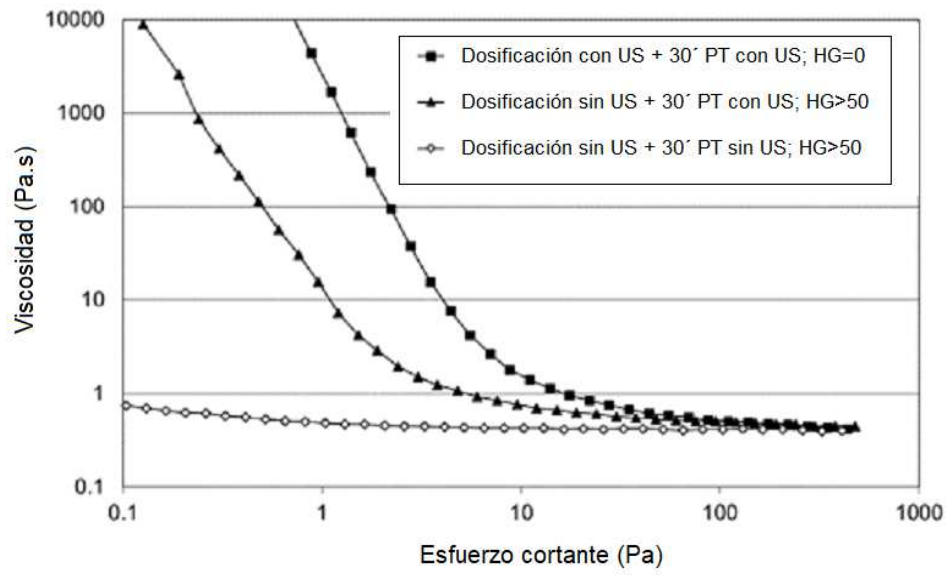


Figura 7