

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 371 132**

51 Int. Cl.:
C08F 220/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08784982 .4**
96 Fecha de presentación: **23.07.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2185612**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.05.2010**

54 Título: **ADITIVOS NO IÓNICOS SOLUBLES EN AGUA A BASE DE ALIL-Y VINIL-ÉTER.**

30 Prioridad:
23.08.2007 DE 102007039785

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.12.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.12.2011

73 Titular/es:
**CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED
CITCO BUILDING, WICKHAMS CAY P.O. BOX 662
ROAD TOWN, TORTOLA, VG**

72 Inventor/es:
**FECHNER, Björn;
SCHAEFER, Carsten y
WÖRNDLE, Alexander**

74 Agente: **Lehmann Novo, Isabel**

ES 2 371 132 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

Aditivos no iónicos solubles en agua a base de alil- y vinil-éter

5 Objeto de la presente invención son nuevos copolímeros no iónicos que pueden utilizarse como agentes dispersantes para preparados de pigmentos basados en agua, y un procedimiento para la preparación de estos copolímeros.

10 Los agentes dispersantes no iónicos a base de novolaca, hasta ahora habituales, contienen, como consecuencia de su preparación, restos de alquilfenoles, a menudo nonilfenol y sus etoxilatos. Dado que los etoxilatos de alquilfenol o sus productos de degradación apenas son degradados en el medio ambiente, se acumulan. Esto es problemático, ya que muestran un efecto hormonal sobre los organismos acuáticos. Por lo tanto, en muchos países se han dictado decretos (p. ej. 2003/53/EC), que limitan o prohíben el empleo de materiales que contienen alquilfenoles o sus etoxilatos en circuitos abiertos de materiales.

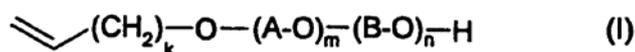
15 El documento US 2005 085 563 describe agentes dispersantes que se obtienen mediante copolimerización de poliéteres vinil-funcionalizados y óxido de estireno. En los documentos EP-A-0 894 811 y EP-A-0 736 553 se indican copolímeros a base de derivados de ácidos carboxílicos insaturados y oxalquilen-glicolalquil-éteres, así como un derivado de ácido dicarboxílico, que se adecuan para su uso en aglutinantes hidráulicos, en particular cemento.

20 En el documento DE-A-100 17 667 se describe el uso de copolímeros de este tipo para la producción de preparados acuosos de pigmentos.

25 Las investigaciones llevadas a cabo hasta la fecha han demostrado que sigue siendo extraordinariamente difícil sintetizar agentes dispersantes que sean equivalentes a sistemas de novolaca no iónicos. Según esto, se requieren nuevos agentes dispersantes que puedan dispersar con baja viscosidad a los pigmentos orgánicos en una elevada concentración superior al 40%. Las dispersiones deben poder prepararse fácilmente, es decir, los pigmentos deben ser fácilmente humectables y ser fácilmente incorporables en el medio acuoso. La dispersión debe presentar una intensidad de color elevada y reproducible y mantener estable a ésta a lo largo de un espacio de tiempo de varios años. Asimismo, todos los demás parámetros colorísticos tales como, p. ej., el ángulo de la tonalidad y la pureza
30 deberían ser reproducibles y estables. Además, la dispersión debe disponer de una baja viscosidad; los pigmentos no deben aglomerarse ni tampoco flocular, ni deben suspenderse o sedimentarse. La dispersión no debería formar espuma o no debería provocar o acelerar la formación de espuma alguna en el medio de aplicación. Además, los agentes dispersantes deberían contribuir a una amplia compatibilidad de las dispersiones en distintos medios de aplicación. Además, la dispersión debe ser estable a la cizalla, es decir no debe modificar la intensidad de color o
35 colorística bajo cizalla, y la dispersión debe permanecer estable a la floculación bajo estas condiciones.

Sorprendentemente, se encontró que copolímeros de tipo peine no iónicos especiales, que se preparan con ayuda de macromonómeros a base de polietilen- /polipropilen-glicol-monovinil-éteres o -alil-éteres, cumplen este cometido.

40 Por lo tanto, son objeto de la invención copolímeros que se pueden obtener mediante polimerización de los monómeros (A), (B) y (C), en donde
(A) es un monómero de la fórmula (I)



45 en donde

A representa alquileo C_2 a C_4 y

B representa un alquileo C_2 a C_4 distinto del de A,

k corresponde al número 0 ó 1,

50 m es un número de 0 a 500, preferiblemente de 0 a 50;

n es un número de 0 a 500, preferiblemente de 0 a 50,

en donde la suma de $m + n$ es igual a 1 hasta 1000;

(B) es un monómero etilénicamente insaturado que contiene un grupo aromático; y

(C) es un monómero etilénicamente insaturado que contiene un radical alquilo.

55 El copolímero de acuerdo con la invención posee grupos extremos usuales que se forman por el inicio de la polimerización en los radicales o mediante reacciones de transferencia de la cadena o mediante reacciones de interrupción de la cadena, por ejemplo un protón, un grupo a base de un iniciador de los radicales o un grupo con

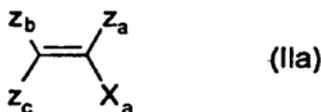
contenido en azufre procedente de un reactivo de transferencia de la cadena.

5 La relación molar de los monómeros asciende preferiblemente a 1 hasta 80% para el monómero (A), a 0,1 hasta 80% para el monómero (B) y a 0,1 hasta 80% para el monómero (C). De manera particularmente preferida, la relación molar de los monómeros se encuentra en 10 a 70% para el monómero (A), en 10 a 60% para el monómero (B) y en 10 a 60% para el monómero (C).

Monómeros (A) preferidos son aquellos en donde A significa etileno y B significa propileno, o A significa propileno y B significa etileno.

10 Las unidades óxido de alquileo (A-O)_m y (B-O)_n pueden presentarse dispuestas de forma estadística o, como en el caso de una forma de realización preferida, a modo de bloques. En principio, la suma de las unidades óxido de alquileo puede ser de m + n = 1 a 1000, preferiblemente es 1 a 500, en particular 2 a 100, de manera particularmente preferida 5 a 100.

15 Monómeros (B) preferidos se pueden describir por la Fórmula (IIa) o la Fórmula (IIb)



en donde

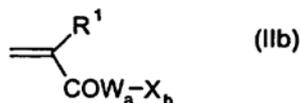
20 X_a representa un radical aromático o aralifático con 3 a 30 átomos de C, que contiene eventualmente uno o varios de los heteroátomos N, O y S,

Z_a representa H o alquilo (C₁-C₄),

Z_b representa H o alquilo (C₁-C₄), y

Z_c representa H o alquilo (C₁-C₄);

25



en donde

R¹ representa hidrógeno o metilo,

30 X_b representa un radical aromático o aralifático con 3 a 30 átomos de C, el cual contiene eventualmente uno o varios de los heteroátomos N, O y S,

W_a representa oxígeno o el grupo NH.

35 A los monómeros (B) pertenecen, por ejemplo, los siguientes ésteres y amidas del ácido acrílico y del ácido metacrílico: fenilo, bencilo, toliilo, 2-fenoxietilo, fenetilo.

Otros monómeros (B) son monómeros vinil-aromáticos tales como estireno y sus derivados tales como, por ejemplo, viniltolueno, alfa-metilestireno. En el caso de la unidad aromática se puede tratar también de compuestos heteroaromáticos tales como, p. ej., en 1-vinilimidazol.

40 Monómeros (B) particularmente preferidos pueden ser: estireno, 1-vinilimidazol, metacrilato de bencilo, metacrilato de 2-fenoxietilo y metacrilato de fenetilo.

Monómeros (C) preferidos se pueden describir por la Fórmula (IIIa) o la Fórmula (IIIb):



45

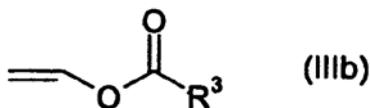
en donde

R² representa hidrógeno o metilo,

Y representa un radical hidrocarbonado alifático con 1 a 30 átomos de C, preferiblemente 6 a 30, en particular 9 a 20 átomos de C, que puede ser lineal o ramificado, o puede ser también cíclico, y puede contener los heteroátomos O, N y/o S, y puede estar también insaturado,

50

W_b representa oxígeno o el grupo NH;



5 en donde

R³ representa un radical hidrocarbonado alifático con 1 a 30 átomos de C, preferiblemente 6 a 20, en particular 8 a 12 átomos de C, que puede ser lineal o ramificado, o también puede ser cíclico, y puede contener los heteroátomos O, N y/o S y puede estar también insaturado.

10 A los monómeros (C) pertenecen, por ejemplo, los siguientes ésteres y amidas del ácido acrílico y del ácido metacrílico: metil-, etil-, propil-, isopropil-, n-butil-, isobutil-, t-butil-, pentil-, hexil-, 2-etilhexil-, 3,3-dimetilbutil-, heptil-, octil-, iso-octil-, nonil-, lauril-, cetil-, estearil-, behenil-, ciclohexil-, trimetilciclohexil-, t-butilciclohexil-, bornil-, isobornil-, adamantil-, (2,2-dimetil-1-metil)propil-, ciclopentil-, 4-etil-ciclohexil-, 2-etoxietil-, tetrahidrofurfuril- y tetrahidropiranil-.

15 Además, a los monómeros (C) pertenecen los ésteres vinílicos de los ácidos carboxílicos tales como, por ejemplo, éster vinílico del ácido láurico, éster vinílico del ácido mirístico, éster vinílico del ácido esteárico, éster vinílico del ácido behénico, del ácido piválico, del ácido neohexanoico, del ácido neoheptanoico, del ácido neo-octanoico, del ácido neonanoico, del ácido neodecanoico y del ácido neoundecanoico. En este caso, también pueden emplearse asimismo los ésteres vinílicos a base de mezclas de ácidos carboxílicos de este tipo.

20 Monómeros (C) preferidos son los siguientes ésteres alquílicos o bien alquil-amidas del ácido acrílico y del ácido metacrílico: metil-, etil-, propil-, butil-, isobutil-, 2-etoxietil-, miristil-, octadecil- y, de manera particularmente preferida, 2-etilhexil- y lauril-.

25 Los copolímeros de acuerdo con la invención poseen un peso molecular de 10³ g/mol a 10⁹ g/mol, de manera particularmente preferida de 10³ a 10⁷ g/mol, de manera particularmente preferida de 10³ a 10⁵ g/mol.

Mediante la combinación de los monómeros (A) con los monómeros (B) y (C) aromáticos y alifáticos se consigue reproducir las propiedades de agentes dispersantes a modo de novolaca de manera que se obtenga un perfil de propiedades muy similar.

30 La preparación de los copolímeros de acuerdo con la invención puede tener lugar mediante polimerización en los radicales. La reacción de polimerización puede llevarse a cabo de forma continua, discontinua o semi-continua.

La reacción de polimerización se realiza ventajosamente como polimerización por precipitación, polimerización en emulsión, polimerización en disolución, polimerización en masa o polimerización en gel. Particularmente ventajosa para el perfil de propiedades de los copolímeros de acuerdo con la invención es la polimerización en disolución.

35 Como disolventes para la reacción de polimerización pueden servir todos los disolventes orgánicos o inorgánicos que se comportan de manera amplísimamente inerte en relación con reacciones de polimerización en los radicales, por

ejemplo acetato de etilo, acetato de n-butilo o acetato de 1-metoxi-2-propilo así como alcoholes tales como, p. ej., etanol, i-propanol, n-butanol, 2-etilhexanol o 1-metoxi-2-propanol, asimismo dioles tales como etilenglicol y propilenglicol. También pueden utilizarse cetonas tales como acetona, butanona, pentanona, hexanona y metil-etil-

40 cetona, ésteres alquílicos del ácido acético, propiónico y butírico tales como, por ejemplo, acetato de etilo, acetato de butilo y acetato de amilo, éteres tales como tetrahidrofurano, dietiléter y etilenglicol- y polietilenglicol-monoalquiléter-dialquiléter. Asimismo pueden emplearse disolventes aromáticos tales como, p. ej. tolueno, xileno o alquil-bencenos de mayor punto de ebullición. Asimismo es imaginable el empleo de mezclas de disolventes, ajustándose la elección

45 del disolvente o de los disolventes en función de la finalidad de uso del copolímero de acuerdo con la invención. Uso preferente lo encuentran agua; alcoholes inferiores; preferiblemente metanol, etanol, propanoles, iso-, sec.- y t-butanol, 2-etilhexanol, butilglicol y butildiglicol, de manera particularmente preferida iso-propanol, t-butanol, 2-etilhexanol, butilglicol y butildiglicol; hidrocarburos con 5 a 30 átomos de carbono y mezclas y emulsiones de los compuestos antes mencionados.

50 Disolventes particularmente preferidos son metiletilcetona, metilisobutilcetona, isopropanol,

La reacción de polimerización tiene lugar preferiblemente en el intervalo de temperaturas entre 0 y 180°C, de manera particularmente preferida entre 10 y 100°C, tanto a presión normal como también a presión elevada o reducida. Eventualmente, la polimerización también puede llevarse a cabo bajo una atmósfera de gas protector, preferiblemente bajo nitrógeno.

55 Para desencadenar la polimerización pueden utilizarse rayos electromagnéticos ricos en energía, energía mecánica o los iniciadores de la polimerización químicos habituales tales como peróxidos orgánicos, p. ej. peróxido de

benzoílo, hidroperóxido de terc.-butilo, peróxido de metiletilcetona, peróxido de cumoílo, peróxido de dilauroílo (DLP), o iniciadores azo tales como, p. ej., azodiisobutironitrilo (AIBN), hidrocloreto de azobisamidopropilo (ABAH) y 2,2'-azobis(2-metilbutironitrilo) (AMBN). Asimismo adecuados son compuestos peroxi inorgánicos tales como, p. ej., $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ o H_2O_2 , eventualmente en combinación con agentes reductores (p. ej. hidrógeno-sulfito de sodio, ácido ascórbico, sulfato de hierro (II)) o sistemas redox que, como componente reductor, contienen un ácido sulfónico alifático o aromático (p. ej. ácido bencenosulfónico, ácido toluenosulfónico).

Como reguladores del peso molecular pasan a emplearse los compuestos habituales. Reguladores conocidos adecuados son, p. ej., alcoholes tales como metanol, etanol, propanol, isopropanol, n-butanol, sec.-butanol y alcoholes amílicos, aldehídos, cetonas, alquiltioles tales como, p. ej., dodeciltiol y terc.-dodeciltiol, ácido tioglicólico, tioglicolato de iso-octilo y algunos compuestos halogenados tales como p. ej., tetracloruro de carbono, cloroformo y cloruro de metileno.

Otro objeto de la presente invención es el uso del copolímero de acuerdo con la invención como agente dispersante, en particular para pigmentos y cargas, p. ej., en la preparación de concentrados de pigmentos basados en agua que se utilizan para la tinción de pinturas de dispersión y barnices, pinturas, materiales de revestimiento y tintas de imprenta, así como para la tinción de papel, cartón y materiales textiles.

Ejemplos de síntesis

Prescripción de síntesis 1

En un matraz con agitador, refrigerador de reflujo, termómetro interno y tubería de entrada de nitrógeno se dispuso el monómero A, el monómero C y, eventualmente, el regulador del peso molecular en disolventes bajo la introducción de nitrógeno. Después, la temperatura se llevó a 80°C con agitación y, en el espacio de una hora, se aportó dosificadamente una disolución del iniciador. Al mismo tiempo, se comenzó con la dosificación de monómero B, la cual se concluyó después de 3 horas. A continuación, se continuó agitando todavía durante 2 horas a esta temperatura y luego se separó en vacío el disolvente.

Descripción de síntesis 2

En un matraz con agitador, refrigerador de reflujo, termómetro interno y tubería de entrada de nitrógeno se dispuso el monómero A, el monómero C y, eventualmente, el regulador del peso molecular y el componente 1 (ácido ascórbico) del sistema iniciador redox en disolvente bajo la introducción de nitrógeno. Después, la temperatura se llevó a 80°C con agitación y, en el espacio de tres horas, se aportó dosificadamente una disolución del componente 2 (t-BuOOH) del sistema iniciador redox. Al mismo tiempo, se comenzó con la dosificación de monómero B, la cual se concluyó después de 3 horas. A continuación, se continuó agitando todavía durante 2 horas a esta temperatura y luego se separó en vacío el disolvente.

Las siguientes tres Tablas contienen Ejemplos de síntesis análogos a las dos Prescripciones de síntesis generales anteriores.

ES 2 371 132 T3

Tabla 1		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Monómero C	Metacrilato de 2-etilhexilo	136,4g									
	Metacrilato de laurilo			175,0g							
	Metacrilato de estearilo					232,8g					
	Metacrilato de isobornilo							152,9g			
	Metacrilato de tetrahydrofurfurilo									117,1g	
	Ester vinílico del ácido neononanoico				78,3g						78,3g
	Ester vinílico del ácido neodecanoico		84,3g						84,3g		
	Ester vinílico del ácido neoundecanoico						90,3g				
Monómero B	1-vinilimidazol					64,7g		64,7g			
	Estireno	71,6g	41,6g		41,6g						41,6g
	Metacrilato de bencilo						70,4g		70,4g		
	Metacrilato de fenetilo			130,8g							
	Metacrilato de 2-fenoxietilo									141,8g	
Monómero A	Poliglicol 1		300g		300g		300g				300g
	Poliglicol 2	378,4g		378,4g		378,4g				378,4g	
	Poliglicol 3							688g			
	Poliglicol 4								3000g		
Iniciador	AMB	16,5g	13,4g		13,4g	16,5g	13,4g	16,5g	13,4g		
	Peróxido de dibenzoílo			20,8g							
	Ácido ascórbico-t-BuOOH									17,51g / 7,73g	17,51g / 7,73g
Regulador	Dodecanodiol	16,5g		16,5g		16,5g		16,5g		16,5g	16,5g
	Etilmercaptano				4,2g						
Disolvente	Metiletilcetona	660g	660g			660g			660g	660g	660g
	Metilisobutilcetona			660g	660g						
	Isopropanol						660g	660g			
	Según la prescripción de síntesis...	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2
	M _w del polímero obtenido	14000	18500	10300	9000	12800	17800	15400	26200	11000	8800

ES 2 371 132 T3

Tabla 2		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Monómero C	Metacrilato de 2-etilhexilo	136,4g									
	Metacrilato de laurilo			175,0g							
	Metacrilato de estearilo					232,8g					
	Metacrilato de isobornilo							152,9g			
	Metacrilato de tetrahidrofurfurilo									117,1g	
	Ester vinílico del ácido neononanoico				78,3g						78,3g
	Ester vinílico del ácido neodecanoico		84,3g						84,3g		
	Ester vinílico del ácido neoundecanoico						90,3g				
Monómero B	1-vinilimidazol					64,7g		64,7g			
	Estireno	71,6g	41,6g		41,6g						41,6g
	Metacrilato de bencilo						70,4g		70,4g		
	Metacrilato de fenetilo			130,8g							
	Metacrilato de 2-fenoxietilo									141,8g	
Monómero A	Poliglicol 5						210g				
	Poliglicol 6		300g		300g				300g		300g
	Poliglicol 7	378,4g		378,4g		378,4g		378,4g		378,4g	
Iniciador	AMBN	16,5g	13,4g		13,4g	16,5g	13,4g	16,5g	13,4g		
	Peroxido de dibenzoilo			20,8g				20,8g			
	Ácido ascórbico-t-BuOOH									17,51g / 7,73g	17,51g / 7,73g
Regulador	Dodecanodiol		13,4g	16,5g			13,4g	16,5g			13,4g
	Etilmercaptano				4,2g				4,2g		
Disolvente	Metiletilcetona	660g	660g			660g	660g			660g	660g
	Metilisobutilcetona			660g	660g						
	Isopropanol							660g	660g		
Según la prescripción de síntesis		1	1	1	1	1	1	1	1	2	2
M _w del polímero obtenido		16200	7500	6100	8200	14600	7000	15000	8900	14700	9200

Tabla 3		21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Monómero C	Metacrilato de 2-etilhexilo	136,4g									
	Metacrilato de laurilo			175,0g							
	Metacrilato de estearilo					232,8g					
	Metacrilato de isobornilo							152,9g			
	Metacrilato de tetrahidrofurfurilo									117,1g	
	Ester vinílico del ácido neononanoico				78,3g						
	Ester vinílico del ácido neodecanoico		84,3g						84,3g		78,3g
	Ester vinílico del ácido neoundecanoico							90,3g			
Monómero B	1-vinilimidazol					64,7g		64,7g			
	Estireno	71,6g	41,6g		41,6g						41,6g
	Metacrilato de bencilo						70,4g		70,4g		
	Metacrilato de fenetilo			130,8g							
	Metacrilato de 2-fenoxietilo									141,8g	
Monómero A	Poliglicol 8		300g			300g			300g		
	Poliglicol 9	429g			429g					429g	
	Poliglicol 10			876g				876g			
	Poliglicol 11						1224g				1224g
Iniciador	AMB	16,5g	13,4g		13,4g	16,5g	13,4g		13,4g		
	Peroxido de dibenzoilo			20,8g				20,8g			
	Ácido ascórbico-t-BuOOH									17,51g / 7,73g	17,51g / 7,73g
Regulador	Dodecanodiol	16,5g	13,4g			16,5g				16,5g	
	Etilmercaptano				4,2g				4,2g		
Disolvente	Metiletilcetona	660g	660g			660g	660g				
	Metilisobutilcetona			660g	660g			660g	660g		
	Isopropanol						660g	660g		660g	660g
Según la prescripción de síntesis		1	1	1	1	1	1	1	1	2	2
M _w del polímero obtenido		8400	7900	13900	9000	8100	26200	15000	8600	8900	24800

Composición del monómero A de las Tablas 1 a 3:

- | | | |
|----|--------------|--|
| 5 | Poliglicol 1 | polialquilenglicolmonoviniléter (Fórmula (I), k = 0, n = 0, m = 11,5; (A-O) corresponde a (CH ₂ CH ₂ O)), masa molar, aprox. 550 g/mol |
| | Poliglicol 2 | polialquilenglicolmonoviniléter (Fórmula (I), k = 0, n = 0, m = 24; (A-O) corresponde a (CH ₂ CH ₂ O)), masa molar, aprox. 1100 g/mol |
| | Poliglicol 3 | polialquilenglicolmonoviniléter (Fórmula (I), k = 0, n = 0, m = 44,5; (A-O) corresponde a (CH ₂ CH ₂ O)), masa molar, aprox. 2000 g/mol |
| 10 | Poliglicol 4 | polialquilenglicolmonoviniléter (Fórmula (I), k = 0, n = 0, m = 135,4; (A-O) corresponde a (CH ₂ CH ₂ O)), masa molar, aprox. 6000 g/mol |
| | Poliglicol 5 | polialquilenglicolmonoaliléter (Fórmula (I), k = 1, n = 0, m = 6,6; (A-O) corresponde a (CH ₂ CH ₂ O)), masa molar, aprox. 350 g/mol |
| | Poliglicol 6 | polialquilenglicolmonoaliléter (Fórmula (I), k = 1, n = 0, m = 10; (A-O) corresponde a (CH ₂ CH ₂ O)), masa molar, aprox. 500 g/mol |
| 15 | Poliglicol 7 | polialquilenglicolmonoaliléter (Fórmula (I), k = 1, n = 0, m = 21,4; |

	(A-O) corresponde a (CH ₂ CH ₂ O)), masa molar, aprox. 1000 g/mol
Poliglicol 8	polialquilenglicolmonoaliléter (Fórmula (I), k = 1, relación óxido de etileno/óxido de propileno 6:4 (polimerizado estadísticamente), masa molar, aprox. 500 g/mol
5 Poliglicol 9	polialquilenglicolmonoaliléter (Fórmula (I), k = 1, relación óxido de etileno (B-O)/óxido de propileno (A-O): 11:4 (copolímero de bloques), masa molar, aprox. 750 g/mol
Poliglicol 10	polialquilenglicolmonoaliléter (Fórmula (I), k = 1, relación óxido de etileno (B-O)/óxido de propileno (A-O): 20:10 (copolímero de bloques), masa molar, aprox. 1500 g/mol
Poliglicol 11	polialquilenglicolmonoaliléter (Fórmula (I), k = 1, relación óxido de etileno/óxido de propileno 20:20 (polimerizado estadísticamente), masa molar, aprox. 2100 g/mol

10

Ejemplo de aplicación

Producción de un preparado de pigmentos

15 El pigmento se amasó en forma de polvo, granulado o como torta de prensado, junto con los agentes dispersantes y los otros aditivos en agua desionizada y luego se homogeneizó y pre-dispersó con un dispositivo disolvedor (p. ej. de la razón social VMA-Getzmann GmbH, tipo AE3-M1) u otro sistema de aparatos adecuado. La dispersión fina subsiguiente tuvo lugar con ayuda de un molino de perlas (p. ej. con el dispositivo AE3-M1 de VMA-Getzmann) o bien otro grupo de dispersión adecuado, teniendo lugar la molienda con perlas de silicuarcita o perlas de óxidos mixtos de zirconio de un tamaño $d = 1$ mm bajo enfriamiento hasta la intensidad de color y colorística deseadas. 20 continuación, la dispersión se ajustó con agua desionizada a la concentración final deseada de pigmentos, los cuerpos de molienda se retiraron y se aisló el preparado de pigmentos.

Valoración de un preparado de pigmentos

25 La determinación de la intensidad de color y de la tonalidad tuvo lugar según la norma DIN 55986. Para la "prueba de frotamiento" ("Rub-Out-Test"), la pintura de dispersión se aplicó sobre una cartulina barnizada después de mezclarla con la dispersión de pigmentos. A continuación, se continuó frotando con el dedo sobre la parte inferior de la cartulina barnizada. Se presentaba una incompatibilidad cuando la superficie frotada con posterioridad tenía una coloración más intensa que la superficie limítrofe y no tratada posteriormente (la "prueba de frotamiento" se describe en el documento DE 2 638 946). La intensidad de color y las compatibilidades con el medio a pintar se determinaron con una pintura de dispersión para aplicaciones de exteriores (base de agua, 20% de TiO₂). 30

La viscosidad se determinó con un viscosímetro de cono y placa (Roto Visco 1) de la razón social Haake a 20°C (cono de titanio: Ø 60 mm, 1°), examinándose la dependencia de la viscosidad de la caída de cizalla en un intervalo entre 0 y 200 s⁻¹. Las viscosidades se midieron a un gradiente de cizallamiento de 60 s⁻¹. Para valorar la estabilidad al almacenamiento de las dispersiones, la viscosidad se midió directamente después de la producción del preparado, así como después de almacenamiento durante cuatro semanas a 50°C. 35

El preparado de pigmentos descrito en el ejemplo siguiente se produjo según el procedimiento anteriormente descrito, utilizándose los siguientes componentes en las cantidades indicadas, de modo que resulten 100 partes del preparado de pigmentos. En el ejemplo siguiente, partes significan partes en peso: 40

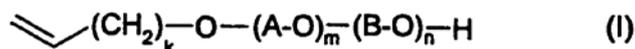
50 partes de	pigmento amarillo C.I. 1
6 partes de	polímero del Ejemplo de síntesis 3 (Tabla)
1 parte de	humectante
45 10 partes de	propilenglicol
0,2 partes de	agente conservante
32,8 partes de	agua

El preparado de pigmentos tiene en la dispersión blanca una elevada tonalidad y es estable. La prueba de frotamiento no muestra diferencias en la intensidad de color en comparación con la superficie frotada posteriormente. La dispersión se manifiesta con buena capacidad de fluencia y es estable al almacenamiento, ya que después de 28 días de almacenamiento a 50°C sigue todavía teniendo una buena capacidad de fluencia. La viscosidad asciende después de la preparación a 494 mPa.s 50

55

REIVINDICACIONES

5 1.- Copolímero que se puede obtener mediante polimerización de los monómeros (A), (B) y (C), en donde (A) es un monómero de la fórmula (I)



en donde

10 A representa alquileo C₂ a C₄ y
 B representa un alquileo C₂ a C₄ distinto del de A,
 k corresponde al número 0 ó 1,
 m es un número de 0 a 500;
 n es un número de 0 a 500,

15 en donde la suma de m + n es igual a 1 hasta 1000;

(B) es un monómero etilénicamente insaturado que contiene un grupo aromático; y
 (C) es un monómero etilénicamente insaturado que contiene un radical alquilo.

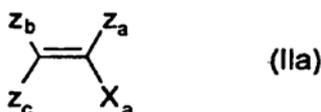
20 2.- Copolímero según la reivindicación 1, caracterizado porque la relación molar de monómero (A) asciende a 1 hasta 80%, de monómero (B) a 0,1 hasta 80% y de monómero (C) a 0,1 hasta 80%.

3.- Copolímero según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la relación molar de monómero (A) asciende a 10 hasta 70%, de monómero (B) a 10 hasta 60% y de monómero (C) a 10 hasta 60%

25 4.- Copolímero según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las unidades de óxido de alquileo (A-O)_m y (B-O)_n están dispuestas a modo de bloque.

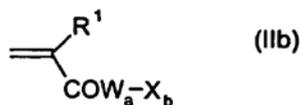
5.- Copolímero según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el monómero (B) es un compuesto de la Fórmula (IIa) o (IIb):

30



en donde

35 X_a representa un radical aromático o aralifático con 3 a 30 átomos de C, que contiene eventualmente uno o varios de los heteroátomos N, O y S,
 Z_a representa H o alquilo (C₁-C₄),
 Z_b representa H o alquilo (C₁-C₄), y
 Z_c representa H o alquilo (C₁-C₄);

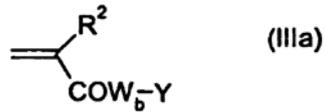


40

en donde

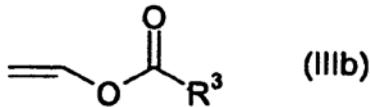
45 R¹ representa hidrógeno o metilo,
 X_b representa un radical aromático o aralifático con 3 a 30 átomos de C, el cual contiene eventualmente uno o varios de los heteroátomos N, O y S,
 W_a representa oxígeno o el grupo NH.

50 6.- Copolímero según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el monómero (C) es un compuesto de la Fórmula (IIIa) o (IIIb):



en donde

- 5 R^2 representa hidrógeno o metilo,
 Y representa un radical hidrocarbonado alifático con 1 a 30 átomos de C, que es lineal o ramificado, o puede ser también cíclico, y puede contener los heteroátomos O, N y/o S, y puede estar también insaturado,
 W_6 representa oxígeno o el grupo NH;



- 10 en donde
 R^3 representa un radical hidrocarbonado alifático con 1 a 30 átomos de C, que es lineal o ramificado, o también puede ser cíclico, y puede contener los heteroátomos O, N y/o S y puede estar también insaturado.
- 15 7.- Copolímero según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el monómero (B) es estireno, 1-vinilimidazol, metacrilato de bencilo, metacrilato de 2-fenoxietilo o metacrilato de fenetilo.
- 20 8.- Copolímero según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el monómero (C) es un éster alquílico o una alquilamida del ácido acrílico o metacrílico, teniendo alquilo el significado de metilo, etilo, propilo, butilo, isobutilo, 2-etilhexilo, 2-etoxietilo, miristilo, laurilo y octadecilo.
- 25 9.- Procedimiento para la preparación de un copolímero según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, en el que los monómeros (A), (B) y (C) se polimerizan en los radicales.
- 10.- Uso de un copolímero según una o varias de las reivindicaciones 1 a 9, en calidad de agente dispersante, en particular para pigmentos y cargas.