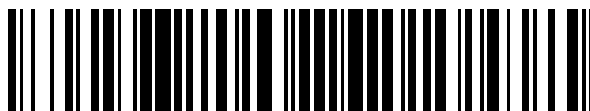


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 562 489**

51 Int. Cl.:

C10M 157/00	(2006.01) C10M 129/16	(2006.01)
C10M 161/00	(2006.01) C10M 129/74	(2006.01)
C10M 157/00	(2006.01) C10N 30/02	(2006.01)
C10M 143/04	(2006.01)	
C10M 145/14	(2006.01)	
C10M 145/36	(2006.01)	
C10M 145/38	(2006.01)	
C10M 161/00	(2006.01)	
C10M 143/04	(2006.01)	
C10M 145/14	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.08.2003** **E 03809260 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.12.2015** **EP 1558713**

54 Título: **Dispersiones de polímero con estabilidad elevada y procedimiento para su obtención**

30 Prioridad:

22.10.2002 DE 10249295

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

04.03.2016

73 Titular/es:

EVONIK OIL ADDITIVES GMBH (100.0%)
Kirschenallee
64293 Darmstadt, DE

72 Inventor/es:

SCHERER, MARKUS;
TSCHEPAT, WOLFGANG;
MASSOTH, STEPHAN y
DARDIN, ALEXANDER

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 562 489 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

Dispersiones de polímero con estabilidad elevada y procedimiento para su obtención

La presente invención se refiere a dispersiones de polímero con estabilidad elevada, a procedimientos para su obtención, así como al empleo de estas dispersiones de polímero.

- 5 Los rectificadores del índice de viscosidad para aceites para motores son casi siempre polímeros basados esencialmente en hidrocarburo. Las cuotas de adición típicas en aceites para motores ascienden, según acción espesante de los polímeros, aproximadamente a un 0,5 – 6 % en peso. Constituyen rectificadores del índice de viscosidad especialmente económicos los copolímeros de olefina (OCP), que están constituidos predominantemente por etileno y propileno, o copolímeros hidrogenados (HSD) a partir de dienos y estireno.
- 10 A la excelente acción espesante de estos tipos de polímero se opone una elaborabilidad trabajosa en la obtención de formulaciones de aceites engrasantes. En especial la mala solubilidad en los aceites, que sirven como base de las formulaciones, ocasiona dificultades, en el caso de utilización de polímeros sólidos, no disueltos previamente se llega, por consiguiente, a períodos de agitación demasiado largos, no requiriéndose la utilización de mecanismos de agitación y/o molturación previa especiales.
- 15 Si se emplean polímeros concentrados, ya disueltos previamente en aceite, como formas comerciales habituales, únicamente es realizable una forma de presentación al 10-15 % de OCP, o bien HSD. Concentraciones más elevadas van acompañadas de viscosidades actuales de las disoluciones demasiado elevadas ($> 15000 \text{ mm}^2/\text{s}$ a temperatura ambiente), y por lo tanto apenas son aún manejables. En especial con estos antecedentes se desarrollaron dispersiones altamente concentradas de copolímeros de olefina y
- 20 copolímeros de dieno/estireno hidrogenados.

- La tecnología de dispersiones descrita permite la obtención de disoluciones de polímero con más de un 20 % de contenido en OCP, o bien HSD, bajo obtención de viscosidades cinemáticas, que permiten una incorporación cómoda en formulaciones de aceite lubricante. En principio, la síntesis de tales sistemas incluye el empleo de un denominado emulsionante, o bien de un componente dispersante. Los componentes dispersantes de uso común
- 25 son, entre otros, polímeros de OCP, o bien HSD, sobre los que se injertaron en la mayor parte de los casos metacrilatos de alquilo, o bien mezclas de metacrilato de alquilo/estireno. Además son conocidas dispersiones en las que se emplea un disolvente, que disuelve mejor el componente de metacrilato de la dispersión, y peor la fracción de OCP, o bien HSD. Tal disolvente, junto con la fracción de metacrilato del producto, forma el componente principal de la fase continua de la dispersión. La fracción de OCP, o bien HSD, constituye el
- 30 componente principal de la fase discontinua o dispersa desde el punto de vista formal.

Se consideran estado de la técnica, entre otros, los siguientes documentos:

DE 196 41 945

US 5,130,359

US 4,149,984

- 35 EP-A-0 008 327

DE 32 07 291

DE 32 07 292

- El documento DE 196 41 945 da a conocer una dispersión de polímero en polímero exenta de disolvente, constituida por (met)acrilatos de polialquilo (PAMA) y copolímeros de olefina (OCP), y su empleo como rectificador del índice de viscosidad y reductor del punto de congelación.
- 40

El documento US 5 130 359 da a conocer un rectificador del índice de viscosidad, que contiene un polímero de olefina, un componente dispersante, que presenta al menos dos segmentos, que están unidos entre sí a través de al menos un enlace tipo éster, tioéster, uretano, urea, amida, imida o éter, así como un medio, en el que el polímero de olefina es esencialmente insoluble, o apenas soluble. El medio puede ser un alcohol alifático etoxilado.

- 45 El documento US 4 149 984 describe un procedimiento para la obtención de aditivos para aceites engrasantes

mediante mejora de la compatibilidad entre metacrilatos de polialquilo, a continuación llamados PAMA, y poliolefinas. La fracción ponderal de PAMA asciende a un 50-80 % en peso, la de poliolefina a un 20-50 %. El contenido en polímero total de la dispersión es un 20-55 %. Del mismo modo se menciona el empleo de monómeros dispersantes, como N-vinilpirrolidona, para el injerto. De esta solicitud era conocido que se pueden polimerizar metacrilatos mediante injerto sobre una poliolefina (DT-AS 1 235 491).

El documento EP-A-0 008 327 protege un procedimiento para la obtención de aditivos para aceites engrasantes a base de un copolímero en bloques hidrogenado constituido por dienos conjugados y estireno, injertándose en una primera etapa estireno y metacrilatos de alquilo, o exclusivamente metacrilatos de alquilo, sobre el copolímero en bloques hidrogenado, y constituyéndose en el segundo paso una etapa de injerto adicional (por ejemplo N-vinilpirrolidona). La fracción de copolímero en bloques hidrogenado en el contenido en polímero total asciende a un 5-55 % en peso, la de la primera etapa de injerto constituida por PAMA/estireno asciende a un 49-5,85 %, y la de la segunda etapa de injerto a un 0,5-10 %.

El documento DE 32 07 291 describe procedimientos que posibilitan una alimentación de copolímero de olefina elevada. El contenido en copolímero de olefina debe ascender a un 20-65 % en relación con el peso total de la dispersión. Es objeto de la invención que, mediante empleo de disolventes apropiados, que disuelven mal copolímeros de olefina y bien componentes que contienen PAMA, se obtienen dispersiones más altamente concentradas. El documento DE 32 07 291 se debe entender como patente de procedimiento, que describe en especial la obtención de las dispersiones.

El documento DE 32 07 292 corresponde esencialmente al documento DE 32 07 291, pero se debe entender más bien como protección de determinadas composiciones de copolímero. Estas composiciones se obtienen según procedimiento análogo, como se describe en el documento DE 32 07 291.

Las dispersiones de polímero descritas en el estado de la técnica muestran ya un buen perfil de propiedades. No obstante, en especial requiere mejora su estabilidad. En este caso se debe considerar que las dispersiones de polímero se deben almacenar durante intervalos de tiempo largos, sin emplear en general dispositivos de refrigeración. El tiempo de almacenaje incluye en especial el transporte, etc, presentándose temperaturas por encima de 40°C, o incluso 50°C.

Además, era una tarea de la presente invención poner a disposición dispersiones de polímero con una viscosidad reducida, en el caso de un contenido en poliolefina elevado. Cuanto más elevado es el contenido en OCP o HSD, tanto mayor es generalmente la viscosidad de la dispersión. Por otra parte, un contenido elevado en estos polímeros es deseable para reducir los costes de transporte. En este caso se debe considerar que una viscosidad más reducida permite un mezclado más sencillo y más rápido de los rectificadores del índice de viscosidad en el aceite de base. Por lo tanto, se debían poner a disposición dispersiones de polímero que presentaran una viscosidad especialmente reducida.

Además, los procedimientos para la obtención de las dispersiones de polímero citadas anteriormente son relativamente difíciles de dominar, de modo que determinadas especificaciones se pueden cumplir sólo con mucha dificultad. Por consiguiente, se debían crear dispersiones de polímero cuya viscosidad se puede ajustar a valores predeterminados.

Otra tarea consistía en indicar dispersiones de polímero que presentan un contenido elevado en poliolefinas, en especial en copolímeros de olefina y/o en copolímeros en bloques hidrogenados. Por lo demás, las dispersiones de polímero se pueden obtener de manera sencilla y económica, debiéndose emplear en especial componentes adquiribles comercialmente. En este caso, la producción se debía poder efectuar a escala industrial, sin necesitar a tal efecto instalaciones nuevas o de construcción costosa.

Estas tareas, así como otras no citadas explícitamente, pero que se pueden derivar o deducir sin más de los contextos aquí discutidos de manera introductoria, se solucionan mediante dispersiones de polímero con todas las características de la reivindicación 1. En las reivindicaciones subordinadas referidas a la reivindicación 1 se protegen modificaciones convenientes de las dispersiones de polímero según la invención. Respecto al procedimiento para la obtención de dispersiones de polímero, la reivindicación 13 proporciona una solución del problema básico, mientras que la reivindicación 14 protege un empleo preferente de una dispersión de polímero de la presente invención.

Al contener las dispersiones de polímero

A) al menos un 20 % en peso de poliolefina dispersada,

B) al menos un componente dispersante que constituye un polímero, que comprende uno o varios bloques A y uno o

varios bloques X, representando el bloque A secuencias de copolímero de olefina, secuencias de poliisopreno hidrogenadas, copolímeros hidrogenados de butadieno/isopreno o copolímeros hidrogenados de butadieno/isopreno y estireno, y representando el bloque X poliacrilato, polimetacrilato, estireno, α -metilestireno o secuencias heterocíclicas de N-vinilo, y/o secuencias constituidas por mezclas de heterociclos de poliacrilato, polimetacrilato, estireno, α -metilestireno o N-vinilo,

C) aceite mineral, y

D) al menos un compuesto que comprende grupos (oligo)oxialquilo, que comprende al menos un alcohol etoxilado con 2 a 8 grupos etoxi, comprendiendo el resto hidrófobo del alcohol 4 a 22 átomos de carbono,

se consigue, de modo no previsible sin más, poner a disposición dispersiones de polímero que presentan una estabilidad especialmente elevada.

Al mismo tiempo, mediante las dispersiones de polímero según la invención se puede conseguir una serie de ventajas adicionales. A estas pertenecen, entre otras:

- las dispersiones de polímero según la invención pueden comprender fracciones de poliolefinas especialmente elevadas, que presentan una acción rectificadora del índice de viscosidad, o bien espesante en aceites engrasantes,
- las dispersiones de polímero de la presente invención se pueden ajustar a una viscosidad predeterminada de modo especialmente sencillo,
- las dispersiones según el objeto de la presente invención muestran una viscosidad reducida,
- la obtención de las dispersiones de polímero de la presente invención se puede realizar de modo especialmente fácil y sencillo. En este caso se pueden emplear instalaciones industriales habituales.

El componente A)

Como componente esencial para la invención, la dispersión de polímeros comprende al menos un 20 % en peso de poliolefinas, que presentan preferentemente una acción rectificadora del índice de viscosidad, o bien espesante. Tales poliolefinas son conocidas desde hace tiempo, y se describen en los documentos citados en el estado de la técnica.

A estas poliolefinas pertenecen en especial copolímeros de poliolefina (OCP) y copolímeros de estireno-dieno hidrogenados (HSD).

Los copolímeros de poliolefina (OCP) a emplear según la invención son conocidos en sí. En primer término se trata de polímeros constituidos por olefinas de etileno, propileno, isopreno, butileno y/u otras olefinas con 5 a 20 átomos de carbono, como se han recomendado ya como rectificadores del índice de viscosidad. Del mismo modo son empleables sistemas que están injertados con cantidades reducidas de monómeros de oxígeno o que contienen oxígeno (por ejemplo un 0,05 a un 5 % en peso de anhídrido de ácido maleico). Los copolímeros que contienen componentes diénicos se hidrogenan en general para reducir la sensibilidad a la oxidación, así como la tendencia a la reticulación de los rectificadores del índice de viscosidad.

El peso molecular M_w se sitúa en general en 10 000 a 300 000, preferentemente entre 50 000 y 150 000. Tales copolímeros de olefina se describen, a modo de ejemplo, en las solicitudes de patente alemanas sin examinar DE-A 16 44 941, DE-A 17 69 834, DE-A 19 39 037, DE-A 19 63 039 y DE-A 20 59 981.

Son empleables de modo especialmente conveniente copolímeros de etileno-propileno, del mismo modo son posibles terpolímeros con los tercomponentes conocidos, como etiliden-norborneno (véase Macromolecular Reviews, vol. 10 (1975), pero se debe considerar su tendencia a la reticulación en el proceso de envejecimiento. En este caso, la distribución puede ser sensiblemente estadística, pero también se pueden aplicar ventajosamente polímeros secuenciales con bloques de etileno. En este caso, la proporción de monómeros etileno-propileno es variable dentro de ciertos límites, que se pueden fijar en aproximadamente un 75 % para etileno y aproximadamente un 80 % para propileno como límite superior. A consecuencia de su baja tendencia a la solubilidad en aceite, ya el polipropileno es menos apropiado que los copolímeros de etileno-propileno. Además de polímeros con incorporación de propileno predominantemente atáctica, también son empleables aquellos con incorporación de propileno iso- o sindiotáctica marcada.

Tales productos son adquiribles comercialmente, a modo de ejemplo, bajo los nombres comerciales

Dutral® CO 034, Dutral® CO 038, Dutral® CO 043, Dutral® CO 058, Buna® EPG 2050 o Buna® EPG 5050.

Los copolímeros de estireno-dieno hidrogenados (HSD) son igualmente conocidos, siendo descritos estos polímeros, a modo de ejemplo, en el documento DE 21 56 122. En general se trata de copolímeros de isopreno o butadieno hidrogenados. La proporción de dieno respecto a estireno se sitúa preferentemente en el intervalo de 2 : 1 a 1 : 2, de modo especialmente preferente en aproximadamente 55 : 45. El peso molecular Mw se sitúa en general en 10 000 a 300 000, preferentemente entre 50 000 y 150 000. La fracción de dobles enlaces tras la hidrogenación, según un aspecto especial de la presente invención, asciende a lo sumo a un 15 %, de modo especialmente preferente a lo sumo a un 5 %, referido al número de dobles enlaces antes de la hidrogenación.

Los copolímeros de estireno-dieno hidrogenados se pueden obtener comercialmente bajo el nombre comercial ®SHELLVIS 50, 150, 200, 250 o 260.

En general, la fracción de componentes A) asciende preferentemente al menos a un 30 % en peso, y de modo especialmente preferente al menos a un 40 % en peso, sin que se deba efectuar de este modo una limitación.

El componente B)

El componente B) se forma por al menos un componente dispersante, pudiéndose considerar este componente frecuentemente un copolímero en bloques. Preferentemente, al menos uno de estos bloques muestra una alta compatibilidad con las poliolefinas de los componentes A) descritas anteriormente, presentando al menos otro de los bloques contenidos en los componentes dispersantes una compatibilidad reducida con las poliolefinas descritas anteriormente. Tales componentes dispersantes son conocidos en sí, describiéndose compuestos preferentes en el estado de la técnica citado anteriormente.

El resto compatible con el componente A) muestra en general un carácter apolar, mientras que el resto incompatible es de naturaleza polar. Según un aspecto especial de la presente invención, los componentes dispersantes preferentes se pueden comprender como copolímeros en bloques, que contienen uno o varios bloques A y uno o varios bloques X, representando el bloque A secuencias de copolímero de olefina, secuencias de poliisopreno hidrogenadas, copolímeros hidrogenados de butadieno/isopreno, o copolímeros hidrogenados de butadieno/isopreno y estireno, y representando el bloque X secuencias heterocíclicas de poliacrilato, polimetacrilato, estireno, α-metilestireno o N-vinilo, o bien secuencias de mezclas de heterociclos de poliacrilato, polimetacrilato, estireno, α-metilestireno o N-vinilo.

Los componentes dispersantes preferentes se pueden obtener mediante polimerización por injerto, injertándose monómeros polares sobre las poliolefinas descritas anteriormente, en especial sobre OCP y HSD. A tal efecto, las poliolefinas se pueden tratar previamente mediante degradación mecánica y/o térmica.

A los monómeros polares pertenecen en especial (met)acrilatos y compuestos de estireno.

La expresión (met)acrilatos comprende metacrilatos y acrilatos, así como mezclas de los mismos.

Según un aspecto especial de la presente invención, en la reacción de injerto se emplea una composición de monómero que contiene uno o varios (met)acrilatos de la fórmula (I)



donde R significa hidrógeno o metilo, y R¹ significa hidrógeno, un resto alquilo lineal o ramificado con 1 a 40 átomos de carbono.

A los monómeros según la fórmula (I) preferentes pertenecen, entre otros, (met)acrilatos que se derivan de alcoholes saturados, como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de n-propilo, (met)acrilato de

5 iso-propilo, (met)acrilato de n-butilo, (met)acrilato de terc-butilo, (met)acrilato de pentilo, (met)acrilato de hexilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de heptilo, (met)acrilato de 2-terc-butilheptilo, (met)acrilato de octilo, (met)acrilato de 3-iso-propilheptilo, (met)acrilato de nonilo, (met)acilato de decilo, (met)acrilato de undecilo, (met)acrilato de 5-metilundecilo, (met)acrilato de dodecilo, (met)acrilato de 2-metildodecilo, (met)acrilato de tridecilo, (met)acrilato de 5-metiltridecilo, (met)acrilato de tetradecilo, (met)acrilato de pentadecilo, (met)acrilato de hexadecilo, (met)acrilato de 2-metilhexadecilo, (met)acrilato de heptadecilo, (met)acrilato de 5-iso-propilheptadecilo, (met)acrilato de 4-terc-butilo, (met)acrilato de 5-etiloctadecilo, (met)acrilato de 3-iso-propiloctadecilo, (met)acrilato de octadecilo, (met)acrilato de nonadecilo, (met)acrilato de eicosilo, (met)acrilato de cetileicosilo, (met)acrilato de estearileicosilo, (met)acrilato de docosilo y/o (met)acrilato de eicosiltetratríacontilo; (met)acrilatos que se derivan de alcoholes insaturados, como por ejemplo (met)acrilato de 2-propinilo, (met)acrilato de alilo, (met)acrilato de vinilo, (met)acrilato de oleilo, (met)acrilato de cicloalquilo, como (met)acrilato de ciclopentilo, (met)acrilato de 3-vinilciclohexilo, (met)acrilato de ciclohexilo, (met)acrilato de bornilo.

Por lo demás, la composición de monómero puede presentar uno o varios (met)acrilatos de la fórmula (II)



15 donde R significa hidrógeno o metilo, y R² significa un resto alquilo substituido con un grupo OH con 2 a 20 átomos de carbono, o un resto alcoxilado de la fórmula (III)



donde R³ y R⁴, independientemente, representan hidrógeno o metilo, R⁵ representa hidrógeno o un resto alquilo con 1 a 40 átomos de carbono, y n significa un número entero de 1 a 90.

20 Los (met)acrilatos según la fórmula (III) son conocidos por el especialista. Entre estos cuentan, entre otros, (met)acrilatos de hidroxialquilo, como

metacrilato de 3-hidroxipropilo,

metacrilato de 3,4-dihidroxibutilo,

metacrilato de 2-hidroxietilo,

25 metacrilato de 2-hidroxipropilo, (met)acrilato de 2,5-dimetil-1,6-hexanodiol,

(met)acrilato de 1,10-decanodiol,

(met)acrilato de 1,2-propanodiol,

derivados de polioxietileno y polioxipropileno de ácido (met)acrílico, como (met)acrilato de trietilenglicol,

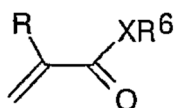
(met)acrilato de tetraetilenglicol, y

30 (met)acrilato de tetrapropilenglicol.

Los (met)acrilatos con resto alcohol de cadena larga se pueden obtener, a modo de ejemplo, mediante reacción de los correspondientes ácidos y/o (met)acrilatos de cadena corta, en especial (met)acrilato de metilo o (met)acrilato de etilo con alcoholes de cadena larga, produciéndose en general una mezcla de ésteres, como por ejemplo (met)acrilatos con restos alcohol de cadena larga diferentes. A estos alcoholes grasos pertenecen, entre otros, Oxo Alcohol[®] 7911 y Oxo Alcohol[®] 7900, Oxo Alcohol[®] 1100 de Monsanto; Alphanol[®] 79 de ICI; Nafol[®] 1620, Alfol[®] 610 y Alfol[®] 810 de Condea; Epal[®] 610 y Epal[®] 810 de Ethyl Corporation; Linevol[®] 79, Linevol[®] 911 y Dobanol[®] 25L de Shell AG; Lial 125 de Augusta[®] Mailand; Dehydado[®] y Lorol[®] de Henkel KgaA, así como Linopol[®] 7 - 11 y Acropol[®] 91 Ugine Kuhlmann;

y/o uno o varios (met)acrilatos de la fórmula (IV)

40



(IV),

donde R significa hidrógeno o metilo, X significa oxígeno o un grupo amino de la fórmula -NH- o -NR⁷-, donde R⁷ representa un resto alquilo con 1 a 40 átomos de carbono, y R⁶ significa un resto alquilo lineal o ramificado substituido con al menos un grupo -NR⁸R⁹-, con 2 a 20, preferentemente 2 a 6 átomos de carbono, representando R⁸ y R⁹, independientemente entre sí, hidrógeno, un resto alquilo con 1 a 20, preferentemente 1 a 6, o donde R⁸ y R⁹, incluyendo el átomo de nitrógeno, y en caso dado un átomo de nitrógeno u oxígeno adicional, forman un anillo de 5 o 6 eslabones, que puede estar substituido, en caso dado, con C₁-C₆-alquilo.

A los (met)acrilatos, o bien (met)acrilamidas según la fórmula (IV) pertenecen, entre otros, amidas de ácido (met)acrílico, como

N-(3-dimetilaminopropil)metacrilamida,
N-(dietilfosfono)metacrilamida,
1-metacriloilamido-2-metil-2-propanol,
N-(3-dibutilaminopropil)metacrilamida,
N-t-butil-N-(dietilfosfono)metacrilamida,
N,N-bis(2-dietilaminoetil)metacrilamida,
4-metacriloilamido-4-metil-2-pentanol,
N-(metoximetil)metacrilamida,
N-(2-Hidroxietil)metacrilamida,
N-acetilmetacrilamida,
N-(dimetilaminoetil)metacrilamida,
N-metil-N-fenilmetacrilamida,
N,N-dietilmetacrilamida,
N-metilmetacrilamida,
N,N-dimetilmetacrilamida,
N-isopropilmetacrilamida;
metacrilatos de aminoalquilo, como

tris(2-metacriloxietil)amina,
metacrilato de N-metilformamidoetilo,
metacrilato de 2-ureidoetilo;
(met)acrilatos heterocíclicos, como 2-(1-imidazolil)etil(met)acrilato, 2-(4-morfolinil)etil(met)acrilato y 1-(2-metacriloil-oxietil)-2-pirrolidona.

Por lo demás, la composición de monómero puede presentar compuestos de estireno. A éstos pertenecen, entre otros, estireno, estirenos substituidos con un substituyente alquilo en la cadena lateral, como por ejemplo α-metilestireno y α-etilestireno, estirenos substituidos con un substituyente alquilo en el anillo, como viniltolueno y p-metilestireno, estirenos halogenados, como por ejemplo monocloroestirenos, dicloroestirenos, tribromoestirenos y tetrabromoestirenos.

Además, las composiciones de monómero pueden comprender compuestos vinílicos heterocíclicos, como 2-vinilpiridina, 3-vinilpiridina, 2-metil-5-vinilpiridina, 3-etil-4-vinilpiridina, 2,3-dimetil-5-vinilpiridina, vinilpirimidina, vinilpiperidina, 9-vinilcarbazol, 3-vinilcarbazol, 4-vinilcarbazol, 1-vinilimidazol, 2-metil-1-vinilimidazol, N-vinilpirrolidona, 2-vinilpirrolidona, N-vinilpirrolidina, 3-vinilpirrolidina, N-vinilcaprolactama, N-vinilbutirolactama, viniloxolano, vinilfurano, viniltiofeno, viniltiolano, viniltiazoles y viniltiazoles hidrogenados, viniloxazoles y viniloxazoles hidrogenados.

Además de compuestos de estireno y (met)acrilatos, como monómeros son preferentes en especial monómeros que tienen efectos dispersantes, como por ejemplo los compuestos vinílicos heterocíclicos citados anteriormente. Estos monómeros se denominan monómeros dispersantes por lo demás.

Los monómeros con insaturación etilénica citados anteriormente se pueden emplear por separado o como mezclas. Por lo demás es posible variar la composición de monómero durante la polimerización.

La proporción ponderal de partes del componente dispersante compatibles con las poliolefinas, en especial del bloque A, respecto a las partes del componentes dispersante incompatibles con las poliolefinas, en especial los bloques X, se puede situar en amplios intervalos. En general, esta proporción se sitúa en el intervalo de 50 : 1 a 1 : 50, en especial 20 : 1 a 1 : 20, y de modo especialmente preferente 10 : 1 a 1 : 10.

La obtención de componentes dispersantes presentados anteriormente es conocida en el mundo técnico. A modo de ejemplo, la obtención se puede efectuar a través de una polimerización en disolución. Se describen tales procedimientos, entre otros, en los documentos DE-A 12 35 491, BE-A 592 880, US-A 4 281 081, US-A 4 338 418 y US-A-4 290 025.

- 5 En este caso se puede disponer una mezcla de OCP y uno o varios de los monómeros presentados anteriormente en un recipiente de reacción apropiado, convenientemente equipado con agitador, termómetro, refrigerante de reflujo y conducto de dosificación.

Una vez efectuada la disolución bajo atmósfera inerte, como por ejemplo nitrógeno, bajo calentamiento, a modo de ejemplo a 110°C, se elabora una fracción de un iniciador de reacciones a través de radicales habitual en sí, a modo de ejemplo del grupo de perésteres, en primer lugar, a modo de ejemplo, aproximadamente un 0,7 % en peso, referido a los monómeros.

10 Por consiguiente, durante algunas horas, a modo de ejemplo 3,5 horas, se dosifica una mezcla de los monómeros restantes bajo adición de un iniciador adicional, a modo de ejemplo aproximadamente un 1,3 % en peso, referido a los monómeros. Convenientemente se alimenta aún una pequeña cantidad de iniciador algún tiempo tras el fin de la alimentación, a modo de ejemplo después de dos horas. El tiempo de polimerización total se puede adoptar como valor indicativo, a modo de ejemplo con aproximadamente 8 horas. Una vez concluida la polimerización se diluye convenientemente con un disolvente apropiado, como por ejemplo un ftalato, como ftalato de dibutilo. Por regla general se obtiene una disolución viscosa casi transparente.

20 Por lo demás, la obtención de las dispersiones de polímero se puede efectuar en una amasadora, una extrusora, o un mezclador estático. Mediante el tratamiento en el aparato, bajo la influencia de las fuerzas de cizallamiento, de la temperatura y de la concentración de iniciador, se efectúa una reducción del peso molecular de la poliolefina, en especial de OCP, o bien HSD.

25 Son ejemplos de iniciadores apropiados en la copolimerización por injerto hidropéroxido de cumol, peróxido de dicumilo, peróxido de benzoilo, dinitrilo de ácido azodiisobutírico, 2,2-bis(t-butilperoxi)butano, peroxidicarbonato de dietilo y peróxido de terc-butilo. La temperatura de elaboración se sitúa entre 80°C y 350°C. El tiempo de residencia en la amasadora o extrusora se sitúa entre 1 minuto y 10 horas.

30 Cuanto más tiempo se trata la dispersión en la amasadora o extrusora, tanto más reduce el peso molecular. La temperatura y la concentración de iniciadores que forman radicales se pueden ajustar correspondientemente al peso molecular deseado. La dispersión de polímero en polímero exenta de disolvente se puede transformar en una emulsión de polímero/polímero líquida, convenientemente manejable, mediante incorporación en medios soporte apropiados.

35 La fracción de componentes B) asciende en general a hasta un 30 % en peso, esta fracción se sitúa en especial en el intervalo de un 5 a un 15 % en peso, sin tener que efectuar una limitación de este modo. El empleo de mayores cantidades de componente B) es frecuentemente poco rentable. Cantidades más reducidas conducen con frecuencia a una menor estabilidad de la dispersión de polímero.

El componente C)

40 El componente C) es esencial para el éxito de la presente invención. Los aceites minerales son conocidos en sí, y adquiribles comercialmente. En general se obtienen a partir de petróleo o petróleo crudo mediante destilación y/o refinado, y en caso dado otros procedimientos de purificación y refinado, entrando en el concepto de aceite mineral en especial las fracciones de petróleo crudo o petróleo de punto de ebullición más elevado. En general, el punto de ebullición de aceite mineral se sitúa por encima de 200°C, preferentemente por encima de 300°C, a 5000 Pa. La obtención mediante hinchamiento de aceite de esquisto, coquefacción de hulla, destilación bajo exclusión de aire de lignito, así como hidrogenación de hulla o lignito, es igualmente posible. En una fracción reducida se obtienen aceites minerales también a partir de materias primas de origen vegetal (por ejemplo de yoyoba, colza), o animal (por ejemplo aceite de pezuña de buey). Por consiguiente, según procedencia, los aceites minerales, presentan diferentes fracciones de hidrocarburos aromáticos, cíclicos, ramificados y lineales.

50 En general se diferencia entre fracciones básicas de parafina, nafténicas y aromáticas en petróleos, o bien aceites minerales, representando los conceptos de fracción básica de parafina iso-alcanos de cadena más larga, o bien fuertemente ramificados, y fracción nafténica cicloalcanos. Además, los aceites minerales, según procedencia y refinado, presentan diferentes fracciones de n-alcanos, iso-alcanos con un grado de ramificación reducido, las denominadas parafinas ramificadas con monometilo, y compuestos con heteroátomos, en especial O, N y/o S, a los que se asignan propiedades polares bajo ciertas circunstancias. No obstante, la clasificación es complicada, ya que las moléculas de alcano aisladas pueden presentar tanto grupos ramificados de cadena larga, como también restos cicloalcano y fracciones aromáticas. Para los fines de la presente invención, la clasificación se puede efectuar, a

modo de ejemplo, según DIN 51 378. También se pueden determinar fracciones polares según ASTM D 2007.

- 5 La fracción de n-alcanos en aceites minerales preferentes asciende a menos de un 3 % en peso, la fracción de compuestos que contienen O, N y/o S asciende a menos de un 6 %. La fracción de compuestos aromáticos y de parafinas ramificadas con monometilo se sitúa en general en el intervalo de un 0 a un 40 % en peso respectivamente. Según un aspecto interesante, el aceite mineral comprende principalmente alcanos nafténicos y básicos de parafina, que presentan en general más de 13, preferentemente más de 18, y de modo muy especialmente preferente más de 20 átomos de carbono. La fracción de estos compuestos es generalmente ≥ 60 % en peso, preferentemente ≥ 80 % en peso, sin que se deba efectuar una limitación de este modo. Un aceite mineral preferente contiene un 0,5 a un 30 % en peso de fracciones aromáticas, un 15 a un 40 % en peso de fracciones nafténicas, un 35 a un 80 % en peso de fracciones básicas de parafina, hasta un 3 % en peso de n-alcanos, y un 0,05 a un 5 % en peso de compuestos polares, referido respectivamente al peso total de aceite mineral.

Un análisis de aceites minerales especialmente preferentes, que se efectuó por medio de procedimientos convencionales, como separación de urea y cromatografía líquida en gel de sílice, muestra, a modo de ejemplo, los siguientes componentes, refiriéndose los datos porcentuales al peso total de aceite mineral empleado en cada caso:

- 15 n-alcanos con aproximadamente 18 a 31 átomos de carbono:
- 0,7 - 1,0 %,
- alcanos de ramificación reducida con 18 a 31 átomos de carbono:
- 1,0 - 8,0 %,
- compuestos aromáticos con 14 a 32 átomos de carbono:
- 20 0,4 - 10,7 %,
- iso- y ciclo-alcanos con 20 a 32 átomos de carbono:
- 60,7- 82,4 %,
- compuestos polares:
- 0,1 - 0,8 %,
- 25 pérdida:
- 6,9 - 19,4 %.

Se encuentran datos valiosos respecto al análisis de aceites minerales, así como una enumeración de aceites minerales, que presentan una composición divergente, a modo de ejemplo, en Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Edition on CD-ROM, 1997 palabra clave „lubricants and related products“.

- 30 Según un aspecto especial de la presente invención, la dispersión de polímero contiene preferentemente un 2 a un 40 % en peso, en especial un 5 a un 30 % en peso, y de modo especialmente preferente un 10 a un 20 % en peso.

El componente D)

- 35 El componente D) es obligatorio para la presente dispersión de polímero, conteniendo este componente uno o varios, al menos un grupo (oligo)oxialquilo. En general, los compuestos según componente D) comprenden preferentemente 1 a 40, en especial 1 a 20, y de modo especialmente preferente 2 a 8 grupos oxialquilo.

Los grupos oxialquilo presentan en general la fórmula (V)



donde R⁶ y R⁷, independientemente entre sí, representan hidrógeno o un resto alquilo con 1 a 10 átomos de carbono.

A los grupos oxialquilo pertenecen en especial los grupos etoxi.

A éstos pertenecen en especial ésteres y éteres, que presentan los grupos citados anteriormente.

- 5 En el grupo de ésteres se debe poner de relieve: ésteres de ácido fosfórico, ésteres de ácidos monocarboxílicos y ésteres de ácidos dicarboxílicos (véase Ullmanns Encyclopädie der Technischen Chemie, 3ª edición, tomo 15, páginas 287-292, Urban & Schwarzenber (1964)).

Como ácidos monocarboxílicos mencionense específicamente el ácido propiónico, el ácido (iso)butírico, así como el ácido pelargónico.

- 10 Como ésteres de ácidos dicarboxílicos entran en consideración los ésteres de ácido ftálico, a continuación los ésteres de ácidos carboxílicos alifáticos, en especial los ésteres de ácidos dicarboxílicos de cadena lineal. Se deben poner de relieve en especial los ésteres de ácido sebácico, adipico y azelaico.

Como ésteres de ácidos monocarboxílicos con dioles o polialquilenglicoles cítense los di-ésteres con dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, hasta decametilenglicol, además con dipropilenglicol, como componentes alcohólicos.

15 Como ácidos monocarboxílicos mencionense específicamente el ácido propiónico, el ácido (iso)butírico, así como el ácido pelargónico – a modo de ejemplo cítense el dipelargonato de dipropilenglicol, el dipropionato y diisobutirato de dietilenglicol, así como los correspondientes ésteres de trietilenglicol, así como el di-2-etilhexanoato de tetraetilenglicol.

Estos ésteres se pueden emplear aislados o como mezcla.

- 20 Por lo demás, los compuestos según componente D) comprenden compuestos etéricos, que presentan grupos (oligo)oxialquilo. Estos comprenden alcoholes etoxilados, que presentan 2 a 8 grupos etoxi.

El resto hidrófobo de los alcoholes etoxilados comprende 4 a 22 átomos de carbono, pudiéndose emplear restos alcohólicos tanto lineales, como también ramificados. Del mismo modo son empleables etoxilatos de oxoalcohol.

- 25 A los restos hidrófobos preferentes de estos éteres pertenecen, entre otros, el grupo butilo, pentilo, 2-metilbutilo, pentenilo, ciclohexilo, heptilo, 2-metilheptenilo, 3-metilheptilo, octilo, nonilo, 3-etilnonilo, decilo, undecilo, 4-propenilundecilo, dodecilo, tridecilo, tetradecilo, pentadecilo, hexadecilo, heptadecilo, octadecilo, nonadecilo, eicosilo, cetileicosilo, docosilo y/o eicosiltetatriacontilo.

- 30 Son ejemplos de etoxilatos comerciales, a los que se puede recurrir para la obtención de los concentrados según la invención, éteres de las marcas Lutensol[®] A, en especial Lutensol[®] A 3 N, Lutensol[®] A 4 N, Lutensol[®] A 7 N y Lutensol[®] A 8 N, éteres de las marcas Lutensol[®] TO, en especial Lutensol[®] TO 2, Lutensol[®] TO 3, Lutensol[®] TO 5, Lutensol[®] TO 6, Lutensol[®] TO 65, Lutensol[®] TO 69, Lutensol[®] TO 7, Lutensol[®] TO 79, Lutensol[®] 8 y Lutensol[®] 89, éteres de las marcas Lutensol[®] AO, en especial Lutensol[®] AO 3, Lutensol[®] AO 4, Lutensol[®] AO 5, Lutensol[®] AO 6, Lutensol[®] AO 7, Lutensol[®] AO 79, Lutensol[®] AO 8 y Lutensol[®] AO 89, éteres de las marcas Lutensol[®] ON, en especial Lutensol[®] ON 30, Lutensol[®] ON 50, Lutensol[®] ON 60, Lutensol[®] ON 65, Lutensol[®] ON 66, Lutensol[®] ON 70, Lutensol[®] ON 79 y Lutensol[®] ON 80, éteres de las marcas Lutensol[®] XL, en especial Lutensol[®] XL 300, Lutensol[®] XL 400, Lutensol[®] XL 500, Lutensol[®] XL 600, Lutensol[®] XL 700, Lutensol[®] XL 800, Lutensol[®] XL 900 y Lutensol[®] XL 1000, éteres de las marcas[®] AP, en especial Lutensol[®] AP 6, Lutensol[®] AP 7, Lutensol[®] AP 8, Lutensol[®] AP 9, Lutensol[®] AP 10, Lutensol[®] AP 14 y Lutensol[®] AP 20, éteres de las marcas IMBENTIN[®], en especial de las marcas IMBENTIN[®]-AG, de las marcas IMBENTIN[®]-U, de las marcas IMBENTIN[®]-C, de las marcas IMBENTIN[®]-T, de las
- 35
- 40 marcas IMBENTIN[®]-OA, de las marcas IMBENTIN[®]-POA, de las marcas IMBENTIN[®]-N, así como de las marcas IMBENTIN[®]-O, así como éteres de las marcas Marlipal[®], en especial Marlipal[®] 1/7, Marlipal[®] 1012/6, Marlipal[®] 1618/1, Marlipal[®] 24/20, Marlipal[®] 24/30, Marlipal[®] 24/40, Marlipal[®] O13/20, Marlipal[®] O13/30, Marlipal[®] O13/40, Marlipal[®] O25/30, Marlipal[®] O25/70 Marlipal[®] O45/30, Marlipal[®] O45/40, Marlipal[®] O45/50, Marlipal[®] O45/70 y Marlipal[®] O45/80.

- 45 Estos éteres se pueden emplear aislados o como mezcla.

Según un aspecto especial de la presente invención, la dispersión de polímero contiene preferentemente un 2 a un 55 % en peso, en especial un 5 a un 45 % en peso, y de modo especialmente preferente un 10 a un 40 % en peso de compuestos que comprenden grupos (oligo)oxialquilo.

La proporción ponderal de aceite mineral respecto a compuestos con grupos (oligo)oxialquilo se puede situar en amplios intervalos. De modo especialmente preferente, esta proporción se sitúa en el intervalo de 2 : 1 a 1 : 25, en especial 1 : 1 a 1 : 15.

- 5 La fracción de componentes C) y D) en la dispersión de polímero concentrada se puede situar en amplios intervalos, siendo esta fracción dependiente en especial de las poliolefinas y componentes dispersantes empleados. En general, la fracción de componentes C) y D) asciende conjuntamente a un 79 hasta un 25 % en peso, preferentemente menos de un 70, especialmente un 60 a un 40 % en peso, referido a la dispersión de polímero total.

Además de los componentes citados previamente, la dispersión de polímero según la invención puede contener otros aditivos y productos adicionales.

- 10 En especial se pueden emplear otros medios soporte en la dispersión de polímeros. Los disolventes empleables como medio soporte líquido deben ser inertes e inofensivos en general. Los medios soporte que cumplen las citadas condiciones pertenecen, por ejemplo, al grupo de ésteres, éteres y/o al grupo de alcoholes superiores. Por regla general, las moléculas de los tipos de compuesto que entran en consideración como medio soporte contienen más de 8 átomos de carbono por molécula.

- 15 Menciónese que también entran en consideración mezclas de los disolvente descritos anteriormente para el medio soporte.

- 20 En el grupo de ésteres se deben poner de relieve: ésteres de ácido fosfórico, ésteres de ácidos dicarboxílicos, ésteres de ácidos monocarboxílicos con dioles o polialquilen-glicoles, ésteres de neopentilpolioles con ácidos monocarboxílicos (véase Ullmanns Encyclopädie de Technischen Chemie, 3ª edición, tomo 15, páginas 287-292, Urban & Schwarzenber (1964)). Como ésteres de ácidos dicarboxílicos entran en consideración los ésteres de ácido ftálico, en especial los ftalatos con C₄ a C₈-alcoholes, citándose especialmente ftalato de dibutilo y ftalato de dioctilo, a continuación los ésteres de ácidos dicarboxílicos alifáticos, en especial los ésteres de ácidos dicarboxílicos de cadena lineal con alcoholes primarios de cadena ramificada. Se deben poner de relieve especialmente los ésteres de ácido sebáico, adípico y azelaico, debiéndose citar en especial los ésteres de 2-etilhexilo, isooctil-3,5,5-trimetilo, así como los ésteres con los C₈, C₉, o bien C₁₀-oxoalcoholes.

Poseen un significado especial los ésteres de alcoholes primarios de cadena lineal con ácidos dicarboxílicos ramificados. Como ejemplos cítese el ácido adípico alquilsustituido, a modo de ejemplo el ácido 2,2,4-trimetiladípico.

- 30 Medios soporte preferentes representan otros agentes tensioactivos no iónicos. Entre estos cuentan, entre otros, poliglicoléster de ácido graso, poliglicoléter de amina grasa, poliglicósidos de alquilo, N-óxidos de amina grasa, así como alquilsulfóxidos de cadena larga.

- 35 Por lo demás, la dispersión de polímero de la presente invención puede comprender compuestos con una constante dieléctrica mayor o igual a 9, en especial mayor o igual a 20, y de modo especialmente preferente mayor o igual a 30. Sorprendentemente se verificó que, mediante la adición de estos compuestos, se puede reducir la viscosidad de la dispersión de polímero. De este modo es posible en especial el ajuste de la viscosidad a un valor predeterminado.

La constante dieléctrica se puede determinar según métodos indicados en Handbook of Chemistry and Physics, David R. Lide, 79th Edition, CRS Press, midiéndose la constante dieléctrica a 20°C.

- 40 A los compuestos especialmente apropiados pertenecen, entre otros, agua, glicoles, en especial etilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,3-propilenglicol, polietilenglicol; alcoholes, en especial metanol, etanol, butanol, glicerina; alcoholes etoxilados, a modo de ejemplo butanol doblemente etoxilado, metanol etoxilado 10 veces; aminas, en especial etanolamina, 1,2-etanodiamina y propanolamina; hidrocarburos halogenados, en especial 2-cloroetanol, 1,2-dicloroetano, 1,1-dicloroacetona; cetonas; en especial acetona.

- 45 La fracción de compuestos descritos anteriormente en la dispersión de polímero se puede situar en amplios intervalos. En general, la dispersión de polímero comprende hasta un 15 % en peso, en especial un 0,3 a un 5 % en peso de compuestos con una constante dieléctrica mayor o igual a 9.

Las dispersiones de polímero se pueden obtener mediante procedimientos conocidos, exponiéndose estos procedimientos en los documentos del estado de la técnica citados anteriormente. A modo de ejemplo, se puede obtener las presentes dispersiones de polímero al dispersarse los componentes A) en una disolución de componentes B) bajo aplicación de fuerzas de cizallamiento a una temperatura en el intervalo de 80 a 180°C. La

disolución de componentes B) comprende en general los componentes C) y D). Estos componentes se pueden añadir a la dispersión antes, durante o tras la dispersión de los componentes A).

A continuación se explica la invención detalladamente mediante ejemplos y ejemplos comparativos, sin que la invención se tenga que limitar a estos ejemplos.

5 Métodos aplicados

A continuación se indica con KV100 la viscosidad cinemática de un líquido, medida a 100°C en un aceite 150N. La determinación de la viscosidad se efectúa según DIN 51 562 (viscosímetro de Ubbelohde). La concentración de OCP en aceite asciende en este caso a un 2,8 % en peso respectivamente. Los datos BV20, BV40, o bien BV100, designan las viscosidades cinemáticas de las dispersiones (BV = „bulk viscosity“), medida igualmente según 51 562 (viscosímetro de Ubbelohde) a 20, 40, o bien 100°C.

Como iniciadores para la obtención de las dispersiones se utilizaron representantes comunes, como por ejemplo los periniciadores di(terc-butilperoxi)-3,5,5-trimetilciclohexano y/o peroctoato de terc-butilo.

Para el control de la estabilidad de una dispersión se pueden pesar 670 g de producto en un recipiente de Witt de 2 litros. Se incorporan en el recipiente de Witt un agitador Inter-Mig con tres palas (agitador de medida con indicador de momento de giro e índice de revoluciones MR-D1 de la firma Ika), y un termoelemento de NiCrNi (regulador de temperatura 810 de la firma Eurotherm). El baño de aceite (aceite de silicona PN 200) se calienta, ajustándose el índice de revoluciones de modo que la entrada de potencia asciende a 1,3 vatios. La entrada de potencia se puede calcular a través de la viscosidad.

El producto se calienta a 160°C y esta temperatura interna se mantiene entonces durante 2 h. Después se aumenta en 10°C la temperatura interna en el reactor en el intervalo de 15 minutos, y se mantiene de nuevo durante 2 h, repitiéndose este proceso varias veces hasta que la temperatura interna asciende a 190°C. Si el producto debe estar sujeto previamente a una separación de fases, lo que se puede identificar en un ascenso brusco de la viscosidad, y con éste en un aumento rápido del momento de giro, el ensayo ha concluido. Se detectan tiempo y temperatura hasta este momento.

25 Ejemplo 1

En un matraz de cuatro bocas de 2 litros, equipado con agitador, termómetro y refrigerante de reflujo, se pesan 70,3 g de un copolímero de etileno-propileno de acción espesante 11,0 mm²/s, en relación con KV100 (por ejemplo Dutral® CO 038 degradado térmica o mecánicamente) en una mezcla constituida por 251,8 g de un aceite 150N y 47,9 g de un aceite 100N, y se disuelve a 100°C en el intervalo de 10-12 horas. Tras el proceso de disolución se añaden 41,1 g de una mezcla constituida por metacrilatos de alquilo con substituyentes alquilo de longitud de cadena C10-C18, y se inertiza la mezcla de reacción mediante adición de hielo seco. Una vez alcanzada la temperatura de polimerización de 130°C se añaden 0,52 g de 1,1-di(terc-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, y simultáneamente se inició una alimentación de monómero constituida por 588,9 g de composición análoga a la anterior, y 7,66 g de 1,1-di(terc-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, y se añadió uniformemente durante un tiempo de alimentación de 3,5 horas. Dos horas después del final de la alimentación se diluye con 472,1 g de un alcohol graso etoxilado (por ejemplo Marlipal® O13/20) a un 47,55 % de contenido en polímero. Simultáneamente se reduce la temperatura a 100°C, se añade 1,26 g de peroctoato de terc-butilo, y se agita 2 horas más a 100°C. En un recipiente de Witt equipado con agitador Inter-Mig (proporción agitador/diámetro de depósito = 0,7, índice de revoluciones de agitador ajustado: 150 rpm) se pesan 286,2 g de disolución obtenida, 43,2 g de un copolímero de etileno-propileno (por ejemplo Dutral® CO 038 degradado a 11,5 mm²/s) y 170,6 g de otro copolímero de etileno-propileno (por ejemplo Dutral® CO 058 degradado a una KV100 de 11,5 mm²/s). En el intervalo de 8-10 horas se produce, a 100°C y con un índice de revoluciones de agitador de 150 rpm, una dispersión parduzca, que tiende a la separación de copolímeros de etileno-propileno en el intervalo de pocas semanas a temperatura ambiente. Por lo tanto, para la estabilización se aumenta la temperatura de 100°C a 140°C, y se agita adicionalmente 6 horas a 150 rpm. A continuación, mediante dilución con 136,6 g de un alcohol graso etoxilado (por ejemplo Marlipal® O13/20) se diluye a un 55 % de contenido en polímero, y la mezcla se agita adicionalmente media hora a 100°C. La KV100 del producto obtenido de este modo asciende a 3488 mm²/s. La KV100 de una disolución al 2,8 % de producto en un aceite 150N asciende a 11,43 mm²/s.

La dispersión obtenida se sometió al ensayo de estabilidad descrito anteriormente, produciéndose una separación de fases y aumentando bruscamente la viscosidad tras aproximadamente 420 min a una temperatura alcanzada de 180°C.

Ejemplo comparativo 1

En un matraz de cuatro bocas de 2 litros, equipado con agitador, termómetro y refrigerante de reflujo, se pesan 78,0 g de un copolímero de etileno-propileno de acción espesante 11,0 mm²/s, en relación a su KV100 (por ejemplo Dutral® CO 043 degradado correspondientemente) en 442,1 g de adipato de dioctilo a 100°C en el intervalo de 10-12 horas. Después se añaden 57,8 g de una mezcla constituida por metacrilatos de alquilo con substituyentes alquilo de longitud de cadena C10-C18. La mezcla de reacción se intertiza mediante adición de hielo seco. Después de aumentar la temperatura de la disolución a 110°C se añaden 0,57 g de peroctoato de terc-butilo y simultáneamente se inicia una alimentación constituida por 422,1 g de metacrilatos de alquilo de composición análoga a la anterior, y 8,44 g de peroctoato de terc-butilo. El tiempo de alimentación total asciende a 3,5 horas y se desarrolla bajo velocidad de dosificación constante. 2 horas después del final de la alimentación se añaden 0,96 g de peroctoato de terc-butilo. Después de 3-4 horas se obtiene una disolución que se emplea a continuación como componente dispersante. A continuación se diluye con 589,9 g de ftalato de dibutilo a un contenido en polímero de un 35,1 %. Se pesan 306,4 g de disolución obtenida de este modo en un recipiente de Witt de 1 litro equipado con agitador Inter-Mig (proporción agitador/diámetro de depósito = 0,7, índice de revoluciones de agitador 150 rpm) junto con dos diferentes copolímeros de etileno-propileno (por ejemplo 96,8 g de Dutral® CO 038 degradado a una KV100 de 11,5 mm²/s, y 96,8 g de Dutral® CO 058 degradado a una KV100 de 11,5 mm²/s). Tras aumento de temperatura a 100°C y agitación a un índice de revoluciones de 150 rpm se produce una dispersión parduzca en el intervalo de 8-10 horas. Ésta se agita adicionalmente 6 horas con 150 rpm, mediante lo cual se obtiene una dispersión más estable (identificable en una tendencia reducida a la separación de copolímeros de etileno-propileno puros). A continuación se diluyen 500 g de esta carga mediante adición de 73,1 g de componente dispersante al 47,55 % descrito y 20,8 g de ftalato de dibutilo a un 55 % de contenido en polímero. A continuación se agita media hora más con 150 rpm. La KV100 del producto obtenido de este modo asciende a 1524 mm²/s. La KV100 de una disolución al 2,8 % de producto en un aceite 150N asciende a 11,43 mm²/s.

La dispersión obtenida se sometió al ensayo de estabilidad descrito anteriormente, produciéndose una separación de fases y aumentando bruscamente la viscosidad tras aproximadamente 250 min a una temperatura alcanzada de 170°C.

REIVINDICACIONES

1.- Dispersión de polímero que comprende

A) al menos un 20 % en peso de poliolefina dispersada,

5 B) al menos un componente dispersante que constituye un polímero, que comprende uno o varios bloques A y uno o varios bloques X, representando el bloque A secuencias de copolímero de olefina, secuencias de poliisopreno hidrogenadas, copolímeros hidrogenados de butadieno/isopreno o copolímeros hidrogenados de butadieno/isopreno y estireno, y

10 representando el bloque X secuencias heterocíclicas de poliacrilato, polimetacrilato, estireno, α -metilestireno o N-vinilo, y/o secuencias constituidas por mezclas de heterociclos de poliacrilato, polimetacrilato, estireno, α -metilestireno o N-vinilo,

C) aceite mineral, y

D) al menos un compuesto que comprende grupos (oligo)oxialquilo, que comprende al menos un alcohol etoxilado con 2 a 8 grupos etoxi, comprendiendo el resto hidrófobo del alcohol 4 a 22 átomos de carbono.

15 2.- Dispersión de polímero según la reivindicación 1, caracterizada por que el componente B) es obtenible mediante copolimerización por injerto de una composición de monómero que comprende (met)acrilatos y/o compuestos de estireno sobre poliolefinas según componente A).

3.- Dispersión de polímero según la reivindicación 2, caracterizada porque se emplea una composición de monómero, que presenta uno o varios (met)acrilatos de la fórmula (I)



20 donde R significa hidrógeno o metilo, y R^1 significa hidrógeno, un resto alquilo lineal o ramificado con 1 a 40 átomos de carbono, y/o uno o varios (met)acrilatos de la fórmula (II)



25 donde R significa hidrógeno o metilo, y R^2 significa un resto alquilo substituido con un grupo OH con 2 a 20 átomos de carbono, o un resto alcoxilado de la fórmula (III)



donde R^2 y R^4 , independientemente, representan hidrógeno o metilo, R^5 representa hidrógeno o un resto alquilo con 1 a 40 átomos de carbono, y n significa un número entero de 1 a 90,

30 y/o uno o varios (met)acrilatos de la fórmula (IV)



- donde R significa hidrógeno o metilo, X significa oxígeno o un grupo amino de la fórmula -NH- o -NR⁷-, donde R⁷ representa un resto alquilo con 1 a 40 átomos de carbono, y R⁶ significa un resto alquilo lineal o ramificado substituido con al menos un grupo -NR⁸R⁹-, con 2 a 20, preferentemente 2 a 6 átomos de carbono, representando R⁸ y R⁹, independientemente entre sí, hidrógeno, un resto alquilo con 1 a 20, preferentemente 1 a 6, o donde R⁸ y R⁹, incluyendo el átomo de nitrógeno, y en caso dado un átomo de nitrógeno u oxígeno adicional, forman un anillo de 5 o 6 eslabones, que puede estar substituido, en caso dado, con C₁-C₆-alquilo.
- 5 4.- Dispersión de polímero según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizada por que en la reacción de injerto se emplea una composición de monómero, que comprende un compuesto vinílico heterocíclico.
- 10 5.- Dispersión de polímero según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que la proporción ponderal de los bloques A respecto a los bloques X se sitúa en el intervalo de 20 : 1 a 1 : 20.
- 6.- Dispersión de polímero según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el componente A) comprende uno o varios copolímeros de olefina.
- 7.- Dispersión de polímero según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que la dispersión de polímero comprende un 2 a un 40 % en peso de componente C).
- 15 8.- Dispersión de polímero según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que la proporción ponderal de componente C) respecto a componente D) se sitúa en el intervalo de 2 : 1 a 1 : 25.
- 9.- Dispersión de polímero según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que la dispersión de polímero comprende un 2 a un 40 % en peso de componentes D).
- 20 10.- Dispersión según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que la dispersión de polímero comprende un compuesto que presenta una constante dieléctrica mayor o igual a 9.
- 11.- Dispersión de polímero según la reivindicación 10, caracterizada por que el compuesto con una constante dieléctrica mayor o igual a 9 es seleccionado entre agua, etilenglicol, polietilenglicol y/o alcohol.
- 12.- Dispersión de polímero según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que la dispersión de polímero comprende hasta un 30 % en peso de componente B).
- 25 13.- Procedimiento para la obtención de dispersiones de polímero según las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque en una disolución de componentes B), bajo aplicación de fuerzas de cizallamiento a una temperatura en el intervalo de 80 a 180°C, se dispersa el componente A).
- 14.- Empleo de una dispersión de polímero según una de las reivindicaciones 1 a 12 como aditivo para formulaciones de aceite engrasante.