

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 628 706**

51 Int. Cl.:

B01F 17/00 (2006.01)
C08G 63/08 (2006.01)
C08K 5/101 (2006.01)
C08K 9/04 (2006.01)
C08K 9/08 (2006.01)
C08L 67/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.08.2009** **PCT/US2009/053639**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.03.2010** **WO10033323**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.08.2009** **E 09748554 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017** **EP 2334418**

54 Título: **Agentes dispersantes de caprolactona o valerolactona rematados en los extremos con ácido**

30 Prioridad:

18.09.2008 US 97900 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.08.2017

73 Titular/es:

LUBRIZOL ADVANCED MATERIALS, INC.
(100.0%)
9911 Brecksville Road
Cleveland, OH 44141-3247, US

72 Inventor/es:

SUNDERLAND, PATRICK J.;
THETFORD, DEAN y
FORDER, THOMAS

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 628 706 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

Agentes dispersantes de caprolactona o valerolactona rematados en los extremos con ácido

5 Campo de la invención

La invención se relaciona con una composición que contiene un sólido particulado, un material plástico (tal como un polímero termoplástico) y un compuesto capaz de ser un dispersante.

10 Antecedentes de la invención

Normalmente, se colorean los termoplásticos, tales como PP (polipropileno), PE (polietileno), etc., usando concentrados de pigmento, a los cuales habitualmente se denomina como mezclas o compuestos madre. Estos concentrados son preparados mezclando los ingredientes entre sí y sometiéndolos a cualquiera de los procedimientos comúnmente utilizados para dispersar sólidos particulados en un polímero termoplástico. La preparación de compuestos o la mezcla en un extrusor de doble hélice es uno de estos procedimientos. Las concentraciones de pigmento en estas mezclas madre pueden ser del 20-70% y pueden estar presentes otros aditivos, tales como ceras, dispersantes, lubricantes y estabilizadores UV.

La producción de una mezcla madre requiere que el pigmento se disperse de manera óptima en el polímero termoplástico, es decir, partículas finas con pocos agregados. Pueden surgir problemas en la producción de mezclas madre si hay presencia de agregados, ya que ello dará lugar a bloqueo del filtro del extrusor. Se usan los concentrados de pigmento para colorear películas termoplásticas, fibras y artículos sólidos. Se necesitan requerimientos particulares sobre la calidad de estos artículos acabados; por ejemplo, en artículos sólidos, también se requieren una buena dispersión del pigmento para maximizar el desarrollo de color, fuerza tintórea y niveles reducidos de motas. Para películas, una dispersión incompleta del pigmento puede dar lugar a agrietamiento, efectos no deseados de dispersión de la luz y motas. En fibras, una dispersión incompleta del pigmento dará como resultado bloqueo del filtro del extrusor y rotura de las fibras.

Se usan ceras para dispersar los sólidos particulados en polímeros termoplásticos. Sin embargo, las ceras sólo humedecen los pigmentos y no los dispersan en una dispersión estable. Además, las ceras son propensas a migrar a la superficie del artículo termoplástico.

La Patente Estadounidense 3.778.287 divulga estructuras de ácidos poli-12-hidroxiesteáricos (PHS) y ácidos polirricinoleicos (PRA) y su uso en sistemas de tinta/pintura alifática/aromática como dispersantes para pigmentos orgánicos e inorgánicos.

La Patente Estadounidense 4.797.400 divulga el uso del polímero que contiene una funcionalidad carboxilato, v.g., poli(ácido 12-hidroxiesteárico) o ácido polirricinoleico, como dispersante en presencia de un sólido particulado, un lubricante y un polímero termoplástico.

La Patente Británica 2.056.461 intenta incorporar un dispersante en una carga empleando ácido poli-12-hidroxiesteárico o ácido polirricinoleico.

La Patente Estadounidense 3.748.308 divulga poliésteres que contienen grupos carboxi, y se usan los poliésteres como agentes dispersantes en líquidos orgánicos. Estos compuestos contienen diácidos o anhídridos aromáticos para generar los grupos carboxi, y dioles/trioles por razones de multiplicidad.

La Publicación Internacional WO 05/097872 divulga poliésteres que contienen grupos carboxi y se usan como agentes dispersantes para concentrados de pigmento para colorear termoplásticos. Estos agentes contienen diácidos o anhídridos para generar los grupos carboxi y un mono-, di- o triol.

Se desvelan polímeros de policaprolactona iniciados con ácidos grasos como intermediarios para dispersantes de polietilenamina en las Patentes Estadounidenses 4.645.611 y 4.861.380. Los ácidos grasos en ellas desvelados no han sido empleados como dispersantes.

EP 0 233 684 A1 desvela un éster o poliéster que es adecuado para uso como dispersante para sólidos en líquidos orgánicos y dispersiones de sólidos en líquidos orgánicos que contienen dicho dispersante.

60 Resumen de la invención

Cualquiera de los problemas antes mencionados puede dar lugar a un procesamiento menos eficiente en un equipo caro de tipo extrusor, es decir, que los costes de producción aumentan. Por lo tanto, sería una ventaja disponer de

un dispersante que reduzca los agregados y las motas, que dé un estado de dispersión más fino, que dé fuerzas tintóreas superiores, que dé un mejor brillo y que dé velocidades más rápidas de dispersión. Una mayor fuerza tintórea en una mezcla madre permite usar una menor cantidad de mezcla madre en una composición plástica final. El dispersante es típicamente sólido por debajo de los 45°C, lo que permite una más fácil incorporación en mezclas madre. Un dispersante sólido puede también permitir una mezcla más homogénea de las partículas de pigmento en el termoplástico, con lo que se evita/reduce la aglomeración de las partículas de pigmento.

Los inventores de la presente solicitud han descubierto un compuesto capaz de dispersar un pigmento que permite que un termoplástico tenga al menos uno de (i) bloqueo reducido del filtro, (ii) mejores características tintóreas, (iii) mayores cargas de pigmento para una viscosidad equivalente de las mezclas madre, y (iv) niveles reducidos de motas. La presente invención proporciona dicho compuesto y composiciones del mismo.

La composición de la invención contiene un compuesto de Fórmula (1) representado por:



donde cada

R es un componente lipofílico de un grupo alqu(en)ilo que contiene 10 o más átomos de carbono (típicamente, R puede contener 16 o más, o 20 o más, átomos de carbono);

A es un grupo alquileo C_{4-5} o sus mezclas; n puede ser 3 - 25;

M es H, un ion amonio, un ion amonio cuaternario, un catión de un metal alcalino o alcalinotérreo o una amina protonada (tal como una alcanolamina protonada); y

x es 1 ó 2.

En una realización, el agente dispersante contiene una mezcla de un compuesto que contiene un carboxilato o anhídrido que forma sal con un compuesto que contiene amina.

El compuesto de Fórmula (1) puede ser preparado por reacción de un ácido graso con (i) un ácido hidroxialquilen- C_{4-5} -carboxílico, o (ii) una lactona.

El compuesto de Fórmula (1) puede ser usado como agente dispersante.

Según la reivindicación 1, la presente invención proporciona una composición que consiste en un sólido particulado, un material plástico (típicamente un polímero termoplástico) y un compuesto de Fórmula (1) representado por:



donde, independientemente, cada variable

R es un componente lipofílico de un grupo alqu(en)ilo que contiene 10 o más átomos de carbono (típicamente, R puede contener 16 o más, o 20 o más, átomos de carbono);

A es un grupo alquileo C_{4-5} o sus mezclas;

n es 3-25;

M es H, un ion amonio, un ion amonio cuaternario, un catión de un metal alcalino o alcalinotérreo o una amina protonada (tal como una alcanolamina protonada); y

X es 1 ó 2.

Las realizaciones preferidas de la invención son evidentes por las reivindicaciones dependientes.

El compuesto antes definido puede ser usado como dispersante en un material plástico (típicamente, un polímero termoplástico).

Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona una composición como se ha desvelado aquí anteriormente.

El peso molecular medio numérico del grupo $R-CO-(OACO)_n$ puede ser de entre 250 y 7.500, o de entre 400 y 3.500.

El ácido hidroxicarboxílico del que puede derivar A puede ser un ácido hidroxialquilen- C_{4-5} -carboxílico o una lactona. Como ejemplos de ácidos hidroxicarboxílicos adecuados, se incluyen ácido 5-hidroxivalérico y ácido 6-hidroxicaproico. Como ejemplos específicos de lactonas adecuadas, se incluyen caprolactona, valerolactona y caprolactonas alquil-substituidas, tales como 7-metilcaprolactona.

Típicamente, el grupo R-CO- de Fórmula (1) puede derivar de un ácido graso de 10 a 50, o de 10 a 35, átomos de carbono. Como ejemplos de ácido graso adecuado, se incluyen ácido esteárico, ricinoleico, oleico, palmítico, erúxico, behénico, láurico, mirístico, 12-hidroxidodecanoico, 5-hidroxidodecanoico, 5-hidroxidecanoico y 4-hidroxidecanoico. Como ejemplos de una mezcla adecuada de ácidos grasos, se incluyen los ácidos alifáticos de cadena ramificada C₁₂₋₂₄ que pueden ser adquiridos como Isocarbs de Condea.

Otros ejemplos de ácidos grasos incluyen los ácidos Unacid® (ácidos carboxílicos sintéticos primarios lineales) comercializados por Baker Petrolite Polymer Division.

Como ejemplos de metales adecuados representados por M, se incluyen litio, sodio, potasio, calcio, magnesio y zinc.

En una realización, M de la Fórmula (1) puede ser una amina protonada. La amina protonada puede incluir una amina primaria, seleccionada entre monoalquil-C₁-C₈-aminas cuyos grupos alquilo pueden estar substituidos por un grupo N(alquilo C₁-C₄). Como ejemplos de amina primaria, se incluyen metilamina, etilamina, propilamina, butilamina o pentilamina.

La amina protonada puede incluir una amina secundaria, seleccionada entre dialquil-C₁-C₈-aminas cuyos grupos alquilo pueden estar substituidos por un grupo N(alquilo C₁-C₄)₂, y aminas cíclicas, que tienen de 4 a 6 átomos de carbono y cuya estructura cíclica puede estar interrumpida por O y/o N-alquilo C₁-C₄. Como ejemplos de amina secundaria, se incluyen dimetilamina, dietilamina, dipropilamina, dibutilamina o dipentilamina.

La alcanolamina protonada puede incluir etanolamina, isopropanolamina, dietanolamina, trietanolamina, N,N-dietiletanolamina, N,N-dimetiletanolamina, N,N-dibutiletanolamina, 3-amino-1,2-propanodiol, serinol, 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-metil-1-propanol, tris(hidroximetil)aminometano, diisopropanolamina, N-metildietanolamina, 2-(2-aminoetilamino)etanol o sus mezclas.

Como ejemplos de aminas y alcanolaminas adecuadas representadas por M, se incluyen butilamina, dibutilamina, dietanolamina, trietanolamina y 2-amino-2-metil-1-propanol.

El dispersante de Fórmula (1) puede ser usado en la producción de sólidos dispersables en forma de partícula de polvo y/o de partícula de fibra, en particular de pigmentos dispersables o cargas poliméricas, donde las partículas están revestidas con el dispersante. Se producen revestimientos de este tipo, de sólidos tanto orgánicos como inorgánicos, de un modo conocido, como se describe, por ejemplo, en EP-A-0 270 126. Concretamente, en el caso de los pigmentos, es posible revestir la superficie de los pigmentos durante o después de la síntesis de los pigmentos, por ejemplo, añadiendo los dispersantes de Fórmula (1) a la suspensión de pigmentos, o durante o después de la operación de acabado de los pigmentos.

Si la composición seca consiste esencialmente en el dispersante de Fórmula (1) y el sólido particulado, típicamente contiene al menos un 0,2%, al menos un 0,5% o al menos un 1,0% de dispersante de Fórmula (1) en base al peso del sólido particulado. En una realización, la composición seca contiene no más del 100%, no más del 50%, no más del 20% o no más del 10% en peso de dispersante de Fórmula (1) en base al peso del sólido particulado.

Aplicación industrial

En una realización, el compuesto aquí descrito es una ayuda de procesado o un dispersante.

El compuesto en diferentes realizaciones puede estar presente en la composición de la invención en un rango seleccionado entre un 0,1 y un 50% en peso, o entre un 0,25 y un 35% en peso, y entre un 0,5 y un 30% en peso.

El sólido particulado presente en la composición puede ser cualquier material sólido inorgánico u orgánico. En una realización, el sólido particulado es un pigmento.

El sólido particulado presente en la composición puede ser cualquier material sólido inorgánico u orgánico que sea substancialmente insoluble en el termoplástico a la temperatura en cuestión y que se desee estabilizar en forma finamente dividida en él. Los sólidos particulados pueden estar en forma de un material granular, de una fibra, de una plaqueta o de un polvo, con frecuencia de un polvo insuflado. En una realización, el sólido particulado es un pigmento.

Son ejemplos de sólidos adecuados pigmentos para tintas solventes; pigmentos, expansores, cargas, agentes insuflantes y pirorretardantes para pinturas y materiales plásticos; tintes, especialmente tintes dispersos; agentes abrillantadores ópticos y auxiliares textiles para baños de tintes solventes, tintas y otros sistemas de aplicación de solventes; sólidos para lodos de perforación basados en aceites y de emulsión inversa; suciedad y partículas sólidas

en líquidos de limpieza en seco; metales; materiales cerámicos particulados y materiales magnéticos para cerámica, impresión piezocerámica, abrasivos, condensadores, pilas de combustible, ferrofluidos, tintas conductoras, medios de registro magnético, tratamiento de aguas y descontaminación de suelos hidrocarbonados; sólidos nanodispersos orgánicos e inorgánicos; fibras, tales como madera, papel, vidrio, acero, carbono y boro para materiales compuestos; y biocidas, productos agroquímicos y productos farmacéuticos que se aplican como dispersiones en medios orgánicos.

En una realización, el sólido es un pigmento orgánico de cualquiera de las clases reconocidas de pigmentos descritas, por ejemplo, en la Tercera Edición del Colour Index (1971) y posteriores revisiones y suplementos de la misma, en el capítulo titulado "Pigmentos". Son ejemplos de pigmentos orgánicos los de las series azo, disazo, trisazo, azo condensado, lacas azo, pigmentos de naftol, antantrona, antrapirimidina, antraquinona, bencimidazolona, carbazol, dicetopirrolpirrol, flavantrona, pigmentos indigoides, indantrona, isodibenzantrona, isoindantrona, isoindolinona, isoindolina, isoviolantrona, pigmentos de complejos metálicos, oxazina, perileno, perinona, pirantrona, pirazoloquinazolona, quinacridona, quinoftalona, tioíndigo, pigmentos de triarilcarbonio, trifendioxazina, xanteno y ftalocianina, especialmente ftalocianina de cobre y sus derivados halogenados nucleares, y también lacas de tintes ácidos, básicos y mordientes. El negro de carbón, aunque es estrictamente inorgánico, se comporta más como un pigmento orgánico en sus propiedades dispersantes. En una realización, los pigmentos orgánicos son ftalocianinas, especialmente ftalocianinas de cobre, monoazos, disazos, indantronas, antrantronas, quinacridonas, dicetopirrolpirroles, perilenos y negros de carbón.

Como ejemplos de pigmentos inorgánicos, se incluyen óxidos metálicos, tales como dióxido de titanio, dióxido de rutilo y titanio y dióxido de titanio revestido en superficie, óxidos de titanio de diferentes colores, tales como amarillo y negro, óxidos de hierro de diferentes colores, tales como amarillo, rojo, marrón y negro, óxido de zinc, óxidos de zirconio, óxido de aluminio, compuestos oximetálicos tales como vanadato de bismuto, aluminato de cobalto, estannato de cobalto, zincato de cobalto, cromato de zinc y óxidos metálicos mixtos de manganeso, níquel, titanio, cromo, antimonio, magnesio, cobalto, hierro y aluminio, azul de Prusia, bermellón, azul de ultramar, fosfato de zinc, sulfuro de zinc, molibdatos y cromatos de calcio y zinc, pigmentos con efecto metálico tales como escamas de aluminio, cobre y aleación de cobre/zinc, escamas nacaradas tales como carbonato de plomo y oxiclورو de bismuto.

Como sólidos inorgánicos, se incluyen expansores y cargas, tales como carbonato de calcio molido y precipitado, sulfato de calcio, óxido de calcio, oxalato de calcio, fosfato de calcio, fosfonato de calcio, sulfato de bario, carbonato de bario, óxido de magnesio, hidróxido de magnesio, hidróxido de magnesio natural o brucita, hidróxido de magnesio precipitado, carbonato de magnesio, dolomita, trihidróxido de aluminio, hidroperóxido de aluminio o boehmita, silicatos de calcio y magnesio, aluminosilicatos, incluyendo nanoarcillas, caolín, montmorillonitas, incluyendo bentonitas, hectoritas y saponitas, mica, talco, incluyendo muscovitas, flogopitas, lepidolitas y cloritas, creta, sílice sintética y precipitada, sílice de humo, fibras metálicas y polvos, zinc, aluminio, fibras de vidrio, fibras refractarias, negro de carbón, incluyendo nanotubos de carbono de una y de múltiples paredes, negro de carbón reforzante y no reforzante, grafito, Buckminsterfullerenos, diamante, alúmina, cuarzo, gel de sílice, harina de madera, papel/fibra en polvo, fibras celulósicas, tales como cáñamo, sisal, lino, fibra de coco, hoja de plátano y similares, vermiculita, zeolitas, hidrotalcitas, cenizas volantes de centrales eléctricas, cenizas de lodos de aguas residuales incinerados, pozzolanos, escorias de altos hornos, amianto, crisotilo, antofilita, crocidolita, wollastonita, attapulgitita y similares, materiales cerámicos particulados, tales como alúmina, zirconia, titania, nitruro de silicio, nitruro de aluminio, nitruro de boro, carburo de silicio, carburo de boro, nitruros mixtos de silicio-aluminio y titanatos metálicos; materiales magnéticos particulados, tales como los óxidos magnéticos de metales de transición, frecuentemente hierro y cromo, v.g., $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Fe_3O_4 , y óxidos de hierro contaminados con cobalto, ferritas, v.g., ferritas de bario; y partículas metálicas, por ejemplo aluminio, hierro, níquel, cobalto, cobre, plata, oro, paladio y platino metálicos y sus aleaciones.

Otros materiales sólidos de utilidad incluyen pirorretardantes, tales como éter pentabromodifenílico, éter octabromodifenílico, éter decabromodifenílico, hexabromociclododecano, polifosfato de amonio, melamina, cianurato de melamina y boratos; biocidas o agentes microbianos industriales, tales como los mencionados en las Tablas 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9 del capítulo titulado "Agentes microbianos industriales" en la Kirk-Othmer's Encyclopedia of Chemical Technology, Volumen 13, 1981, 3ª Edición.

En una realización, las resinas termoplásticas incluyen poliolefinas, poliésteres, poliamidas, policarbonatos, poliuretanos, poliestirénicos, poli(met)acrilatos, celulosas y derivados de celulosas. Dichas composiciones pueden ser preparadas de una serie de formas, pero la mezcla en fusión y la mezcla de sólidos en seco son métodos típicos. Como ejemplos de un termoplástico adecuado, se incluyen polietileno (de baja densidad, o lineal de baja densidad o de alta densidad), polipropileno, poliestireno, tereftalato de polietileno (PET), tereftalato de polibutileno (PBT), nilón 6, nilón 6/6, nilón 4/6, nilón 6/12, nilón 11 y nilón 12, polimetilmetacrilato, poliéter sulfona, polisulfonas, policarbonato, cloruro de polivinilo (PVC), poliuretano termoplástico, acetato de etilenvinilo (EVA), polímeros Victrex PEEK™ (tales como polímeros de oxi-1,4-fenilenoxi-1,4-fenilencarbonil-1,4-fenileno) y polímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno

(ABS); y otras diversas mezclas o aleaciones poliméricas.

Si se desea, las composiciones que contienen material plástico pueden contener otros ingredientes, por ejemplo dispersantes distintos del compuesto de la presente invención, agentes antiempañamiento, nucleadores, agentes insuflantes, pirorretardantes, ayudas de procesamiento, surfactantes, plastificantes, estabilizadores frente al calor, absorbentes de UV, antioxidantes, fragancias, ayudas para la liberación del molde, agentes antiestáticos, agentes antimicrobianos, biocidas, agentes copulantes, lubricantes (externos e internos), modificadores de impacto, agentes deslizantes, agentes para la liberación de aire y depresores de la viscosidad.

Las composiciones típicamente contienen de un 1 a un 95% en peso del sólido particulado, dependiendo la cantidad de la naturaleza del sólido y de las densidades relativas del sólido y del líquido orgánico polar. Por ejemplo, una composición en la que el sólido es un material orgánico, tal como un pigmento orgánico, en una realización contiene de un 15 a un 60% en peso del sólido, mientras que una composición en la que el sólido es un material inorgánico, tal como un pigmento inorgánico, una carga o un expansor, en una realización contiene de un 40 a un 90% en peso del sólido en base al peso total de composición.

La composición que contiene el material plástico puede ser preparada por cualquiera de los métodos convencionales conocidos para la preparación de compuestos termoplásticos. Por lo tanto, se pueden mezclar el sólido, el polímero termoplástico y el dispersante en cualquier orden, siendo sometida luego la mezcla a un tratamiento mecánico para reducir las partículas del sólido a un tamaño apropiado, por ejemplo, por mezcla Banbury, mezcla de cinta, extrusión de doble hélice, molienda de doble rodillo, formación de compuesto en una coamasadora Buss o un equipo similar.

En una realización, la composición de la invención también incluye uno o más dispersantes conocidos adicionales.

En una realización, la invención proporciona una composición micronizada como aquí se describe. En una realización, la composición que además contiene al menos uno de (i) una poli- α -olefina amorfa, o (ii) cera de poliolefina, tiene una fracción de tamaño de partícula de al menos un 10% en peso con un diámetro de 1 mm o menos, o de 0,5 mm o menos, o de 0,1 mm o menos, o de 0,05 mm o menos. En una realización, la fracción de tamaño de partícula puede ser de 50 nm a 1 mm, o de 100 nm a 0,5 mm.

En una realización, la invención proporciona una mezcla o amalgama de las composiciones aquí descritas con un soporte de cera o una ayuda de procesamiento. Como ejemplos de dichas ceras, se incluyen cera de parafina, cera de polietileno, cera de polipropileno, cera de etileno-bis-estearamida, cera de aceite de ricino hidrogenado, cera carnauba y similares.

Los siguientes ejemplos proporcionan ilustraciones de la invención. Estos ejemplos no son exhaustivos y no pretenden limitar el alcance de la invención.

Ejemplos

Dispersante comparativo A (ComparA): Se calienta ácido polihidroxisteárico (Mn de aproximadamente 850) en un recipiente hasta fundirlo. Se añade entonces Sasol C105, cera de Fischer Tropsch (650 partes, de Sasol Wax GmbH (punto de solidificación: 104°-110°C; peso molecular medio: 1.262; fórmula molecular media: $C_{90}H_{182}$) en porciones al ácido polihidroxisteárico, manteniendo una masa agitable para formar una mezcla. Se agita la mezcla con calentamiento hasta obtener un líquido homogéneo. Se vierte el líquido homogéneo en un segundo recipiente y se deja enfriar. Una vez solidificado, se enfría el material hasta -10°C durante 2 horas, antes de romperlo en piezas individuales de aproximadamente 2 cm. Se muele luego el material en un molino de pasador rotatorio Glen Creston, sin un tamiz de criba, para producir un gránulo fino.

Dispersante comparativo B (ComparB): Se agitan juntos ácido esteárico (de Aldrich Chemical, 113,45 partes) y épsilon-caprolactona (de Aldrich Chemical, 136,55 partes) bajo una atmósfera de nitrógeno a 120°C. Se añade butóxido de zirconio (IV) (0,75 partes), antes de aumentar la temperatura de la reacción hasta 200°C. Se continúa agitando durante 6 horas. Se vierte el sólido fundido en bandejas de acero y se deja enfriar hasta la temperatura ambiente. Se congela la cera de color marrón claro resultante con nitrógeno líquido y se rompe en terrones. Se muelen los terrones resultantes hasta obtener un polvo lo suficientemente fino como para pasar a través de un tamiz de 1 mm.

Dispersante comparativo C (ComparC): Unacid 550, un ácido graso sintético de cadena lineal de aproximadamente 50 átomos de carbono, comercializado por Baker-Hughes Corporation.

Dispersante comparativo D (ComparD): Unacid 350, un ácido graso de cadena lineal de aproximadamente 24 átomos de carbono, comercializado por Baker-Hughes Corporation.

Ejemplo 1: Se agitan juntos ácido behénico (de Aldrich Chemical, 332 partes) y épsilon-caprolactona (de Aldrich Chemical, 668 partes) bajo una atmósfera de nitrógeno a 120°C. Se añade butóxido de zirconio (IV) (3 partes), antes de aumentar la temperatura de la reacción hasta 200°C. Se continúa agitando durante 6 horas. Se vierte el sólido fundido en bandejas de acero y se deja enfriar hasta la temperatura ambiente. Se congela la cera de color marrón claro resultante con nitrógeno líquido y se rompe en terrones. Se muelen los terrones resultantes hasta obtener un polvo lo suficientemente fino como para pasar a través de un tamiz de 1 mm.

Ejemplos 2 a 29: Estos ejemplos son preparados de un modo similar al Ejemplo 1, excepto por los reactivos y las cantidades que se desvelan en la siguiente tabla:

Ejemplo	Cantidad de E-Cap (partes)	Ácido reaccionado	Cantidad de ácido (partes)	Cantidad de catalizador (partes)
2	120	Ácido de colza hidrogenado	55	0,5
3	70	Unicid®350	36	0,4
4	149	Ácido láurico	26	0,5
5	144	Ácido láurico	32	0,5
6	131	Ácido behénico	44	0,5
7	135	Ácido behénico	40	0,5
8	140	Ácido behénico	35	0,5
9	128	Ácido behénico	48	0,5
10	123	Ácido behénico	52	0,5
11	140	Ácido esteárico	35	0,5
12	133	Ácido esteárico	42	0,5
13	136	Ácido esteárico	113	0,75
14	154	Ácido esteárico	96	0,75
15	177	Ácido esteárico	73	0,75
16	75	Ácido mirístico	25	0,3
17	73	Ácido palmítico	27	0,3
18	69	Ácido araquídico	31	0,3
19	134	Edenor C ₂₂₋₈₅	66	0,6
20	161	Ácido láurico	14	0,5
21	164	Ácido mirístico	11	0,5
22	152	Ácido behénico	23	0,5
23	156	Ácido oleico	19	0,5
24	148	Ácido erúico	27	0,5
25	86	Ácido mirístico	14	0,3
26	91	Ácido mirístico	9	0,3
27	82	Ácido palmítico	18	0,3
28	87	Ácido palmítico	13	0,3
29	81,4	Ácido araquídico	19	0,3

Nota a pie de tabla: E-Cap es épsilon-caprolactona.
Unicid®350 está comercializado por Baker Hughes Corporation.
El catalizador es butóxido de zirconio (IV).
Edenor C₂₂₋₈₅ es un ácido de colza hidrogenado destilado comercializado por Cognis.

Ejemplos 30 a 31: Estos ejemplos son preparados de un modo similar al Ejemplo 1, excepto por incluir la adición de delta-valerolactona en el recipiente de reacción. Se desvelan los detalles de los reactivos y las cantidades en la siguiente tabla:

Ejemplo	Cantidad de E-Cap (partes)	Cantidad de D-Val (partes)	Ácido reaccionado	Cantidad de ácido (partes)	Cantidad de catalizador (partes)
30	123	14	Ácido esteárico	38	0,5
31	18	112	Ácido esteárico	45	0,5

Nota a pie de tabla: E-Cap es épsilon-caprolactona.
D-Val es delta-valerolactona.
El catalizador es butóxido de zirconio (IV).

Preparación de la mezcla madre: Se carga cada uno de los dispersantes (60 partes) en una mezcladora Henschel

con Heuco Green 600703K (Pigmento Verde 7, 200 partes) y pellas de LDPE (Exxon Mobil LD600 polvo 240 partes). Se mezclan los materiales entre sí durante 60 segundos para formar una premezcla. Se pasa esta premezcla a través de un extrusor de doble hélice Thermo Prism TSE16TC, con un perfil de paquete de tamiz de 400/60 mallas. El perfil de temperatura para las zonas del extrusor es de 60/130/140/160/160°C desde el alimentador hasta la boquilla. La presión en bares detrás del paquete de tamiz es registrada digitalmente, y en la siguiente tabla se presenta la presión después de 900 segundos. Con objeto de obtener material para la medición de la fuerza de color, se detienen las hélices del extrusor, se retira por completo el paquete del filtro y se reinician las hélices, lo que permite recoger material con una carga total de pigmento.

Preparación de alargamiento: Se realiza la evaluación de las mezclas madre así preparadas en un molino de dos rodillos Polymix 110L equipado con rodillos de cromo pulidos. Las temperaturas de los rodillos son de 115°C en el rodillo frontal y de 85°C en el rodillo trasero. Se ponen pellas de Exxon Mobil LD605BA (96 partes) en el "mordisco" del molino y se deja calentar durante 1 minuto. Se inició la rotación de los rodillos a 5 rpm y se dejó que el polímero formase una banda aumentando la velocidad a 10 rpm y disminuyendo el ajuste del mordisco a 0,75 mm. Se añadió mezcla madre de LDPE blanca Plaswhite PE7024 (60% de TiO₂, 3,33 partes) al mordisco, se aumentó la velocidad de los rodillos a 20 rpm y se mezcló en el polímero base manipulando manualmente el material de un lado a otro, mezclando durante aproximadamente 1 minuto. Se añadió cada una de las mezclas madre preparadas en el párrafo anterior (0,5 partes) al mordisco, se aumentó la velocidad de los rodillos a 30 rpm y se mezclaron del mismo modo durante 3 minutos. Se libera entonces el polímero de los rodillos, se enrolla en una bola y se pasa a través del mordisco a 0,75 mm. Se repite esto 10 veces, para obtener una dispersión de alto nivel.

Se pone la lámina (o "piel") así preparada, 10 partes, en una plantilla dentro de una prensa hidráulica Bridge. Se precalienta el material durante 3 minutos a una temperatura de 160°C y se prensa luego con calentamiento durante 30 segundos a 1.600 psi de presión. Se inicia el agua de refrigeración luego para permitir que la muestra se enfríe hasta 60°C. Se retira el material y se miden las propiedades de color en un espectrofotómetro DataColour. Se cita esto como la fuerza de color en % en comparación con un patrón (Muestra comparativa A), que se establece en 100.

En la siguiente tabla, se muestran los resultados obtenidos en las pruebas antes descritas. Típicamente, se obtienen mejores resultados para ejemplos con un mayor porcentaje de fuerza de color y una menor presión máxima del filtro:

Nombre de la muestra	Presión máx. del filtro, bares	Fuerza de color, %
Ejemplo 1	76	123,36
Ejemplo 2	68	122,59
Ejemplo 3	95	124,32
Ejemplo 4	51	120,23
Ejemplo 5	48	116,77
Ejemplo 6	78	123,09
Ejemplo 7	64	118,61
Ejemplo 8	54	125,77
Ejemplo 9	64	122,74
Ejemplo 10	74	125,07
Ejemplo 11	62	122,56
Ejemplo 12	58	117,89
Ejemplo 13	56	120,69
Ejemplo 14	58	120,93
Ejemplo 15	90	121,95
Ejemplo 16	67	120,28
Ejemplo 17	92	117,14
Ejemplo 18	54	118,88
Ejemplo 19	57	124,69
Ejemplo 20	92	128,44
Ejemplo 21	95	155,69
Ejemplo 22	91	127,81
Ejemplo 23	95	127,53
Ejemplo 24	87	120,09
Ejemplo 25	92	127,39
Ejemplo 26	90	129,39
Ejemplo 27	66	122,49
Ejemplo 28	91	124,54
Ejemplo 29	70	135,87
Ejemplo 30	74	126,75
Ejemplo 31	93	129,98

ComparA	64	100
ComparB	94	112,9
ComparC	52	94,08
ComparD	95	87,47

5 Los datos obtenidos de las pruebas indican que las composiciones de la invención tienen un rendimiento aceptable después de más de mil segundos. Por consiguiente, la composición de la presente invención es capaz de dispersar un pigmento que también permite que un termoplástico tenga al menos uno de una reducción en los agregados y las motas, proporciona un estado más fino de dispersión, tiene una fuerza tintórea aceptable y tiene un mejor brillo y velocidades de dispersión más rápidas.

10 A menos que se indique lo contrario, cada producto químico o composición a que se hace aquí referencia debe ser interpretado como un material de grado comercial, que puede contener los isómeros, subproductos, derivados y otros materiales del estilo que normalmente se entiende que están presentes en el grado comercial. Sin embargo, la cantidad de cada componente químico es presentada con exclusión de cualquier solvente o aceite diluyente, que pueden estar habitualmente presentes en el material comercial, a menos que se indique lo contrario.

REIVINDICACIONES

1. Una composición consistente en un sólido particulado, un material plástico y un compuesto de Fórmula (1) representado por:

5



donde, independientemente, cada variable

- 10 R es un componente lipofílico de un grupo alqu(en)ilo que contiene 10 o más átomos de carbono;
A es un grupo alquileo C₄₋₅ o sus mezclas;
n es 3 - 25;
M es H, un ion amonio, un ion amonio cuaternario, un catión de un metal alcalino o alcalinotérreo o una amina protonada; y
15 x es 1 ó 2.

2. La composición de la reivindicación 1, donde el material plástico es un polímero termoplástico.

20 3. La composición de la reivindicación 2, donde el material plástico es una resina termoendurecible o una resina termoplástica.

4. La composición de la reivindicación 1, donde el sólido particulado es un pigmento, una carga u otro aditivo particulado.

25 5. La composición de la reivindicación 1, donde el sólido particulado está presente en un 1 a un 95% en peso de la composición.

30 6. La composición de la reivindicación 1, donde el compuesto de Fórmula (1) está presente en un 0,25 a un 35% en peso de la composición.

7. La composición de la reivindicación 1, donde al menos un 10% en peso de la composición tiene una fracción de tamaño de partícula de 1 mm o menos, o de 0,5 mm o menos, o de 0,1 mm o menos, o de 0,05 mm o menos.

35 8. La composición de la reivindicación 1, donde al menos un 10% en peso de la composición tiene una fracción de tamaño de partícula de 50 nm a 1 mm, o de 100 nm a 0,05 mm.

9. La composición de la reivindicación 1, donde R es un componente lipofílico de un grupo alquilo que contiene 10 o más átomos de carbono.