

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 642 353**

51 Int. Cl.:

B01F 17/00 (2006.01)

C08G 63/685 (2006.01)

C08G 63/91 (2006.01)

C09D 11/10 (2014.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.05.2012 PCT/US2012/036415**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.11.2012 WO12154515**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.05.2012 E 12721112 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.07.2017 EP 2704820**

54 Título: **Sal cuaternaria de poliéster y composiciones de la misma**

30 Prioridad:

06.05.2011 US 201161483280 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.11.2017

73 Titular/es:

**LUBRIZOL ADVANCED MATERIALS, INC.
(100.0%)**

**9911 Brecksville Road
Cleveland, OH 44141-3247, US**

72 Inventor/es:

**THETFORD, DEAN;
MORETON, DAVID, J.;
GREENFIELD, HANNAH y
JONES, JOANNE, L.**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 642 353 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

Sal cuaternaria de poliéster y composiciones de la misma

Campo de la invención

5 La invención se refiere a una composición que contiene un sólido en partículas, a un medio orgánico y a una sal de poliéster cuaternizada que comprende un producto obtenido/obtenible por reacción de (i) un poliéster que contiene un grupo amino terciario, y (ii) un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario, en el que el agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o mezclas de los mismos. La invención se refiere además al uso del producto como dispersante. La invención se refiere además al uso del dispersante en medios tales como tintas, bases de molturación, plásticos y pinturas.

Antecedentes de la invención

15 Muchas formulaciones tales como tintas, pinturas, bases de molturación y materiales plásticos requieren dispersantes eficaces para distribuir uniformemente un sólido en partículas en un medio orgánico. El medio orgánico puede variar desde un medio orgánico polar a un medio orgánico no polar. Los dispersantes que contienen grupos básicos terminales tales como cadenas de poli(alquilen inferior)imina son bien conocidos y generalmente se preparan por reacción de la poliimina con cadenas de poliéster que contienen grupos ácidos terminales, la reacción resulta en una mezcla de formas amida y sal. Sin embargo, muchos de estos dispersantes tienen un rendimiento limitado en lo referente a las propiedades de viscosidad y estabilidad, que, cuando se incorporan a tintas o pinturas de impresión, proporcionan a las tintas y a las pinturas características de flujo deficientes.

20 La patente US N° 5.000.792 divulga dispersantes de poliesteramina obtenibles haciendo reaccionar 2 partes de ácidos polihidroxicarboxílicos con 1 parte de dialquilentriamina.

La patente británica GB 1.373.660 divulga dispersantes de poliesteramina obtenibles por reacción de ácidos polihidroxicarboxílicos con diaminas, especialmente alquilendiaminas y sus sales.

25 La solicitud de patente europea EP 1 896 546 divulga una composición que comprende (i) un sólido en partículas; (ii) un medio orgánico; y (iii) una sal de un agente acilante sustituido con hidrocarbilo.

Sumario de la invención

30 La composición descrita en la presente memoria puede ser capaz de proporcionar al menos uno de entre mejor brillo, menor turbidez, mejor floculación, resistencia, mejor intensidad de color, mejores características de flujo y mayor estabilidad.

35 En una realización, la invención proporciona una composición que comprende un sólido en partículas, un medio orgánico (típicamente un líquido orgánico) y una sal de poliéster cuaternizada que comprende un producto obtenido/obtenible por reacción de (i) un poliéster que contiene un grupo amino terciario; y (ii) un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario, en el que el agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o mezclas de los mismos.

40 En una realización, la invención proporciona una composición de base de molturación que comprende un sólido en partículas, un medio orgánico (típicamente un líquido orgánico) y una sal de poliéster cuaternizada que comprende un producto obtenido/obtenible por reacción de (i) un poliéster que contiene un grupo amino terciario; y (ii) un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario, en el que el agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o mezclas de los mismos.

45 En una realización, la invención proporciona una composición de pintura o tinta que comprende un sólido en partículas, un líquido orgánico, un aglutinante y una sal de poliéster cuaternizada que comprende un producto obtenido/obtenible por reacción de (i) un poliéster que contiene un grupo amino terciario; y (ii) un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario, en el que el agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o mezclas de los mismos.

50 En la presente memoria, se divulga también el uso de una sal de poliéster cuaternizada que comprende un producto obtenido/obtenible por reacción de (i) un poliéster que contiene un grupo amino terciario; y (ii) un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario, en el que el agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o mezclas de los mismos como dispersante en la composición divulgada en la presente memoria.

La sal cuaternaria de poliéster puede tener un índice de acidez comprendido en el intervalo de 0 a 20, o de 0 a 15 mg KOH/g.

Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona una composición y un uso tal como se ha descrito anteriormente.

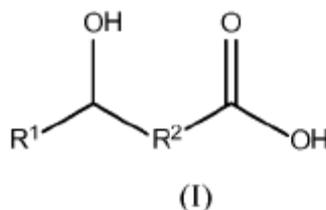
5 La sal de amonio cuaternario de poliéster

La sal cuaternaria de poliéster de la invención incluye sales de poliéster amina cuaternizadas. Los aditivos pueden describirse también como sales de poliéster cuaternarias. Los aditivos de la invención pueden describirse como el producto de reacción de: un poliéster que contiene un grupo amino terciario; y un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario. El agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o mezclas de los mismos.

El poliéster no cuaternizado

El poliéster que contiene un grupo amino terciario usado en la preparación de los aditivos de la invención puede describirse también como un poliéster no cuaternizado que contiene un grupo amino terciario.

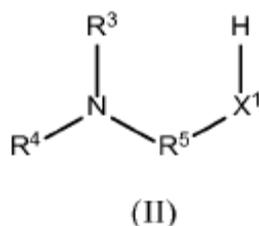
15 En algunas realizaciones, el poliéster puede ser el producto de reacción de un ácido carboxílico graso que contiene al menos un grupo hidroxilo y un compuesto que tiene un átomo de oxígeno o de nitrógeno capaz de condensarse con dicho ácido y que tiene además un grupo amino terciario. Los ácidos grasos carboxílicos adecuados que pueden usarse en la preparación de los poliésteres descritos anteriormente pueden representarse por la fórmula:



25 en la que R¹ puede ser un hidrógeno o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono y R² puede ser un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono. En algunas realizaciones, R¹ contiene de 1 a 12, de 2 a 10, de 4 a 8 o incluso 6 átomos de carbono, y R² contiene de 2 a 16, de 6 a 14, de 8 a 12 o incluso 10 átomos de carbono.

En algunas realizaciones, el ácido carboxílico graso usado en la preparación del poliéster puede ser ácido 12-hidroxiesteárico, ácido ricinoleico, ácido 12-hidroxi dodecanoico, ácido 5-hidroxi dodecanoico, ácido 5-hidroxi decanoico, ácido 4-hidroxi decanoico, ácido 10-hidroxi undecanoico o sus combinaciones.

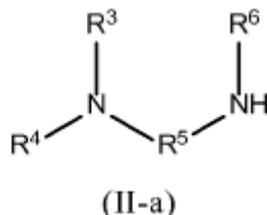
30 En algunas realizaciones, el compuesto que tiene un átomo de oxígeno o de nitrógeno capaz de condensarse con dicho ácido y que tiene además un grupo amino terciario puede representarse por la fórmula:



35 en la que R³ puede ser un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; R⁴ puede ser un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; R⁵ puede ser un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono; y X¹ puede ser O o NR⁶ en la que R⁶ puede ser un hidrógeno o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono. En algunas realizaciones, R³ contiene de 1 a 6, de 1 a 2 o incluso 1 átomo

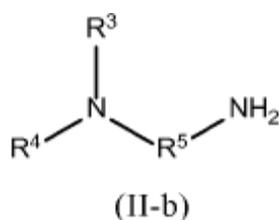
de carbono, R^4 contiene de 1 a 6, de 1 a 2 o incluso 1 átomo de carbono, R^5 contiene de 2 a 12, de 2 a 8 o incluso 3 átomos de carbono, y R^6 contiene de 1 a 8 o de 1 a 4 átomos de carbono. En algunas de estas realizaciones, la fórmula (II) se convierte en:

5



o

10



en las que todavía se aplican las diversas definiciones proporcionadas anteriormente.

15

Los ejemplos de compuestos que contienen nitrógeno u oxígeno capaces de condensarse con los agentes acilantes, que también tienen un grupo amino terciario, o compuestos que pueden alquilarse en dichos compuestos, incluyen pero no se limitan a: 1-aminopiperidina, 1-(2-aminoetil)piperidina, 1-(3-aminopropil)-2-pipecolina, 1-metil-(4-metilamino)piperidina, 4-(1-pirrolidinil)piperidina, 1-(2-aminoetil)pirrolidina, 2-(2-aminoetil)-1-metilpirrolidina, N,N-dietiletilendiamina, N,N-dimetiletilendiamina, N,N-dibutyletilendiamina, N,N-dietil-1,3-diaminopropano, N,N-dimetil-1,3-diaminopropano, N,N,N'-trimetiletilendiamina, N,N-dimetil-N'-etiletilendiamina, N,N-dietil-N'-metiletilendiamina, N,N,N'-trietiletilendiamina, 3-dimetilaminopropilamina, 3-dietilaminopropilamina, e-dibutilaminopropilamina, N,N,N'-trimetil-1,3-propandiamina, N,N,2,2-tetrametil-1,3-propandiamina, 2-amino-5-dietilaminopentano, N,N,N',N'-tetraetildietilentriamina, 3,3'-diamino-N-metildipropilamina, 3,3'-iminobis(N,N-dimetilpropilamina) o sus combinaciones. En dichas realizaciones, el aditivo resultante incluye una sal amida de amonio cuaternario, que contiene un grupo amida y una sal de amonio cuaternario.

25

Los compuestos que contienen nitrógeno u oxígeno pueden incluir además compuestos heterocíclicos sustituidos con aminoalquilo tales como 1-(3-aminopropil)imidazol y 4-(3-aminopropil)morfolina.

30

Otro tipo de compuestos que contienen nitrógeno u oxígeno, capaces de condensarse con el agente acilante y que tienen un grupo amino terciario, en algunas realizaciones después de una alquilación adicional, incluyen alcanolaminas que incluyen pero no se limitan a trietanolamina, N,N-dimetilaminopropanol, N,N-dietilaminopropanol, N,N-dietilaminobutanol, triisopropanolamina, 1-[2-hidroxi]piperidina, 2-[2-(dimetilamina)etoxi]-etanol, N-etildietanolamina, N-metildietanolamina, N-butildietanolamina, N,N-dietilaminoetanol, N,N-dimetilaminoetanol, 2-dimetilamino-2-metil-1-propanol. En realizaciones en las que se usan alcanolaminas y/o materiales similares, el aditivo resultante incluye una sal de éster de amonio cuaternario, que contiene un grupo éster y una sal de amonio cuaternario.

35

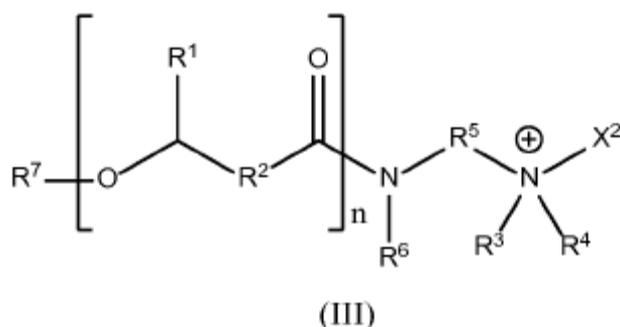
En una realización, el compuesto que contiene nitrógeno u oxígeno puede ser triisopropanolamina, 1-[2-hidroxi]piperidina, 2-[2-(dimetilamina)etoxi]-etanol, N-etildietanolamina, N-metildietanolamina, N-butildietanolamina, N,N-dietilaminoetanol, N,N-dimetilaminoetanol, 2-dimetilamino-2-metil-1-propanol o sus combinaciones.

40

En algunas realizaciones, el compuesto que tiene un átomo de oxígeno o de nitrógeno capaz de condensarse con dicho ácido y que tiene además un grupo amino terciario comprende N,N-dietiletilendiamina, N,N-dimetiletilendiamina, N,N-dibutyletilendiamina, N,N-dietil-1,3-diaminopropano, N,N-dietilaminoetanol, N,N-dietilaminoetanol o sus combinaciones. En una realización, el compuesto que tiene un átomo de oxígeno o de nitrógeno capaz de condensarse con dicho ácido y que tiene además un grupo amino terciario puede ser 3-dimetilaminopropilamina.

La sal de poliéster cuaternizada (puede ser una poliéster amida cuaternizada) (puede denominarse también sal de poliéster amino alquil). En dichas realizaciones, el poliéster que contiene un grupo amino terciario usado para preparar la sal de poliéster cuaternizada puede ser una poliéster amida que contiene un grupo amino terciario. En algunas de estas realizaciones, la amina o aminoalcohol puede hacerse reaccionar con un monómero y, a continuación, el material resultante puede polimerizarse con monómero adicional, resultando en la poliéster amida deseada que, a continuación, puede ser cuaternizada.

En algunas realizaciones, la sal de poliéster cuaternizada incluye un catión representado por la fórmula siguiente:



en la que R¹ puede ser un hidrógeno o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono y R² puede ser un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono; R³ puede ser un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; R⁴ puede ser un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; R⁵ puede ser un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono; R⁶ puede ser un hidrógeno o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; n puede ser un número de 1 a 10; R⁷ puede ser hidrógeno, un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 22 átomos de carbono, o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 22 átomos de carbono; y X² puede ser un grupo derivado a partir del agente de cuaternización. En algunas realizaciones, R⁶ puede ser hidrógeno.

Como anteriormente, en algunas realizaciones, R¹ contiene de 1 a 12, de 2 a 10, de 4 a 8 o incluso 6 átomos de carbono, y R² contiene de 2 a 16, de 6 a 14, de 8 a 12 o incluso 10 átomos de carbono, R³ contiene de 1 a 6, de 1 a 2 o incluso 1 átomo de carbono, R⁴ contiene de 1 a 6, de 1 a 2 o incluso 1 átomo de carbono, R⁵ contiene de 2 a 12, de 2 a 8 o incluso 3 átomos de carbono, y R⁶ contiene de 1 a 8, o de 1 a 4 átomos de carbono. En cualquiera de estas realizaciones, n puede ser de 2 a 9, o de 3 a 7, y R⁷ Puede contener de 6 a 22, o de 8 a 20 átomos de carbono.

En estas realizaciones, la sal de poliéster cuaternizada puede estar esencialmente cubierta con un ácido graso C1-22 o C8-20. Los ejemplos de ácidos adecuados incluyen ácido oleico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido erúrico, ácido láurico, ácido 2-etilhexanoico, ácido 9,11-linoleico, ácido 9,12-linoleico, ácido 9,12,15-linolénico, ácido abiético o sus combinaciones.

El peso molecular medio en número (Mn) de las sales de poliéster cuaternizadas de la invención puede ser de 500 a 3.000, o de 600 a 2.500.

El poliéster útil en la presente invención puede obtenerse/es obtenible calentando uno o más ácidos hidroxicarboxílicos o una mezcla del ácido hidroxicarboxílico y un ácido carboxílico, opcionalmente en presencia de un catalizador de esterificación. Los ácidos hidroxicarboxílicos pueden tener la fórmula HO-X-COOH en la que X puede ser un radical alifático divalente saturado o insaturado que contiene al menos 8 átomos de carbono y en la que hay al menos 4 átomos de carbono entre los grupos hidroxilo y ácido carboxílico, o a partir de una mezcla de dicho ácido hidroxicarboxílico y un ácido carboxílico que está libre de grupos hidroxilo. Esta reacción puede llevarse a cabo a una temperatura en la región de 160°C a 200°C, hasta que se obtenga el peso molecular deseado. El curso de la esterificación puede seguirse midiendo el índice de acidez del producto, teniendo el poliéster deseado, en algunas realizaciones, un índice de acidez comprendido en el intervalo de 10 a 100 mg KOH/g o en el intervalo de 18 a 50 mg KOH/g. El intervalo de índices de acidez indicado de 10 a 100 mg KOH/g es equivalente a un intervalo de peso molecular medio en número de 5.600 a 560. El agua formada en la reacción de esterificación puede retirarse del medio de reacción, y esto puede realizarse convenientemente haciendo pasar una corriente de nitrógeno sobre la mezcla de reacción o llevando a cabo la reacción en presencia de un disolvente, tal como tolueno o xileno, y destilando el agua a medida que se forma.

El poliéster puede hacerse reaccionar con amina o aminoalcohol de fórmula (II) a una temperatura comprendida en el intervalo de 110 a 200°C hasta que la poliéster amida o el poliéster deseados tengan un índice de acidez comprendido en el intervalo de 0 a 15 mg KOH/g.

A continuación, el poliéster resultante puede aislarse de una manera convencional; sin embargo, cuando la reacción se lleva a cabo en presencia de un disolvente orgánico cuya presencia no sería perjudicial en la aplicación subsiguiente, puede usarse la solución resultante del poliéster.

5 En dichos ácidos hidroxicarboxílicos, el radical representado por X puede contener de 12 a 20 átomos de carbono, opcionalmente en los que hay entre 8 y 14 átomos de carbono entre el ácido carboxílico y los grupos hidroxilo. En algunas realizaciones, el grupo hidroxilo puede ser un grupo hidroxilo secundario.

10 Los ejemplos específicos de dichos ácidos hidroxicarboxílicos incluyen ácido ricinoleico, una mezcla de ácidos 9- y 10-hidroxiesteáricos (obtenidos por sulfatación de ácido oleico seguido de hidrólisis) y ácido 12-hidroxiesteárico y especialmente el ácido graso de ricino hidrogenado disponible comercialmente que contiene, además de ácido 12-hidroxiesteárico, cantidades menores de ácido esteárico y ácido palmítico.

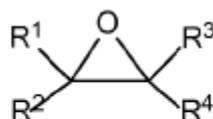
Los ácidos carboxílicos que pueden usarse junto con los ácidos hidroxicarboxílicos para obtener estos poliésteres son preferiblemente ácidos carboxílicos de compuestos alifáticos saturados o insaturados, particularmente ácidos alquil y alquénil carboxílicos que contienen una cadena de 8 a 20 átomos de carbono. Como ejemplos de dichos ácidos, pueden mencionarse ácido láurico, ácido palmítico, ácido esteárico y ácido oleico.

15 En una realización, el poliéster puede derivarse a partir de ácido 12-hidroxi-esteárico comercial que tiene un peso molecular promedio en número de aproximadamente 1600. Los poliésteres similares a este se describen más detalladamente en las solicitudes de patente UK N° 1.373.660 y 1.342.746.

El agente de cuaternización

20 La sal cuaternizada de la presente invención puede formarse cuando los compuestos no cuaternizados descritos anteriormente se hacen reaccionar con un agente de cuaternización. El agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o sus mezclas.

El epóxido de hidrocarbilo puede representarse por la fórmula siguiente, en combinación con un ácido:



25

(IV)

30 en la que R¹, R², R³ y R⁴ pueden ser independientemente H o un grupo hidrocarbilo contiene de 1 a 50 átomos de carbono. Los ejemplos de epóxidos de hidrocarbilo incluyen: óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de estireno y sus combinaciones. En una realización, el agente de cuaternización no contiene ningún óxido de estireno.

35 En algunas realizaciones, el ácido usado con el epóxido de hidrocarbilo puede ser un componente separado, tal como ácido acético. En otras realizaciones, por ejemplo, cuando el agente acilante hidrocarbilo puede ser un agente acilante dicarboxílico, no se necesita ningún componente ácido separado. En dichas realizaciones, la sal cuaternaria de poliéster puede prepararse combinando reactivos que están esencialmente libres de, o incluso libres de, un componente ácido separado, tal como ácido acético, y dependen por el contrario del grupo ácido del agente acilante de hidrocarbilo. En otras realizaciones, puede haber presente una pequeña cantidad de un componente ácido, pero < 0,2 o incluso < 0,1 moles de ácido por mol de agente acilante de carboxilo.

40 En algunas realizaciones, el agente de cuaternización de la invención no contiene ningún grupo sustituyente que contenga más de 20 átomos de carbono. En otras palabras, en algunas realizaciones, el grupo sustituyente largo que permite que el aditivo resultante sea soluble orgánicamente y, de esta manera, útil para los propósitos de la presente invención no es proporcionado por el agente de cuaternización, sino que es llevado al aditivo por el compuesto no cuaternizado descrito anteriormente.

45 La poliéster amida o el poliéster que tiene una funcionalidad amina se hace reaccionar con agente de cuaternización a una temperatura comprendida en el intervalo de 30°C a 100°C para producir una sal cuaternaria de poliéster con un índice de acidez comprendido en el intervalo de 0 a 15 mg KOH/g.

En ciertas realizaciones, la relación molar de la poliéster amida o el poliéster que tiene una funcionalidad amina a un agente de cuaternización para proporcionar la sal cuaternaria de poliéster puede ser de 1:0,1 a 2, o de 1:1 a 1,5, o de 1:1 a 1,3.

Aplicación industrial

5 En una realización, la sal cuaternaria de poliéster según se describe en la presente memoria es un adyuvante de procesamiento o dispersante.

El sólido en partículas presente en la composición puede ser cualquier material sólido inorgánico u orgánico.

Las partículas sólidas pueden ser un pigmento orgánico, un pigmento inorgánico, una carga orgánica, una carga inorgánica, un retardante de llama o sus mezclas.

10 La partícula sólida puede ser un pigmento inorgánico, una carga inorgánica, un retardante de llama, o mezclas de los mismos. En una realización, el sólido en partículas es un pigmento.

La partícula sólida puede ser un pigmento orgánico, una carga orgánica o sus mezclas.

15 En una realización, el sólido en partículas es un pigmento orgánico de cualquiera de las clases de pigmentos reconocidas descritas, por ejemplo, en Third Edition of the Colour Index (1971) y revisiones y suplementos posteriores de la misma, bajo el capítulo titulado "Pigments".

20 Los ejemplos de pigmentos orgánicos son aquellos de las series azo, disazo, trisazo, azo condensado, lacas azo, pigmentos de naftol, antrapirimidina, benzimidazolona, carbazol, dicetopirrolpirrol, flavantrona, pigmentos indigoides, isoindolinona, isoindolina, isoviolantrona, pigmentos de complejo metálico, oxazina, perileno, perinona, pirantrona, pirazoloquinazolona, quinoftalona, pigmentos de triarilcarbonio, trifendioxazina, xanteno, tioindigo, indantrona, isoindantrona, anantrona, antraquinona, isodibenzantona, trifendioxazina, quinacridona y ftalocianina, especialmente ftalocianina de cobre y sus derivados halogenados nucleares, así como lacas de ácido, y tintes mordientes, y negro de humo. El negro de humo, aunque estrictamente inorgánico, se comporta más como un pigmento orgánico en lo referente a sus propiedades dispersantes. En una realización, los pigmentos orgánicos son ftalocianinas, especialmente ftalocianinas de cobre, monoazos, disazos, indantronas, antrantronas, quinacridonas, dicetopirrolpirroles, perilenos y negro de humo.

30 Los sólidos inorgánicos incluyen: diluyentes y cargas tales como talco, caolín, montmorillonitas incluyendo bentonitas, hectoritas y saponitas, mica, sílice, baritas y carbonato de calcio, cargas retardantes de llama tales como trihidrato de alúmina, hidróxido de magnesio natural; o brucita, materiales cerámicos en partículas tales como alúmina, sílice, circonia, titania, nitruro de silicio, nitruro de boro, carburo de silicio, carburo de boro, nitruros mixtos de silicio y aluminio y titanatos metálicos; materiales magnéticos en partículas tales como los óxidos magnéticos de metales de transición, especialmente hierro y cromo, por ejemplo, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Fe_3O_4 , óxidos de hierro dopados con cobalto, óxido de calcio, ferritas, especialmente ferritas de bario; y partículas metálicas, especialmente hierro metálico, níquel, cobalto, cobre y sus aleaciones. Los retardantes de llama pueden incluir también éter de pentabromodifenilo, éter de octabromodifenilo, éter de decabromodifenilo, hexabromociclododecano, polifosfato de amonio, melamina, cianurato de melamina, óxido de antimonio 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 "Industrial Microbial Agents" en Kirk-Othmer's Encyclopedia of Chemical Technology, Volumen 13, 1981, 3ª edición.

40 Los ejemplos de otros pigmentos inorgánicos incluyen óxidos metálicos tales como dióxido de titanio, dióxido de titanio rutilo y dióxido de titanio revestido superficialmente, óxidos de titanio de diferentes colores tales como amarillo y negro, óxidos de hierro de diferentes colores tales como amarillo, rojo, marrón y negro, óxidos de circonio, óxido de aluminio, compuestos oximetálicos tales como vanadato de bismuto, aluminato de cobalto, estanato de cobalto, zincato de cobalto, cromato de zinc y óxidos metálicos mixtos de manganeso, níquel, titanio, cromo, antimonio, magnesio, cobalto, hierro y aluminio, azul prusiano, bermellón, azul ultramar, fosfato de zinc, sulfuro de zinc, molibdatos y cromatos de calcio y zinc, pigmentos de efecto metálico tales como escamas de aluminio, cobre y aleación de cobre/zinc, escamas nacaradas como carbonato de plomo y oxiclورو de bismuto.

45 El medio orgánico presente en la composición de la invención en una realización es un material plástico y en otra realización un líquido orgánico. El líquido orgánico puede ser un líquido orgánico no polar o polar. El término "polar" en relación con el líquido orgánico, quiere decir que un líquido orgánico es capaz de formar enlaces moderados a fuertes tal como se describe en el artículo titulado "A Three Dimensional Approach to Solubility" de Crowley et al., en Journal of Paint Technology, Vol. 38, 1966, en la página 269. Dichos líquidos orgánicos tienen generalmente un número de enlaces de hidrógeno de 5 o más como se define en el artículo mencionado anteriormente.

En una realización, los líquidos orgánicos polares son dialquilcetonas, ésteres alquílicos de ácidos alcanocarboxílicos y alcoholes, especialmente aquellos líquidos que contienen hasta, e incluyen, un total de 6 átomos de carbono. Como ejemplos de los líquidos orgánicos polares se incluyen dialquil y cicloalquil cetonas, tales como acetona, metil etil cetona, dietil cetona, diisopropil cetona, metil isobutil cetona, diisobutil cetona, metil isoamil cetona, metil n-amil cetona y ciclohexanona; ésteres alquílicos tales como acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de isopropilo, acetato de butilo, formiato de etilo, propionato de metilo, acetato de metoxi propilo y butirato de etilo; glicoles y ésteres y éteres de glicol, tales como etilenglicol, 2-etoxietanol, 3-metoxipropilpropanol, 3-etoxipropilpropanol, acetato de 2-butoxietilo, acetato de 3-metoxipropilo, acetato de 3-etoxipropilo y acetato de 2-etoxietilo; alcoholes tales como metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol e isobutanol (conocido también como 2-metilpropanol), terpineol y dialquilo y éteres cíclicos tales como éter dietílico y tetrahidrofurano. En una realización, los disolventes son alcoholes, ácidos alcanocarboxílicos y ésteres de ácidos alcanocarboxílicos. En una realización, la presente invención es adecuada para líquidos orgánicos que son sustancialmente no solubles en un medio acuoso. Además, una persona con conocimientos en la materia apreciará que pequeñas cantidades de un medio acuoso (tal como agua, glicoles, éteres de glicol, ésteres de glicol y alcoholes) pueden estar presentes en los líquidos orgánicos siempre que el líquido orgánico global sea sustancialmente no soluble en un medio acuoso.

Los ejemplos de líquidos orgánicos, que pueden usarse como líquidos orgánicos polares, son resinas formadoras de película, tales como las que son adecuadas para la preparación de tintas, pinturas y virutas para uso en diversas aplicaciones tales como pinturas y tintas. Los ejemplos de dichas resinas incluyen poliamidas, tales como Versamid™ y Wolfamid™, y éteres de celulosa, tales como etilcelulosa y etil hidroxietilcelulosa, nitrocelulosa y resinas de acetato butirato de celulosa, incluyendo sus mezclas. Los ejemplos de resinas de pintura incluyen alquídicos de aceite de cadena corta/melamina-formaldehído, poliéster/melamina-formaldehído, acrílico termoendurecible/melamina-formaldehído, alquídico de aceite de cadena larga, alquídico de aceite de cadena medio, alquídico de aceite de cadena corta, polioles de poliéster y resinas de múltiples materiales tales como acrílico y urea/aldehído.

En una realización, los líquidos orgánicos no polares son compuestos que contienen grupos alifáticos, grupos aromáticos o sus mezclas. Los líquidos orgánicos no polares incluyen hidrocarburos aromáticos no halogenados (por ejemplo, tolueno y xileno), hidrocarburos aromáticos halogenados (por ejemplo clorobenceno, diclorobenceno, clorotolueno), hidrocarburos alifáticos no halogenados (por ejemplo, hidrocarburos alifáticos lineales y ramificados que contienen seis o más átomos de carbono tanto completa como parcialmente saturados), hidrocarburos alifáticos halogenados (por ejemplo, diclorometano, tetracloruro de carbono, cloroformo, tricloroetano) y compuestos orgánicos no polares naturales (por ejemplo, aceite vegetal, aceite de girasol, aceite de colza, aceite de linaza, terpenos y glicéridos).

En una realización, el líquido orgánico comprende al menos el 0,1% en peso, o el 1% en peso o más de un líquido orgánico polar basado en el líquido orgánico total.

Si se desea, las composiciones que contienen un líquido orgánico pueden contener otros ingredientes, por ejemplo, resinas (cuando estas no constituyan ya el medio orgánico), aglutinantes, co-disolventes, agentes reticulantes, agentes fluidificantes, agentes humectantes, agentes anti-sedimentación, plastificantes, tensioactivos, dispersantes distintos del compuesto de la presente invención, humectantes, anti-espumantes, agentes anti-cráteres, modificadores de reología, estabilizantes térmicos, estabilizantes de luz, absorbentes de rayos UV, antioxidantes, agentes de nivelación, modificadores del brillo, biocidas y conservantes.

El compuesto de la presente invención (la sal de poliéster cuaternizada) puede usarse en combinación con un agente fluidificante. El agente fluidificante puede describirse como un ácido coloreado o un derivado de pigmento. La expresión "ácido coloreado" se refiere a un pigmento o colorante orgánico que contiene al menos un grupo ácido o grupos ácidos (típicamente, de uno a seis). Los grupos ácidos pueden incluir grupos ácido sulfónico, fosfónico o carboxílico. Es conveniente usar una forma ácida del pigmento orgánico o una versión de sal de amonio cuaternizada.

Las composiciones que contienen un líquido orgánico pueden prepararse mediante cualquiera de los métodos convencionales conocidos para la preparación de dispersiones. De esta manera, el sólido, el medio orgánico o acuoso y el dispersante pueden mezclarse en cualquier orden, sometiendo a continuación la mezcla a un tratamiento mecánico para reducir las partículas del sólido a un tamaño apropiado, por ejemplo, mediante mezclado a alta velocidad, molturación con bolas, molturación de canasta, molturación de bolas, molturación de grava, molturación con arena, molturación con Attritor, molturación de dos rodillos o tres rodillos, molturación de plástico hasta que se forma la dispersión. De manera alternativa, el sólido puede ser tratado para reducir su tamaño de partícula independientemente o en una mezcla con el medio orgánico o con el dispersante, añadiéndose a continuación el otro ingrediente o los otros ingredientes y agitando la mezcla para proporcionar la composición. La composición puede prepararse también moliendo o molturando el sólido seco con el dispersante y

a continuación añadiendo el medio líquido o mezclando el sólido con el dispersante en un medio líquido en un procedimiento de lavado de pigmento.

La composición de la presente invención es particularmente adecuada para dispersiones líquidas. En una realización, dichas composiciones de dispersión comprenden:

- 5 (a) de 0,5 a 30 partes de un sólido en partículas;
- (b) de 0,5 a 30 partes de un compuesto de Fórmula (1); y
- (c) de 40 a 99 partes de un líquido orgánico y/o agua; en la que todas las partes relativas son en peso y las cantidades (a) + (b) + (c) = 100.

10 En una realización, el componente a) comprende de 0,5 a 30 partes de un pigmento y dichas dispersiones son útiles como tintas, pinturas y bases de molturación (líquidas).

Si se requiere una composición que comprende un sólido en partículas y un dispersante de una sal cuaternaria de poliéster de la invención en forma seca, el líquido orgánico es típicamente volátil de manera que pueda ser eliminado fácilmente del sólido en partículas por unos medios de separación simples tal como evaporación. En una realización, la composición comprende el líquido orgánico.

15 Si la composición seca consiste esencialmente en el dispersante de Fórmula (1) y el sólido en partículas, típicamente contiene al menos el 0,2%, al menos el 0,5% o al menos el 1,0% de dispersante de una sal cuaternaria de poliéster de la invención basada en el peso del sólido en partículas. 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 una sal cuaternaria de poliéster de la invención basada en el peso del sólido en partículas.

20 Tal como se ha descrito anteriormente, las composiciones de la invención son adecuadas para preparar bases de molturación en las que el sólido en partículas es molido en un líquido orgánico en presencia de un compuesto para la sal cuaternaria de poliéster de la invención.

De esta manera, según un aspecto adicional de la invención, se proporciona una base de molturación que comprende un sólido en partículas, un líquido orgánico y una sal cuaternaria de poliéster de la invención.

25 Típicamente, la base de molturación contiene del 20 al 70% en peso de sólido en partículas basado en el peso total de la base de molturación. En una realización, el sólido en partículas no es menor del 10 o no menor del 20% en peso de la base de molturación. Dichas bases de molturación pueden contener opcionalmente un aglutinante añadido antes o después de la molturación.

El aglutinante es un material polimérico capaz de aglutinar la composición al volatilizar el líquido orgánico.

30 Los aglutinantes son materiales poliméricos incluyendo materiales naturales y sintéticos. En una realización, los aglutinantes incluyen poli(met)acrilatos, poliestirenos, poliésteres, poliuretanos, alquídicos, polisacáridos tales como celulosa, y proteínas naturales tales como caseína. En una realización, el aglutinante está presente en la composición en más del 100% en base a la cantidad de sólido en partículas, más del 200%, más del 300% o más del 400%.

35 La cantidad de aglutinante opcional en la base de molturación puede variar en amplios límites, pero típicamente no es menor del 10% y, frecuentemente, no menor del 20% en peso de la fase continua/líquida de la base de molturación. En una realización, la cantidad de aglutinante no es mayor del 50% o no mayor del 40% en peso de la fase continua/líquida de la base de molturación.

40 La cantidad de dispersante en la base de molturación depende de la cantidad de sólido en partículas, pero es típicamente del 0,5 al 5% en peso de la base de molturación.

Las dispersiones y las bases de molturación preparadas a partir de la composición de la invención son particularmente adecuadas para su uso en formulaciones acuosas, no acuosas y libres de disolventes en las que sistemas de curables mediante aplicación energía (luz ultravioleta, luz láser, infrarrojos, catiónico, haz de electrones, microondas) se emplean con monómeros, oligómeros, etc., o una combinación presente en la formulación. Son particularmente adecuadas para su uso en revestimientos tales como pinturas, barnices, tintas, otros materiales de revestimiento y plásticos. Los ejemplos adecuados incluyen su uso en pinturas de baja, media y alta concentración de sólidos, pinturas industriales generales, incluyendo pinturas para cocción, pinturas de 2 componentes y de revestimiento metálico tales como revestimiento de bobinas y latas, revestimiento en polvo, revestimiento curable por UV, barnices para madera; tintas tales como tintas flexográficas, de huecograbado,

offset, litográficas, de tipografía o de relieve, de serigrafía y de impresión para impresión de envases, tintas para impresión sin impacto tales como tintas de chorro de tinta, tintas para impresoras de chorro de tinta y barnices de impresión tales como barnices de sobreimpresión; dispersiones de poliol y plastisol; procedimientos cerámicos no acuosos, especialmente procedimientos de moldeo por película, moldeo en gel, rasqueta, extrusión y moldeo por inyección, un ejemplo adicional sería en la preparación de polvos cerámicos secos para prensado isostático; compuestos tales como composiciones de moldeo suministradas en lámina y de moldeo a granel, moldeo por transferencia de resina, pultrusión, procedimientos de laminado manual y laminado por pulverización, moldeo con contramolde; materiales de construcción tales como resinas de moldeo, productos cosméticos, productos de cuidado personal tales como revestimiento de uñas, filtros solares, adhesivos, tóners, materiales plásticos y materiales electrónicos tales como formulaciones de revestimiento para sistemas de filtros de color en pantallas que incluyen dispositivos OLED, pantallas de cristal líquido y pantallas electroforéticas, revestimiento de vidrio incluyendo revestimiento de fibra óptica, revestimiento reflectante o revestimiento antirreflectante, tintas conductoras y magnéticas y revestimientos. Son útiles en la modificación superficial de pigmentos y cargas para mejorar la dispersabilidad de polvos secos usados en las aplicaciones anteriores. Ejemplos adicionales de materiales de revestimiento se proporcionan en Bodo Muller, Ulrich Poth, Lackformulierung und Lackrezeptur, Lehrbuch für Ausbildung und Praxis, Vincentz Verlag, Hanover (2003) y en P. G. Garrat, Strahlenhartung, Vincentz Verlag, Hanover (1996). Los ejemplos de formulaciones de tintas de impresión se proporcionan en E. W. Flick, Printing Ink and Overprint Varnish Formulations - Recent Developments, Noyes Publications, Park Ridge NJ, (1990) y ediciones posteriores.

Los ejemplos siguientes proporcionan ilustraciones de la invención.

Ejemplos

Dispersante 1: El ácido 12-hidroxiesteárico (6 eq.) se calienta a 110°C y se añade dimetilaminopropilamina (1 equivalente). La reacción se calienta a 130°C y se mantiene durante 4 horas. A continuación, la reacción se enfría a 100°C y se carga butóxido de circonio (0,57% en peso). La reacción se calienta a 195°C y se mantiene durante 12 horas. El producto resultante, una amina de poliéster no cuaternizada, se enfría y se descarga.

La amina de poliéster no cuaternizada (550 g, 0,283 moles) (puede denominarse también amida de poliéster aminoalquilo) y metanol (117,8 g, 3,68 moles) se cargan en un matraz de fondo redondo de 1 litro. El matraz está equipado con un recipiente de reacción equipado con agitador, condensador, línea de nitrógeno y sistema de manguito/termopar/controlador de temperatura. El matraz se calienta a 55°C con agitación (180 rpm). Después de 10 minutos de mantenimiento a 55°C, se carga ácido acético (16,98 g, 0,283 moles) en el matraz. A continuación, se añade óxido de propileno (29,71 ml, 0,42 moles) por debajo de la superficie mediante una bomba de jeringa durante 3 horas y 40 minutos y la reacción se mantiene durante 20 horas. A continuación, el producto resultante se destila en vacío y el metanol se elimina en vacío a 80°C durante un periodo de 6 horas. El producto resultante, es una sal de poliéster amida cuaternizada, se enfría y se recogen 543 g. El material recogido tiene un TAN de 6,08 mg KOH/g, un TBN de 28,25 mg KOH/g, una viscosidad cinemática a 100°C de 240,7 mm²/s (medida por ASTM D445), un pico de acetato determinado por IR en 1.574 cm⁻¹, y es 1,22% de nitrógeno.

Dispersante 2: Una poliéster amida no cuaternizada (puede denominarse también poliéster aminoalquil amida) se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema de termopar/controlador de temperatura, 6 moles de ácido ricinoleico y 1 mol de dimetilaminopropilamina, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 130°C y se mantiene durante aproximadamente 4 horas. La mezcla de reacción se enfría a continuación a aproximadamente 100°C y se añade butóxido de circonio, en una cantidad tal que el catalizador constituya el 0,57 por ciento en peso de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se calienta a aproximadamente 195°C y se mantiene durante aproximadamente 12 horas. El producto resultante se enfría y se recoge.

Una sal de poliéster amida cuaternizada se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción encamisado equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema termopar/controlador de temperatura, 511,7 g de la poliéster amida no cuaternizada preparada anteriormente, 179 g de metanol, 18,1 g de ácido acético y 28,2 ml de óxido de propileno, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 55°C y el óxido de propileno se alimenta al recipiente de reacción durante aproximadamente 17 horas. Se añaden 184,5 g de aceite diluyente. Se enfrían y se recogen 902,6 g de producto. El contenido del matraz se destila en vacío a 70°C durante 2 horas hasta que se elimina el metanol. Se añaden 181,6 g de aceite diluyente. Los análisis TAN y TBN confirman aproximadamente el 45% en peso de sal de poliéster amida cuaternizada, siendo el material restante principalmente poliéster amida no cuaternizada. El

material recogido tiene un TAN de 9,19 mg KOH/g, un TBN de 16,77 mg KOH/g, una viscosidad cinemática a 100°C de 57,31 mm²/s (medida por ASTM D445) y 0,91% de nitrógeno.

5 Dispersante 3: Una poliéster amida no cuaternizada (puede denominarse también poliéster aminoalquil amida) se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema termopar/controlador de temperatura, 6 moles de ácido 12-hidroxiesteárico y 1 mol de dimetilaminopropilamina, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 130°C y se mantiene durante aproximadamente 4 horas. A continuación, la mezcla de reacción se enfría a aproximadamente 100°C y se añade butóxido de circonio, en una cantidad tal que el catalizador constituya el 0,57 por ciento en peso de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se calienta a 10 aproximadamente 195°C y se mantiene durante aproximadamente 12 horas. El producto resultante se enfría y se recoge.

15 Una sal de poliéster amida cuaternizada se prepara haciendo reaccionar 511,7 g de la poliéster amida no cuaternizada preparada anteriormente, en un recipiente de reacción revestido equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema termopar/controlador de temperatura, 179 g de metanol, 18,1 g de ácido acético y 28,2 ml de óxido de propileno, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 55°C y el óxido de propileno se alimenta al recipiente de reacción durante aproximadamente 17 horas. Se añaden 184,5 g de aceite diluyente. Se enfrían y se recogen 902,6 g de producto. El contenido del matraz se destila en vacío a 70°C durante 2 horas hasta que se elimina el metanol. Se añaden 20 181,6 g de aceite diluyente. A continuación, de los 902,6 g, 645,3 g se colocan en un recipiente de reacción con 111,3 g de ácido alquilsulfónico C₂₀₋₂₄. La reacción se calienta a 60°C y se mantiene durante 2 horas. El contenido del matraz se destila en vacío a entre 60°C y 100°C durante 2 horas hasta que se eliminan el metanol y el ácido acético. Los análisis TAN y TBN confirman aproximadamente el 100% en peso de sal de poliéster amida cuaternizada, siendo el material restante principalmente poliéster amida no cuaternizada. El material recogido tiene un TAN de 13,59 mg KOH/g, un TBN de 0 mg KOH/g, una viscosidad cinemática a 100°C de 90,32 mm²/s (medida por ASTM D445) y 0,81% de nitrógeno.

25 Dispersante 4: Una poliéster amida no cuaternizada (puede denominarse también poliéster aminoalquil amida) se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema termopar/controlador de temperatura, 6 moles de ácido 12-hidroxiesteárico y 1 mol de dimetilaminopropilamina, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 130°C y se mantiene durante aproximadamente 4 horas. A continuación, la mezcla de reacción se enfría a aproximadamente 100°C y se añade butóxido de circonio, en una cantidad tal que el catalizador constituya el 0,57 por ciento en peso de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se calienta a 30 aproximadamente 195°C y se mantiene durante aproximadamente 12 horas. El producto resultante se enfría y se recoge.

35 Una sal de poliéster amida cuaternizada se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema de termopar/controlador de temperatura, 528,6 g de la poliéster amida no cuaternizada preparada anteriormente, 120 g de metanol, 16,3 g de ácido acético y 46,3 ml de óxido de estireno, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 55°C y el óxido de propileno se alimenta al recipiente de reacción durante aproximadamente 17 horas. Se añaden 186 g de aceite diluyente. El contenido del matraz se destila en vacío a entre 55°C y 100°C durante 2 horas hasta que se elimina el metanol. Se enfrían y se recogen 765 g de producto. Los análisis TAN y TBN confirman aproximadamente el 97% en peso de sal de poliéster amida cuaternizada, siendo el material restante principalmente poliéster amida no cuaternizada. El material recogido tiene un TAN de 0,51 mg KOH/g, un TBN de 20,08 mg KOH/g, una viscosidad cinemática a 100°C de 245 mm²/s (medida por ASTM D445), y 1,06% en peso de nitrógeno.

45 Dispersante 5: Una poliéster amida no cuaternizada (puede denominarse también poliéster aminoalquil amida) se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema termopar/controlador de temperatura, 6 moles de ácido 12-hidroxiesteárico y 1 mol de dimetilaminopropilamina, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 130°C y se mantiene durante aproximadamente 4 horas. A continuación, la mezcla de reacción se enfría a aproximadamente 100°C y se añade butóxido de circonio, en una cantidad tal que el catalizador constituya el 0,57 por ciento en peso de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se calienta a 50 aproximadamente 195°C y se mantiene durante aproximadamente 12 horas. El producto resultante se enfría y se recoge.

Una sal de poliéster amida cuaternizada se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema de termopar/controlador de temperatura, 528,6 g de la poliéster amida no cuaternizada preparada anteriormente, 120 g de metanol, 16,3 g de ácido acético y 46,3 ml de óxido de estireno, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 55°C y el óxido de estireno se alimenta al recipiente de reacción durante aproximadamente 17 horas. Se añaden 186 g de aceite diluyente. El contenido del matraz se destila en vacío a entre 55°C y 100°C durante 2 horas hasta que se elimina el metanol. Se enfrían y se recogen 765 g de producto. De los 765 g, 468,5 g se colocan en un recipiente de reacción con 88,6 g de ácido alquilsulfónico C₂₀₋₂₄ y el recipiente se calienta a 60°C y se mantiene durante 2 horas. El contenido del matraz se destila en vacío a entre 60°C y 100°C durante 2 horas hasta que se elimina el ácido acético. Los análisis TAN, FTIR y ESI-MS confirman aproximadamente el 78% en peso de sal de poliéster amida cuaternizada, siendo el material restante principalmente poliéster amida no cuaternizada. El material recogido tiene un TAN de 5,62 mg KOH/g, un TBN de 25,87 mg KOH/g, una viscosidad cinemática a 100°C de 90,9 mm²/s (medida por ASTM D445), y 0,73% en peso de nitrógeno.

Dispersante 6: Una poliéster amida no cuaternizada (puede denominarse también poliéster aminoalquil amida) se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, línea de nitrógeno y sistema termopar/controlador de temperatura, 6 moles de ácido 12-hidroxiesteárico y 1 mol de dimetilaminopropilamina, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 130°C y se mantiene durante aproximadamente 4 horas. A continuación, la mezcla de reacción se enfría a aproximadamente 100°C y se añade butóxido de circonio, en una cantidad tal que el catalizador constituya el 0,57 por ciento en peso de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se calienta a aproximadamente 195°C y se mantiene durante aproximadamente 12 horas. El producto resultante se enfría y se recoge.

Una sal de poliéster amida cuaternizada se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, una línea de nitrógeno y un sistema termopar/controlador de temperatura, 600 g de poliéster amida no cuaternizada preparada anteriormente, 120 g de 2-etilhexanol, 18,5 g de ácido acético y 32,3 ml de óxido de propileno, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 90°C y el óxido de propileno se alimenta al recipiente de reacción durante aproximadamente 3,5 horas. A continuación, la mezcla de reacción se mantiene a temperatura durante aproximadamente 3 horas. Se enfrían y se recogen 760 g de producto, cuyos análisis TAN, FTIR y ESI-MS confirman que es aproximadamente el 80% en peso de sal de poliéster amida cuaternizada, siendo el material restante principalmente poliéster amida no cuaternizada. El material recogido tiene un TAN de 1,26 mg KOH/g, un TBN de 23,82 mg KOH/g, una viscosidad cinemática a 100°C de 28,58 mm²/s (medida por ASTM D445), un pico de acetato determinado por IR en 1.574 cm⁻¹, y es el 1,22% de nitrógeno.

Dispersante 7: Una poliéster amida no cuaternizada (puede denominarse también poliéster aminoalquil amida) se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, una línea de nitrógeno y un sistema de termopar/controlador de temperatura, 1.300 g de ácido ricinoleico y 73,5 g de dimetilaminopropilamina, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 130°C, la amina se añade gota a gota durante aproximadamente 8 minutos y la mezcla de reacción se mantiene durante aproximadamente 4 horas. A continuación, la mezcla de reacción se enfría a aproximadamente 100°C y se añaden 7,8 g de butóxido de circonio. La mezcla de reacción se calienta a aproximadamente 195°C y se mantiene durante aproximadamente 17 horas. El producto resultante se filtra, se enfría y se recoge. Se recogen 1.301 g de producto que tiene un TAN de 0 mg KOH/g y muestra por IR un pico de éster en 1.732 cm⁻¹, un pico de amida en 1.654 cm⁻¹, pero ningún pico de ácido en 1.700 cm⁻¹.

Una sal de poliéster amida cuaternizada se prepara haciendo reaccionar, en un recipiente de reacción con camisa equipado con agitador, condensador, bomba de alimentación fijada a una tubería de adición sub-línea, una línea de nitrógeno y un sistema termopar/controlador de temperatura, 600 g de poliéster amida no cuaternizada preparada anteriormente, 123 g de 2-etilhexanol, 18,9 g de ácido acético y 33,1 ml de óxido de propileno, donde la reacción se lleva a cabo a aproximadamente 90°C y el óxido de propileno se alimenta al recipiente de reacción durante aproximadamente 3,5 horas. A continuación, la mezcla de reacción se mantiene a temperatura durante aproximadamente 3 horas. Se enfrían y se recogen 751 g de producto, cuyos análisis TAN, FTIR y ESI-MS confirman que es aproximadamente el 70% en peso de sal de poliéster amida cuaternizada, siendo el material restante principalmente poliéster amida no cuaternizada. El material recogido tiene un TAN de 0 mg KOH/g, un TBN de 23,14 mg KOH/g, una viscosidad cinemática a 100°C de 47,0 mm²/s (medida por ASTM D445), un pico de acetato determinado por IR en 1.574 cm⁻¹.

Dispersante 8: El ácido 12-hidroxiesteárico (6 eq) se calienta a 110°C y se añade dimetilaminopropilamina (1 equivalente). La reacción se calienta a 130°C y se mantiene durante 4 horas. A continuación, la reacción se enfría

a 100°C y se carga un butóxido de circonio (0,57% en peso). La reacción se calienta a 195°C y se mantiene durante 12 horas. El producto resultante, una poliéster amina no cuaternizada, se enfría y se descarga.

La poliesteramina no cuaternizada (614,3 g) (puede denominarse también poliéster aminoalquil amida) y metanol (117,8 g, 3,68 mol) se cargan en un matraz de fondo redondo de 1 litro. El matraz está equipado con un recipiente de reacción equipado con agitador, condensador, línea de nitrógeno y sistema de manguito/termopar/controlador de temperatura. El matraz se calienta a 75°C con agitación (280 rpm). Después de 10 minutos de mantenimiento a 75°C, se cargan ácido acético (18,9 g) y agua (5,7 g) en el matraz. A continuación, se añade óxido de propileno (33 ml) por debajo de la superficie mediante una bomba de jeringa durante 3 horas y la reacción se mantiene durante 4 horas. A continuación, el producto resultante se destila en vacío y el metanol se elimina bajo vacío a 80°C durante un periodo de 6 horas. El producto resultante es una sal de poliéster amida cuaternizada, se enfría y se recogen 543 g. El material recogido tiene un TAN de 13,6 mg KOH/g, un TBN de 27,27 mg KOH/g, una viscosidad cinemática a 100°C de 209,0 mm²/s (medida por ASTM D445), un pico de acetato determinado por IR en 1.574 cm⁻¹, y es el 1,36% de nitrógeno.

CE1 es un dispersante comparativo basado en el Ejemplo 2 del documento GB 1 373 660.

CE2 es un dispersante comparativo basado en el Ejemplo 5 del documento US 4.224.212.

Ensayo de evaluación de dispersante 1: Se preparan una serie de bases de molturación azules utilizando los Dispersantes 1 a 8, CE1 y CE2. Las bases de molturación se preparan disolviendo un dispersante 1 a 8 (o CE1 o CE2) (0,55 g) en una mezcla disolvente de 6,5 g de tolueno. Perlas de vidrio (3 mm, 17 partes) y Monastral Blue BG (de Heubach, Pigment Blue 2,8 g), se añaden 0,15 g de Solsperse® 5000 (un agente fluidificante) y la mezcla se agita en un agitador horizontal durante 16 horas. A continuación, las dispersiones resultantes se evaluaron para determinar la fluidez usando una escala arbitraria de A a E (de buena a mala). Los grados de molturación obtenidos para el Dispersante 1 a 7 se muestran a continuación. El Ejemplo Comparativo es una base de molturación que no contiene dispersante y tiene un grado de molturación E.

Ejemplo de dispersante	Valoración
1	A
2	A
3	A/B
4	A
5	A/B
6	A/B
7	A/B
8	A
CE1	B/C
CE2	C

En general, los datos obtenidos a partir de los ensayos indican que las composiciones de la invención pueden ser capaces de proporcionar al menos uno de brillo mejorado, una menor turbidez, una mejor floculación, resistencia, mejor intensidad de color, mejores características de flujo y mayor estabilidad.

Excepto en los Ejemplos, o cuando se indique explícitamente lo contrario, todas las cantidades numéricas en la presente descripción que especifican cantidades de materiales, condiciones de reacción, pesos moleculares, número de átomos de carbono y similares, deben entenderse como modificadas por la palabra "aproximadamente". A menos que se indique lo contrario, cada producto químico o composición a la que se hace referencia en la presente memoria debería interpretarse como un material de calidad comercial que puede contener los isómeros, subproductos, derivados y otros materiales de este tipo que normalmente se entiende que están presentes en el grado comercial. Sin embargo, la cantidad de cada componente químico se presenta excluyendo cualquier disolvente o aceite diluyente, que puede estar presente habitualmente en el material comercial, a menos que se indique lo contrario. Debe entenderse que la cantidad superior e inferior, el intervalo y los límites de relación

establecidos en la presente memoria pueden combinarse de manera independiente. De manera similar, los intervalos y las cantidades para cada elemento de la invención pueden ser usados junto con los intervalos o las cantidades para cualquiera de los otros elementos.

REIVINDICACIONES

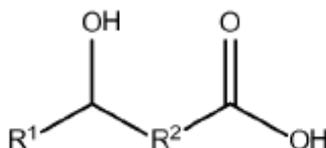
1. Una composición que comprende un sólido en partículas; un medio orgánico; y una sal de poliéster cuaternizada que comprende un producto obtenido/obtenible haciendo reaccionar (i) un poliéster que contiene un grupo amino terciario; y (ii) un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario, en el que el agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o sus mezclas.

5

2. Composición según la reivindicación 1, en la que el poliéster comprende el producto de reacción de un ácido carboxílico graso que contiene al menos un grupo hidroxilo y un compuesto que tiene un átomo de oxígeno o de nitrógeno capaz de condensarse con dicho ácido y que tiene además un grupo amino terciario.

3. Composición según la reivindicación 2, en la que el ácido graso carboxílico está representado por la fórmula:

10

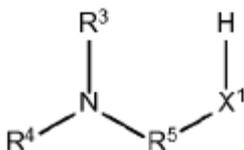


15

en la que R¹ es un hidrógeno o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono y R² es un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono; y

en el que el compuesto que tiene un átomo de oxígeno o de nitrógeno capaz de condensarse con dicho ácido y que tiene además un grupo amino terciario está representado por la fórmula:

20



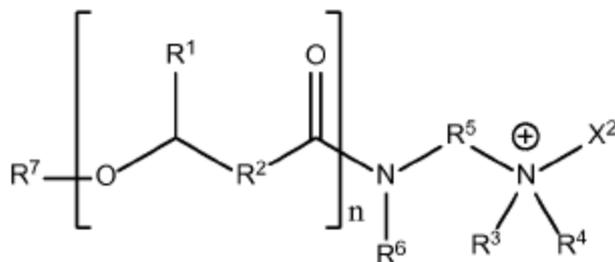
en la que R³ es un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; R⁴ es un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; R⁵ es un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono; y X¹ es O o NR⁶ en la que R⁶ es un hidrógeno o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono.

25

4. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la sal de poliéster cuaternizada comprende una sal de poliéster amida cuaternizada, en la que el poliéster que contiene un grupo amino terciario usado para preparar dicha sal de poliéster cuaternizada comprende una poliéster amida que contiene un grupo amino terciario.

5. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la sal de poliéster cuaternizada comprende un catión representado por la fórmula siguiente:

30



35

en la que R¹ es un hidrógeno o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono y R² es un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono; R³ es un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; R⁴ es un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; R⁵ es un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono; R⁶ es un hidrógeno o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 10 átomos de carbono; n es un número de 1 a 10; R⁷ es hidrógeno, un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 22 átomos de carbono, o un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a 22 átomos de carbono; y X² es un grupo derivado a partir del agente de cuaternización.

40

6. Composición según la reivindicación 2, en la que el compuesto que tiene un átomo de oxígeno o de nitrógeno capaz de

condensarse con dicho ácido y que tiene además un grupo amino terciario comprende N,N-dietiletilendiamina, N,N-dimetiletilendiamina, N,N-dibutiletilendiamina, N,N-dimetil-1,3-diaminopropano, N,N-dietil-1,3-diaminopropano, N,N-dimetilaminoetanol, N,N-dietilaminoetanol o sus combinaciones.

5 7. Composición según la reivindicación 2, en la que el ácido graso carboxílico que contiene al menos un grupo hidroxilo comprende: ácido 12-hidroxiesteárico; ácido ricinoleico; ácido 12-hidroxi dodecanoico; ácido 5-hidroxi dodecanoico; ácido 5-hidroxi decanoico; ácido 4-hidroxi decanoico; ácido 10-hidroxi-undecanoico; o sus combinaciones.

10 8. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el agente de cuaternización comprende óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de estireno o sus combinaciones, en el que el agente cuaternizante se usa en combinación con un ácido.

15 9. Una composición de pintura o tinta que comprende un sólido en partículas, un líquido orgánico, un aglutinante y una sal de poliéster cuaternizada que comprende un producto obtenido/obtenible haciendo reaccionar (i) un poliéster que contiene un grupo amino terciario; y (ii) un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario, en el que el agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o sus mezclas.

20 10. Una composición de base de molturación que comprende un sólido en partículas, un líquido orgánico y una sal de poliéster cuaternizada que comprende un producto obtenido/obtenible haciendo reaccionar (i) un poliéster que contiene un grupo amino terciario; y (ii) un agente de cuaternización adecuado para convertir el grupo amino terciario en un nitrógeno cuaternario, en el que el agente de cuaternización es un epóxido de hidrocarbilo en combinación con un ácido, o sus mezclas.

11. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el medio orgánico es un líquido orgánico o un material plástico.

12. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el medio orgánico comprende al menos el 0,1% en peso de un líquido orgánico polar basado en el medio orgánico total.

25 13. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el sólido en partículas es un pigmento o una carga.