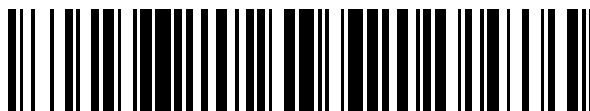


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 649 972**

51 Int. Cl.:

C08K 5/12	(2006.01)	C08L 67/03	(2006.01)
C08K 5/10	(2006.01)	C07C 67/08	(2006.01)
C07C 69/82	(2006.01)		
B32B 27/40	(2006.01)		
C08L 67/00	(2006.01)		
B65D 65/02	(2006.01)		
A61L 2/08	(2006.01)		
C07C 63/26	(2006.01)		
C08L 27/06	(2006.01)		
C08G 63/183	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.07.2013 PCT/KR2013/005920**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **13.11.2014 WO14181920**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.07.2013 E 13863692 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.08.2017 EP 2837646**

54 Título: **Método para manufacturar una composición de éster y una composición de resina**

30 Prioridad:

08.05.2013 KR 20130051617
14.06.2013 KR 20130068289

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

16.01.2018

73 Titular/es:

LG CHEM, LTD. (100.0%)
128 Yeoui-daero Yeongdeungpo-gu
Seoul 150-721, KR

72 Inventor/es:

KIM, HYUN KYU;
JUNG, DA WON;
LEE, MI YEON y
KO, DONG HYUN

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 649 972 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

Método para manufacturar una composición de éster y una composición de resina

Campo técnico

- 5 La presente invención está relacionada con un método para preparar una composición de éster y una composición de resina. Más específicamente, la presente invención está relacionada con un método para preparar apropiadamente una composición plastificante que tiene una procesabilidad mejorada debido su velocidad de absorción alta y su período de fusión breve en la elaboración de resinas, por lo que presenta propiedades físicas superiores cuando se la procesa con resinas.

Antecedentes técnicos

- 10 En general, un plastificante está compuesto por un éster producido mediante una reacción entre un alcohol y un ácido policarboxílico, tal como ácido ftálico o ácido adípico. Los ejemplos de plastificantes comercialmente esenciales abarcan adipatos de alcoholes C8, C9 o C10, por ejemplo, adipato de di(2-etilhexilo), adipato de diisononilo o adipato de diisododecilo, y ftalatos de alcoholes C8, C9 o C10, por ejemplo, ftalato de di(2-etilhexilo), ftalato de diisononilo o ftalato de diisododecilo.
- 15 Específicamente, el ftalato de di(2-etilhexilo) se incorpora en juguetes, películas, zapatos, revestimientos, materiales para pisos, guantes, papel tapiz, cuero artificial, selladores, lonas, recubrimientos para pisos de automóviles, muebles, alfombras de espuma o paneles de aislamiento acústico usando plastisol y una mezcla en seco. También se lo usa para producir materiales exteriores, aislantes para cables de PVC u otros productos de PVC con plástico calandrado.
- 20 El adipato de di(2-etilhexilo) se usa principalmente en películas y en menor medida en otros productos, por ejemplo, papel tapiz, cuero artificial, recubrimientos para pisos de automóviles, guantes o selladores. En particular, el adipato de di(2-etilhexilo) suele usarse cuando los productos han de ser empleados a una temperatura baja y/o cuando se emplea plastisol como intermediario.
- 25 Además del adipato de di(2-etilhexilo), se están realizando extensas investigaciones en plastificantes ecológicos debido a los problemas ambientales asociados a los plastificantes basados en ftalatos. En KR 10-2013-0035493 se describe un método para preparar una composición de éster que comprende 50% en peso de 4-(2-etilhexil)tereftalato de 1-butilo, 10% en peso de tereftalato de dibutilo y 40% en peso de tereftalato de di-(2-etilhexilo) mediante la esterificación de ácido tereftálico con butanol y 2-etilhexanol.

Problema técnico

- 30 Durante la investigación recurrente de plastificantes ecológicos, los presentes inventores descubrieron que una composición de éster que tiene un contenido específico de un compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido seleccionado entre compuestos de tereftalato sustituidos con grupos alquilo de tipo ramificado híbrido, tipo no ramificado ni híbrido y tipo no ramificado híbrido tiene una procesabilidad mejorada debido a su velocidad de absorción alta y su período de fusión breve en la elaboración de resinas, y también provee propiedades físicas superiores durante la formulación de hojas y la formulación compuesta de alambres, materiales para el interior de automóviles, películas, láminas, tubos, papel tapiz, juguetes, materiales para pisos o elementos similares. La presente invención fue completada merced a este descubrimiento.

- 40 En este contexto, un objetivo de la presente invención fue proveer un método para preparar una composición de éster que comprendiera compuestos de tereftalato sustituidos con grupos alquilo de tipo ramificado híbrido, tipo no ramificado ni híbrido y tipo no ramificado híbrido como plastificante ecológico, donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido estuviera presente en una cantidad específica en la composición de éster.

Otro objetivo de la presente invención fue proveer una composición de resina que comprendiera esta composición de éster.

- 45 Solución técnica

- Según un aspecto de la presente invención, los objetivos anteriores y otros pueden cumplirse con un método para preparar una composición de éster que comprende compuestos de tereftalato sustituidos con grupos alquilo de tipo ramificado híbrido, tipo no ramificado ni híbrido y tipo no ramificado híbrido mediante una reacción de esterificación, donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido está presente en una cantidad de entre 1% y 70% y donde la reacción de esterificación abarca hacer reaccionar ácido tereftálico, un alcohol no

5 ramificado y un alcohol ramificado a entre 130°C y 250°C durante entre 1 y 10 horas, en presencia de entre 0,1 y 15 partes en peso de un catalizador ácido con relación a 100 partes en peso de ácido tereftálico, donde el catalizador ácido comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en ácido paratoluensulfónico, ácido metanosulfónico, ácido etanosulfónico, ácido propanosulfónico y ácido sulfúrico. La invención será descrita en detalle más adelante.

En la presente invención, se prepara una composición de éster que comprende compuestos de tereftalato sustituidos con grupos alquilo de tipo ramificado híbrido, tipo no ramificado ni híbrido y tipo no ramificado híbrido, donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido está presente en una cantidad específica en la composición de éster.

10 Según se lo emplea en la presente, el término “tipo ramificado híbrido” se aplica a un compuesto donde los grupos alquilo sustituidos en las posiciones simétricas de un grupo fenilo son diferentes y hay un tipo de cadena ramificada, a menos que se especifique lo contrario.

15 Además, según se lo emplea en la presente, el término “tipo no ramificado ni híbrido” se aplica a un compuesto donde los grupos alquilo sustituidos en las posiciones simétricas de un grupo fenilo son idénticos y hay dos tipos de hidrocarburos lineales sin cadenas ramificadas, a menos que se especifique lo contrario.

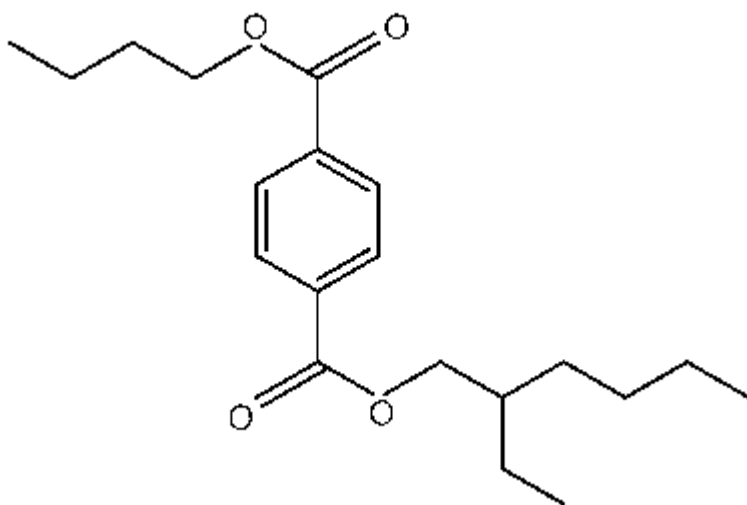
Además, según se lo emplea en la presente, el término “tipo no ramificado híbrido” se aplica a un compuesto donde los grupos alquilo sustituidos en las posiciones simétricas de un grupo fenilo son idénticos y hay dos tipos de cadenas ramificadas, a menos que se especifique lo contrario.

20 Según la presente invención, por ejemplo, entre los compuestos de tereftalato sustituidos con grupos alquilo de tipo ramificado híbrido, tipo no ramificado ni híbrido y tipo no ramificado híbrido obtenidos mediante una esterificación con un catalizador ácido, el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido está presente en una cantidad de entre 1% y 70% en peso, entre 5% y 50% en peso, entre 10% y 50% en peso, entre 20% y 50% en peso o entre 25% y 50% en peso. Los contenidos en estos rangos pueden obtenerse controlando las condiciones de la reacción de esterificación.

25 El alquilo sustituido es, por ejemplo, un grupo alquilo con entre 3 y 10 átomos de carbono. En otro ejemplo, el alquilo sustituido comprende al menos un grupo seleccionado independientemente entre un grupo alquilo con entre 3 y 4 átomos de carbono o un grupo alquilo con entre 8 y 10 átomos de carbono, debido a que éstos son más fáciles de procesar (para proveer una plastificación más eficiente) a causa de la velocidad de absorción alta de las resinas y el nivel de pérdida debido a la migración.

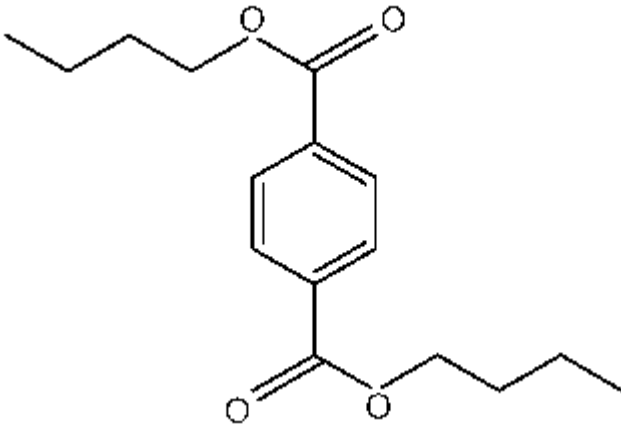
30 En otro ejemplo, el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido puede representarse con la fórmula 1.

Fórmula 1



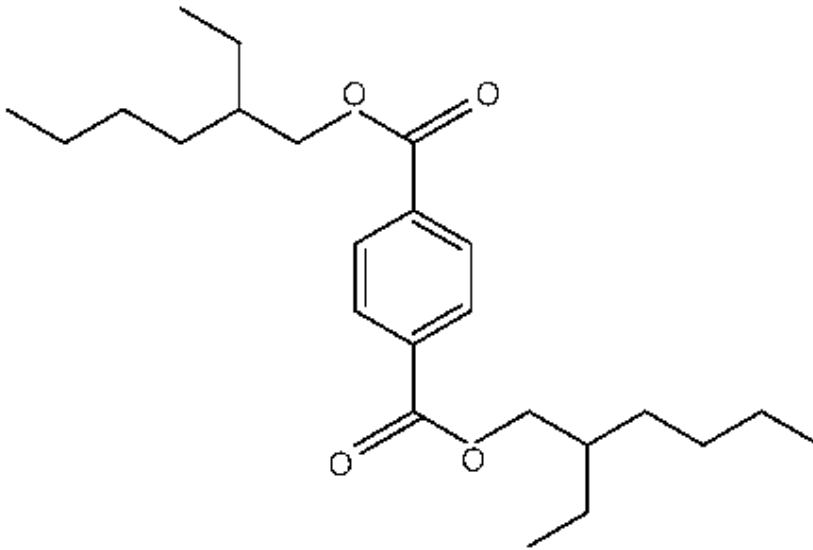
35 En otro ejemplo, el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo no ramificado ni híbrido puede representarse con la fórmula 2.

Fórmula 2



En otro ejemplo, el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo no ramificado híbrido puede representarse con la fórmula 3.

5 Fórmula 3



10 En otro ejemplo, la proporción en peso en una mezcla entre un compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo no ramificado ni híbrido y un compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo no ramificado híbrido es de entre 1:99 y 40:60, entre 1:99 y 15:85, entre 1:99 y 9,9:90,1 o entre 1:99 y 9,6:90,4. Con estos rangos, puede mejorarse la procesabilidad, es decir, la velocidad de absorción, el período de fusión u otras propiedades físicas.

Las condiciones de esterificación que satisfacen estos requisitos se han obtenido combinando un alcohol no ramificado con un alcohol ramificado.

15 En un ejemplo específico, el alcohol no ramificado es un alcohol alifático no ramificado que comprende un grupo alquilo C3-C4 y está presente en una cantidad de entre 1% y 80% en peso o entre 15% y 50% en peso, con relación a 100% en peso del alcohol. En otro ejemplo, el alcohol no ramificado puede ser alcohol n-butílico.

Además, en un ejemplo específico, el alcohol ramificado puede ser un alcohol alifático ramificado con un grupo alquilo C8-C10, que puede estar presente en una cantidad de entre 99% y 20% en peso o entre 80% y 20% en peso, con relación a 100% en peso del alcohol. En otro ejemplo, el alcohol ramificado es 2-etil hexanol.

Las condiciones de la reacción de esterificación que satisfacen estos requisitos también abarcan, por ejemplo, el uso de ácido tereftálico en forma de partículas con un diámetro medio de entre 30 y 100 μm o entre 39 y 91 μm . Con estos rangos, se disminuye la duración de la reacción y puede mejorarse la eficiencia de la producción.

5 En un ejemplo específico, el ácido tereftálico puede mezclarse con un alcohol después de triturarlo hasta obtener partículas con el diámetro definido con anterioridad, o bien puede ser triturado hasta obtener partículas con el diámetro deseado después de mezclarlo con el alcohol.

La trituración puede abarcar una trituración seca o una trituración húmeda, de ser necesario. En un ejemplo específico, puede usarse un molino húmedo con una velocidad de rotación alta, tal como un dispositivo Cavitron o un homogenizador.

10 En otro ejemplo, la velocidad de rotación alta puede ser de entre 3000 y 50000 rpm o entre 10000 y 50000 rpm, de modo tal de obtener la distribución deseada del diámetro medio de las partículas en un período breve.

15 El contenido de ácido tereftálico y alcohol puede ser de entre 10% y 40% molar y entre 90% y 60% molar, entre 20% y 30% molar y entre 80% y 70% molar o entre 21% y 29% molar y entre 79% y 71% molar, respectivamente, con relación a los moles totales de los reactivos. Como referencia, con estos rangos se incrementa la concentración de los reactivos de la esterificación, que es una reacción reversible, y se inhibe la reacción inversa, con lo cual puede incrementarse la velocidad de la reacción.

De ser necesario, pueden agregarse ácidos carboxílicos, ácidos policarboxílicos o anhídridos de éstos.

20 Las condiciones de la reacción de esterificación que satisfacen estos requisitos abarcan el uso de un catalizador ácido como catalizador de la reacción, a una temperatura de entre 130°C y 250°C, entre 130°C y 220°C o entre 180°C y 220°C, durante un período de entre 1 y 10 horas o entre 5 y 7 horas.

El catalizador ácido abarca al menos un catalizador seleccionado entre el ácido paratoluensulfónico, el ácido metanosulfónico, el ácido etanosulfónico, el ácido propanosulfónico o el ácido sulfúrico.

25 El catalizador de la reacción está presente en una cantidad de entre 0,1 y 15 partes en peso, entre 0,1 y 10 partes en peso, entre 0,1 y 7 partes en peso o entre 0,1 y 5,0 partes en peso, con relación a 100 partes en peso de ácido tereftálico como materia prima para la reacción. Como referencia, la eficiencia de la reacción puede reducirse cuando el contenido del catalizador de la reacción es inferior a estos rangos, y los productos pueden decolorarse cuando el contenido del catalizador de la reacción es superior a estos rangos.

30 La reacción de esterificación puede realizarse bajo una atmósfera de nitrógeno para bloquear el ingreso de aire desde el exterior al sistema de reacción, y puede hacerse burbujear nitrógeno en la solución de reacción para eliminar el agua producida durante la reacción debido a la condensación de la esterificación. Para cumplir con estos objetivos, la reacción de esterificación puede realizarse a una presión incrementada o disminuida.

La composición plastificante, es decir, la composición de éster, puede obtenerse con una pureza de entre 96% y 99,99% o entre 96,1% y 99,1% mediante procesos posteriores al tratamiento habituales, por ejemplo, neutralización, lavado con agua y desalcoholización.

35 La composición de éster comprende una mezcla de compuestos de tereftalato sustituidos con grupos alquilo de tipo ramificado híbrido, tipo no ramificado ni híbrido y tipo no ramificado híbrido, donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido está presente en una cantidad de entre 1% y 20% en peso, entre 1% y 19,5% en peso, entre 1% y 19% en peso o entre 5% y 12% en peso. Con estos rangos, se obtiene una procesabilidad superior.

40 Puede proveerse una composición de resina mezclando la composición de éster con una resina. La resina es, por ejemplo, una resina termoplástica, y en otro ejemplo, comprende al menos un compuesto seleccionado entre acetato de etileno vinilo, polietileno, polipropileno, cloruro de polivinilo, poliestireno, poliuretano, elastómeros termoplásticos o ácido poliláctico.

45 Por ejemplo, el plastificante se absorbe desde la composición de resina en entre 1 y 10 minutos, entre 3 y 8 minutos o 4 minutos. Con estos rangos, se obtiene una viabilidad y una procesabilidad superiores.

En la presente, la velocidad de absorción se evalúa determinando el tiempo que transcurre hasta que la resina se mezcla con el plastificante, bajo condiciones de mezcla con una temperatura de 77°C, agitación a 66 rpm, 400 g de PVC (nombre del producto: LS100, LG Chem. Ltd.) y 200 g de un plastificante, usando un mezclador (nombre del producto: Brabender P600) con un par de torsión estabilizado.

Un par de torsión estabilizado es uno que se mantiene parejo a medida que se lo incrementa cuando la resina se agrega por primera vez, y que luego se reduce gradualmente mientras se agrega el plastificante para determinar la velocidad de absorción. Este estado puede determinarse a partir de un gráfico en un monitor.

5 Además, la composición de resina tiene una viscosidad en solución de entre 4000 y 15000 cp, entre 5000 y 11000 cp o entre 6000 y 9000 cp. Con estos rangos, se asegura una procesabilidad estable.

10 En la presente, la viscosidad en solución se determina con un medidor de la viscosidad Brookfield (tipo LV), con un huso N° 4 y agitación a entre 6 rpm y 12 rpm. Se mezclaron 100 phr de PVC como muestra (PB900, LG Chem. Ltd.), 75 phr de un plastificante, 4 phr de un agente estabilizador (KSZ111XF), 3 phr de un agente espumante (W1039), 13 phr de TiO₂ (TMCA100), 130 phr de CaCO₃ (OMYA10), 10 phr de un agente reductor de la viscosidad (Exa-sol) y 1 phr de un dispersante (BYK3160) para preparar un plastisol, el cual se almacenó a 25°C durante 1 hora para determinar la viscosidad en solución.

La composición de resina puede tener un contenido bajo del agente reductor de la viscosidad, en comparación con los productos convencionales, o puede no contenerlo en lo absoluto, es decir, puede ser una composición de resina sin agentes reductores de la viscosidad.

15 En la presente, una composición sin agentes reductores de la viscosidad es una composición que no contiene agentes reductores de la viscosidad en lo absoluto para controlar su viscosidad.

20 La composición de éster puede mezclarse en una cantidad de entre 5 y 150 partes en peso o entre 5 y 100 partes en peso, con relación a 100 partes en peso de la resina. Además, puede agregarse al menos una composición plastificante seleccionada entre ftalato de dioctilo (DOP), ftalato de dibutilo (DBP), tereftalato de dioctilo (DOTP), ftalato de diisononilo (DINP) o ftalato de diisodecilo (DIDP) en una cantidad de entre 5 y 150 partes en peso o entre 5 y 100 partes en peso, con relación a 100 partes en peso de la resina.

Además, la composición de resina puede comprender entre 0,5 y 7 partes en peso de un agente estabilizador y entre 0,5 y 3 partes en peso de un lubricante o un componente similar, y opcionalmente también comprende al menos un aditivo común.

25 Además, la composición de resina puede comprender, por ejemplo, un relleno.

Puede emplearse cualquier relleno de uso habitual en el campo técnico asociado a la composición de resina de la presente invención, sin limitaciones.

El relleno puede agregarse, por ejemplo, en una cantidad de entre 10 y 300 partes en peso, entre 50 y 200 partes en peso o entre 100 y 200 partes en peso, con relación a 100 partes en peso de la resina.

30 Además, la composición de resina puede comprender, por ejemplo, al menos un componente seleccionado del grupo que consiste en un pigmento, un colorante, un coadyuvante para el procesamiento, un dispersante, un agente espumante, un agente antiespumante y un agente reductor de la viscosidad.

35 Cada pigmento, colorante, coadyuvante para el procesamiento, dispersante, agente espumante, agente antiespumante o agente reductor de la viscosidad está presente, por ejemplo, en una cantidad de entre 0,1 y 20 partes en peso o entre 1 y 15 partes en peso, con relación a 100 partes en peso de la resina.

La composición de resina puede usarse, por ejemplo, para manufacturar formulaciones de hojas y productos de formulación compuestos como cables, materiales para el interior de automóviles, películas, láminas, tubos, papel tapiz, juguetes o materiales para suelos.

Efectos ventajosos

40 En la presente invención se provee un método para preparar apropiadamente una composición plastificante que tiene una velocidad de absorción alta, un período de fusión breve en la elaboración de resinas y una procesabilidad mejorada.

Descripción breve de los dibujos

45 En la figura 1 se provee una imagen tomada con un microscopio óptico (x50) del ejemplo 1 según la presente invención, los ejemplos comparativos 1 y 2, ftalato de dioctilo (DOP) solo y ftalato de diisononilo (DINP) solo, donde, desde arriba hasta abajo, se representa en orden el DOP solo, el DINP solo, el ejemplo comparativo 2, el ejemplo comparativo 1 y el ejemplo 1 según la presente invención.

En la figura 2 se provee una imagen tomada con un microscopio óptico (x50) del ejemplo 2 según la presente invención, los ejemplos comparativos 1 y 2, ftalato de dioctilo (DOP) solo y ftalato de diisononilo (DINP) solo, donde, desde arriba hasta abajo, se representa en orden el DOP solo, el DINP solo, el ejemplo comparativo 2, el ejemplo comparativo 1 y el ejemplo 2 según la presente invención.

5 Mejor modo

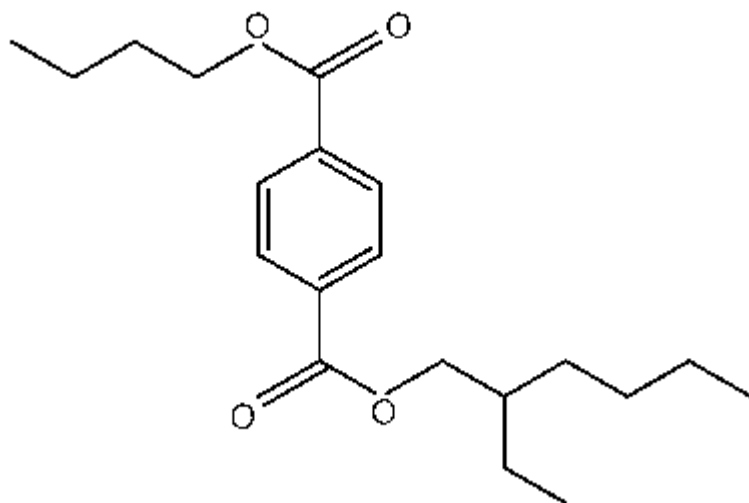
La presente invención será descrita con mayor detalle en los siguientes ejemplos. Estos ejemplos solamente se proveen para ilustrar la presente invención.

Ejemplo 1

10 Se trituró ácido tereftálico usando un dispositivo Cavitron para preparar ácido tereftálico molido en partículas con un diámetro medio (medido con un analizador de la dispersión láser Nicomp 380) de entre 30 y 100 μm . Se sometieron 440 g de ácido tereftálico molido, 302 g de n-butanol y 530 g de 2-etil hexanol a una reacción de esterificación en presencia de 32 g de ácido metanosulfónico al 70% a 130°C durante 7 horas. El producto de la reacción se neutralizó con Na_2CO_3 , se lavó con agua una vez y se desalcoholizó calentándolo a presión reducida para obtener una composición plastificante.

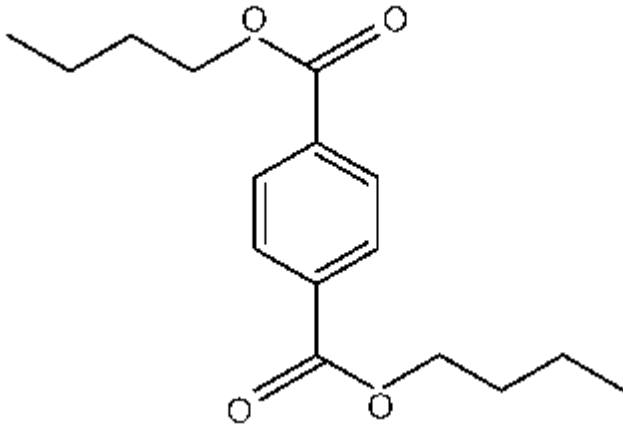
15 Como resultado del análisis de la composición plastificante obtenida usando una GC-espectrometría de masa (nombre del producto: Agilent 7890 GC, columna: HP-5, gas portador: helio mantenido a una temperatura inicial de 70°C durante 3 minutos, que se incrementó hasta 280°C a una velocidad de 10°C/minuto, donde se la mantuvo durante 5 minutos), se determinó que comprendía sustancias con las siguientes fórmulas 1, 2 y 3.

Fórmula 1

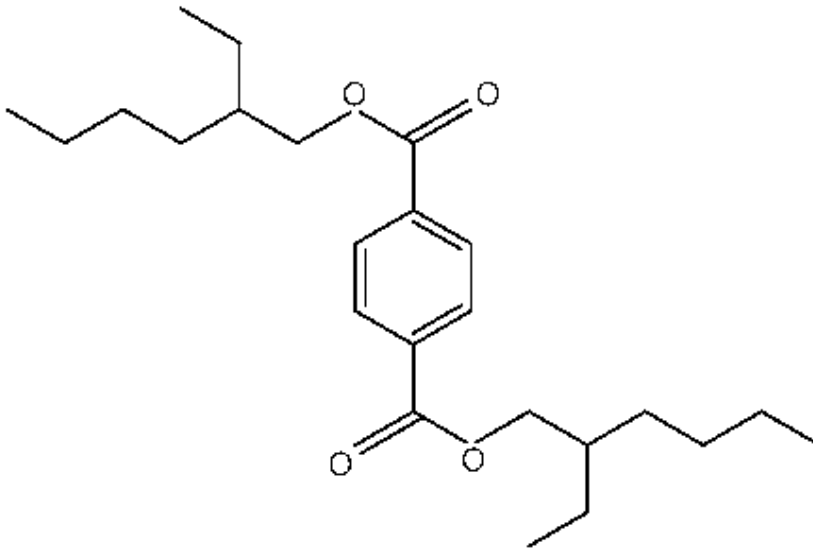


20

Fórmula 2



Fórmula 3



La proporción en peso entre las fórmulas 1, 2 y 3 fue de 50:10:40.

5 Ejemplo 2

Se preparó una composición plastificante repitiendo el proceso del ejemplo 1, excepto que se hicieron reaccionar 440 g de ácido tereftálico triturado de la misma manera que en el ejemplo 1, 98 g de n-butanol y 823 g de 2-etil hexanol en presencia de 32 g de ácido metanosulfónico al 70% a 140°C durante 6 horas. Mediante una GC-espectrometría de masa, se determinó una proporción en peso entre las fórmulas 1, 2 y 3 de 25:3:72.

10 Ejemplo 3

Se preparó una composición plastificante repitiendo el proceso del ejemplo 1, excepto que se hicieron reaccionar 440 g de ácido tereftálico triturado de la misma manera que en el ejemplo 1, 49 g de n-butanol y 909 g de 2-etil hexanol en presencia de 32 g de ácido metanosulfónico al 70% a 140°C durante 6 horas. Mediante una GC-espectrometría de masa, se determinó una proporción en peso entre las fórmulas 1, 2 y 3 de 12:2:86.

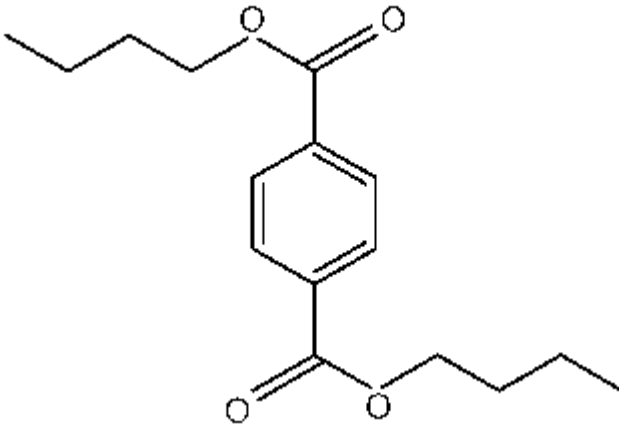
15 Ejemplo 4

Se preparó una composición plastificante repitiendo el proceso del ejemplo 1, excepto que se hicieron reaccionar 440 g de ácido tereftálico triturado de la misma manera que en el ejemplo 1, 25 g de n-butanol y 951 g de 2-etil hexanol en presencia de 32 g de ácido metanosulfónico al 70% a 140°C durante 6 horas. Mediante una GC-espectrometría de masa, se determinó una proporción en peso entre las fórmulas 1, 2 y 3 de 5:1:94.

Ejemplo comparativo 1

Se preparó una composición plastificante repitiendo el proceso del ejemplo 1, excepto que se hicieron reaccionar 440 g de ácido tereftálico con 890 g de n-butanol a 130°C durante 13 horas. Mediante una GC-espectrometría de masa, se determinó que el plastificante obtenido contenía un compuesto de fórmula 2.

5 Fórmula 2

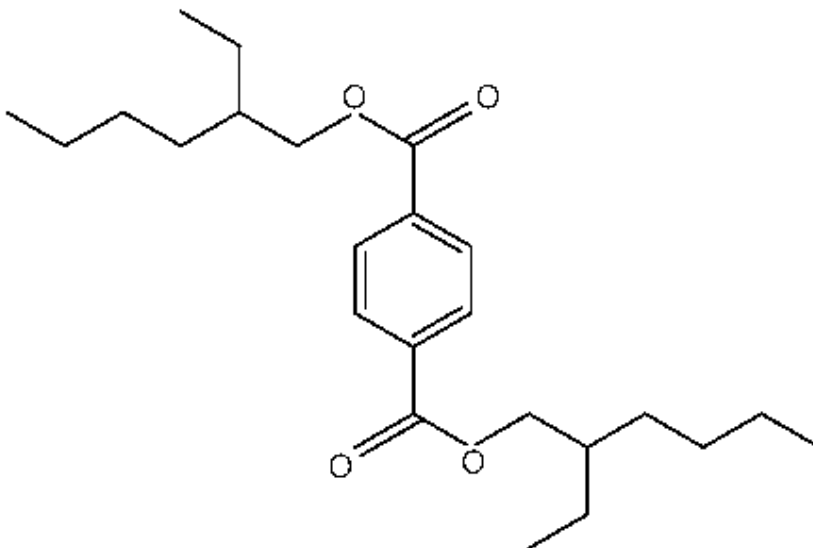


Ejemplo comparativo 2

10 Se preparó una composición plastificante repitiendo el proceso del ejemplo 1, excepto que se hicieron reaccionar 440 g de ácido tereftálico con 1060 g de 2-etilhexanol usando 1,6 g de titanato de tetraisopropilo como catalizador a 220°C durante 5 horas.

Mediante una GC-espectrometría de masa, se determinó que el plastificante obtenido contenía un compuesto de fórmula 3.

Fórmula 3



15 **Ejemplo de aplicación**

Se combinaron entre 5 y 100 partes en peso de los plastificantes obtenidos en los ejemplos 1 a 4 y los ejemplos comparativos 1 y 2, DOP solo o DINP solo con 100 partes en peso de una resina de cloruro de vinilo, se agregó un

agente estabilizador, un lubricante y un agente espumante y se realizó una extrusión. Se evaluaron propiedades físicas como la velocidad de absorción y la procesabilidad.

5 El producto del ejemplo 1 se absorbió en 244 segundos, lo cual se determinó (con un análisis de la fusión) con una mezcla a 77°C y 60 rpm, con 400 g de PVC (nombre del producto: LS 100) y 200 g de plastificante: se trató de una absorción más rápida que la que se obtuvo con ftalato de dioctilo (DOP) solo (306 segundos) y mucho más rápida que la que se obtuvo con tereftalato de dioctilo (DOTP) solo (428 segundos) (ejemplo comparativo 2). Mediante el análisis de la fusión del producto del ejemplo 1, se determinó un período de fusión de 32 segundos.

10 Además, para evaluar la resistencia a la migración del producto del ejemplo 1, se determinó la pérdida a causa de la migración en función del nivel del plastificante perdido debido a la migración después de un calentamiento a 80°C durante 72 horas, que fue de 3,75%.

15 También se evaluaron las propiedades de procesamiento de papel tapiz. En la figura 1 puede observarse que el papel tapiz procesado con el producto del ejemplo 1 formó espuma de manera uniforme, en función del tamaño, la forma y la disposición de las celdas observadas bajo un microscopio óptico una vez formada la espuma, en comparación con lo que se obtuvo con ftalato de dioctilo (DOP) solo, ftalato de diisononilo (DINP) solo o tereftalato de dioctilo (DOTP).

20 El producto del ejemplo 1 se absorbió en 280 segundos, lo cual se determinó (con un análisis de la fusión) con una mezcla a 77°C y 60 rpm, con 400 g de PVC (nombre del producto: LS 100) y 200 g de plastificante: se trató de una absorción más rápida que la que se obtuvo con ftalato de dioctilo (DOP) solo (306 segundos), y al igual que el producto del ejemplo 1, fue mucho más rápida que la que se obtuvo con tereftalato de dioctilo (DOTP) solo (ejemplo comparativo 2). Mediante el análisis de la fusión del producto del ejemplo 2, se determinó un período de fusión de 38 segundos. La resistencia a la migración fue de 3,46%.

25 También se evaluaron las propiedades de procesamiento de papel tapiz. En la figura 2 puede observarse que el papel tapiz procesado con el producto del ejemplo 2 formó espuma de manera uniforme, en función del tamaño, la forma y la disposición de las celdas observadas bajo un microscopio óptico una vez formada la espuma, en comparación con lo que se obtuvo con ftalato de dioctilo (DOP) solo, ftalato de diisononilo (DINP) solo o tereftalato de dioctilo (DOTP).

30 El producto del ejemplo comparativo 1 se absorbió en 100 segundos, lo cual se determinó (con un análisis de la fusión) con una mezcla a 77°C y 60 rpm, con 400 g de PVC (nombre del producto: LS 100) y 200 g de plastificante: se trató de una absorción considerablemente lenta, en comparación con la que se obtuvo con ftalato de dioctilo (DOP) solo (306 segundos).

35 Además, para evaluar la resistencia a la migración del producto del ejemplo comparativo 1, se determinó la pérdida a causa de la migración en función del nivel del plastificante perdido debido a la migración después de un calentamiento a 80°C durante 72 horas, que fue de 10,56%, es decir, mayor que la que se obtuvo con DOP solo (3,95%). Esto es una indicación de que el producto del ejemplo comparativo 1 migró más debido a su peso molecular bajo y su estructura desventajosa en comparación con el DOP. La pérdida debida a la migración del producto del ejemplo comparativo 2 fue de 3,54%.

40 En las figuras 1 y 2 puede observarse que el papel tapiz procesado con el producto del ejemplo comparativo 1 formó espuma de manera uniforme, en función del tamaño, la forma y la disposición de las celdas observadas bajo un microscopio óptico una vez formada la espuma, en comparación con lo que se obtuvo con DOP, DINP o DOTP solo. También se determinó que el período de fusión del ejemplo comparativo 2 fue de 138 segundos, y que su migración, un reflejo de su resistencia a la migración, fue de 3,54%.

Los valores determinados se resumen en la tabla 1 a continuación.

Tabla 1

Artículos	DOP solo	DINP solo	Ej. comp. 2	Ej. comp. 1	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4
Período de absorción (minutos y segundos)	5:06	6:20	7:08	1:40	4:04	4:40	5:21	6:35

ES 2 649 972 T3

Período de fusión (segundos)	32	45	138	22	32	38	68	95
Migración (%)	3,95	3,29	3,54	10,56	3,75	3,46	3,40	3,41

5 Al compararse los resultados que se obtuvieron con los productos de los ejemplos 1 a 4 y los productos de los ejemplos comparativos 1 y 2, se determinó que los ejemplos 1 a 4, donde se habían usado plastificantes de éster que comprendían todos los componentes en una proporción de mezcla apropiada, presentaron propiedades físicas preferibles.

También se determinó que el producto del ejemplo comparativo 1, que solamente comprendía el compuesto de fórmula 2, presentó períodos de absorción y fusión más breves (lo cual facilitó la gelificación pero comprometió la manejabilidad y la formación de espuma) pero migró en una medida mayor.

10 Por otro lado, el producto del ejemplo comparativo 1, que comprendía el compuesto de fórmula 3, prácticamente no migró pero presentó períodos de absorción y fusión prolongados.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar una composición de éster, que comprende los siguientes pasos:

obtener una composición de éster que comprende compuestos de tereftalato sustituidos con grupos alquilo de tipo ramificado híbrido, tipo no ramificado ni híbrido y tipo no ramificado híbrido mediante una reacción de esterificación,

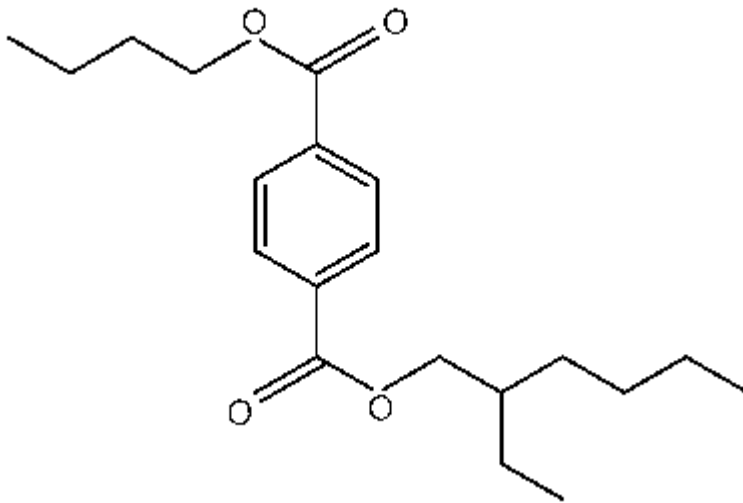
5 donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido está presente en una cantidad de entre 1% y 70% en peso en la composición de éster,

10 donde la reacción de esterificación abarca hacer reaccionar ácido tereftálico, un alcohol no ramificado y un alcohol ramificado a entre 130°C y 250°C durante entre 1 y 10 horas, en presencia de entre 0,1 y 15 partes en peso de un catalizador ácido con relación a 100 partes en peso de ácido tereftálico, donde el catalizador ácido comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en ácido paratoluensulfónico, ácido metanosulfónico, ácido etanosulfónico, ácido propanosulfónico y ácido sulfúrico.

2. El método según la reivindicación 1, donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido está presente en una cantidad de entre 1% y 20% en peso.

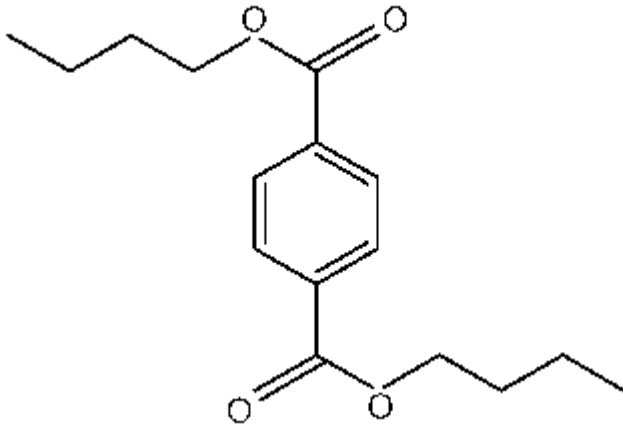
15 3. El método según la reivindicación 1, donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo ramificado híbrido se representa con la fórmula 1.

Fórmula 1



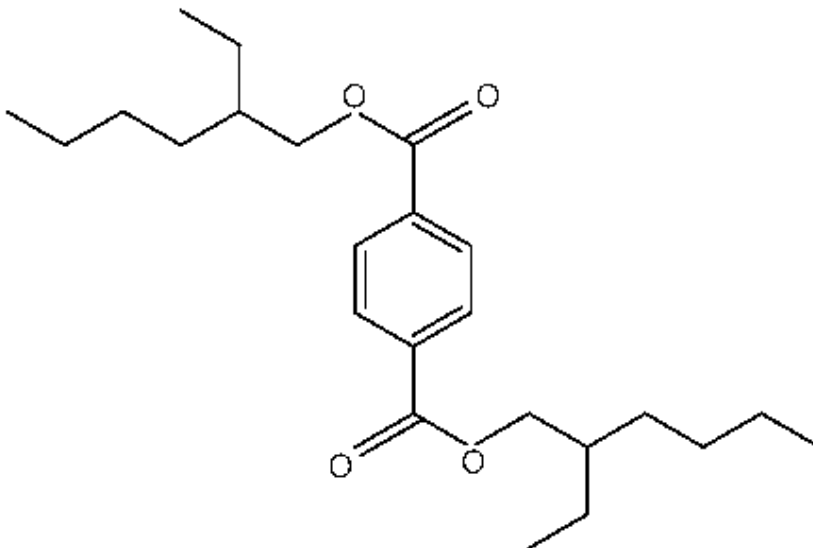
4. El método según la reivindicación 1, donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo no ramificado ni híbrido se representa con la fórmula 1.

20 Fórmula 2



5. El método según la reivindicación 1, donde el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo no ramificado híbrido se representa con la fórmula 3.

Fórmula 3



5

6. El método según la reivindicación 1, donde la proporción en peso entre el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo no ramificado ni híbrido y el compuesto de tereftalato sustituido con un alquilo de tipo no ramificado híbrido es de entre 1:99 y 40:60.

10 7. El método según la reivindicación 1, donde el alcohol no ramificado comprende entre 1% y 80% en peso de un alcohol alifático no ramificado que tiene un grupo alquilo C3-C4, con relación 100% en peso del alcohol.

8. El método según la reivindicación 1, donde el alcohol ramificado comprende entre 99% y 20% en peso de un alcohol alifático ramificado que tiene un grupo alquilo C8-C10, con relación a 100% en peso del alcohol.

15 9. El método según la reivindicación 1, donde con relación al ácido tereftálico, el alcohol no ramificado y el alcohol ramificado, la cantidad usada de ácido tereftálico es de entre 10% y 40% molar y la suma de la cantidad usada de alcohol no ramificado y alcohol ramificado es de entre 90% y 60% molar, con relación a la suma de los moles de los reactivos.

FIG. 1

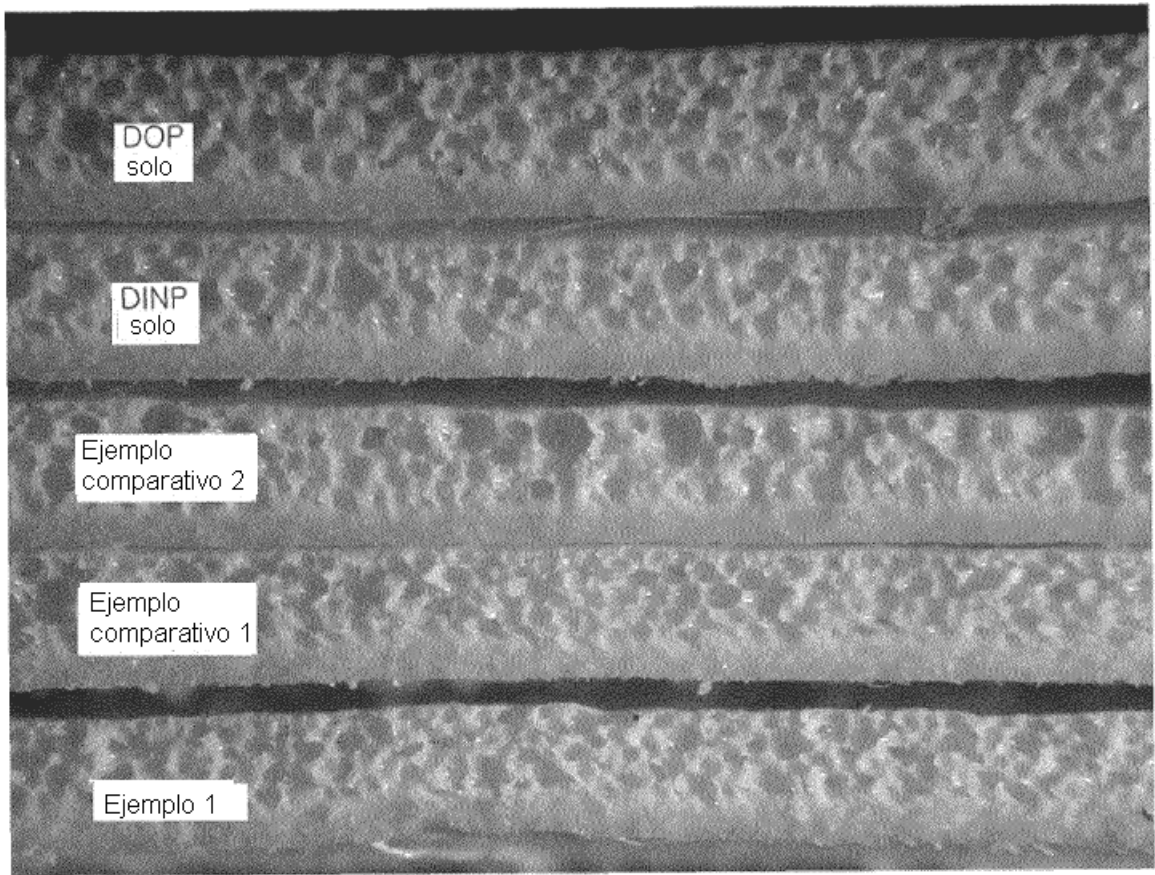


FIG. 2

