

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 659 318**

51 Int. Cl.:

**C09B 67/00** (2006.01)

**C09D 17/00** (2006.01)

**C08G 63/42** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.09.2007 PCT/EP2007/060079**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.07.2017 WO08037678**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2007 E 07820486 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.11.2017 EP 2066751**

54 Título: **Concentrado de pigmento**

30 Prioridad:

**26.09.2006 IN KA09812006**

**09.11.2006 EP 06123764**

**10.11.2006 US 858290 P**

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

**14.03.2018**

73 Titular/es:

**AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL BV  
(100.0%)**

**VELPERWEG 76  
6824 BM ARNHEM, NL**

72 Inventor/es:

**VAN DEN HAAK, HENDRIK JAN WILLEM;  
ROY, JAMIE MACLIVER;  
DI LULLO, CLAUDIO ARGENTINO;  
CAMERON, COLIN;  
SOLDAVINI, LORENZO y  
GANESH, BHUVANESWARAN**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 659 318 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

## Concentrado de pigmento

La presente invención se refiere a un concentrado de pigmento no acuoso que comprende uno o más pigmentos, uno o más dispersantes de pigmentos, una o más resinas, y opcionalmente uno o más disolventes y/o diluyentes. En la industria de la pintura, el control de stock y la logística a menudo se racionalizan mediante el uso de sistemas de mezcla de colores. Estos incluyen sistemas donde la formulación de pintura seleccionada por un usuario se produce seleccionando una pintura base de un número limitado de pinturas base disponibles y tintando la pintura base seleccionada con la ayuda de uno o más concentrados de pigmentos o pastas de tintado. En otros sistemas, los concentrados de pigmentos se mezclan con composiciones de resina para formar una pintura o tóner de un color y en una etapa posterior se mezcla una selección apropiada de estos tóneres para formar una pintura de un color final deseado. Los concentrados de pigmentos se distinguen generalmente de las composiciones de revestimientos pigmentados en que tienen mayores cargas de pigmento que requiere la intensidad de color.

Los concentrados de pigmentos difieren de las composiciones de revestimiento en su concentración de pigmento generalmente más alta y en el número limitado de tipos de pigmentos que contienen, generalmente uno, a veces dos. Los pigmentos presentes en los concentrados de pigmentos son pigmentos colorantes, mientras que las composiciones de revestimiento generalmente también contienen pigmentos extendedores y otros pigmentos funcionales. Además, aunque los concentrados de pigmento pueden ser formadores de película, las películas resultantes no tendrán el comportamiento - en cuanto a la resistencia a los disolventes, por ejemplo - asociado con las composiciones de revestimiento.

Por razones medioambientales, es deseable reducir la emisión de compuestos orgánicos volátiles y, por lo tanto, el contenido de disolvente. Para equilibrar los requisitos de viscosidad del concentrado de pigmento con un contenido minimizado de compuestos orgánicos volátiles (COV), se pueden usar resinas adicionales que tienen típicamente un peso molecular relativamente bajo. Dichas resinas pueden ayudar también a evitar la aglomeración del pigmento en el momento en que el pigmento concentrado se mezcla con la pintura base y ayudar a compatibilizar el contenido del concentrado de pigmento con el sistema de aglutinante de pintura base. Los diluyentes no volátiles reactivos y/o no reactivos también se pueden usar para reducir los COV.

Los pigmentos de los diversos colores, los dispersantes de pigmentos, los diluyentes y los disolventes pueden variar considerablemente en su naturaleza. Por lo tanto, a menudo es necesario usar una resina compatibilizadora que sea compatible no solo con varios tipos de dispersantes y disolventes, sino también con varios tipos de sistemas de aglutinantes de pintura base o con las resinas de dilución usadas para fabricar tóneres. Además, la resina compatibilizadora ayuda a la incorporación del colorante en la pintura base.

Por ejemplo, en el Documento de Patente de Número WO 02/096997 se describe un concentrado de pigmento que comprende una resina de poliéster. Estos poliésteres son alquídicos de secado oxidativo que no tienen una amplia compatibilidad con otros sistemas aglutinantes.

El Documento de Patente de Número WO 03/089522 describe dispersiones de pigmentos que comprenden dispersantes de pigmentos de poliéster con funcionalidad carbamato. Los grupos carbamato sirven como un grupo de anclaje que es afín a las partículas de pigmento. El contenido orgánico volátil es alto y sustancialmente superior a 350 g/l.

El Documento de Patente de Número WO 03/004557 describe absorbedores de UV de hidroxifeniltriazina altamente compatibles y su uso en la protección de plantas en invernaderos y alimentos, cosméticos, etc. de los efectos nocivos de la radiación ultravioleta. Las tris-aril-triazinas descritas son especialmente eficaces con este fin cuando se incorporan a los recipientes o a las películas en los que se almacenan dichos materiales.

El Documento de Patente de los EE.UU. de Número US 5 753 756 describe una composición de revestimiento útil para un acabado para automóviles y camiones en el que el aglutinante formador de película que se describe comprende un copolímero de (met)acrilato con funcionalidad hidróxilo derivado de comonomeros que comprenden un comonomero (met)acrílico cicloalifático sustituido con alquilo y/o un comonomero de vinilo aromático sustituido con alquilo. La composición comprende además un oligo-éster con múltiples hidroxilos estructurado y un agente de reticulación. La composición se caracteriza por un equilibrio mejorado de la viscosidad y del tiempo de secado.

El Documento de Patente de Número WO 02/051946 describe un dispersante polimérico de pigmento de carboxilato de poliéster para usar como una resina molida para incorporar al pigmento inorgánico en una dispersión de pigmento para una composición de revestimiento. El dispersante polimérico de pigmento es el producto de reacción de pentaeritritol, anhídrido hexahidroftálico, neodecanoato de glicidilo y dimetiletanolamina. El dispersante polimérico de pigmento se prepara haciendo reaccionar pentaeritritol y anhídrido hexahidroftálico para formar un compuesto intermedio. A continuación, un grupo epoxi de glicidilneodecanoato reacciona con el compuesto intermedio, y luego la dimetiletanolamina neutraliza el compuesto intermedio para formar el dispersante polimérico de pigmento completado. El dispersante polimérico de pigmento se usa para humectar y moler de forma eficiente el pigmento.

El Documento de Patente Europea de Número EP 1571189 se refiere a una resina de poliéster preparada en varias

etapas. En una primera etapa, se hace reaccionar un compuesto con funcionalidad hidroxilo con un anhídrido de ácido carboxílico para formar un compuesto intermedio con grupos hidroxilo y ácido carboxílico. El compuesto intermedio se somete a condensación, en donde los grupos hidroxilo reaccionan con los grupos ácido carboxílico del compuesto intermedio. El producto de condensación es una resina de poliéster con enlaces éster y grupos ácido carboxílico. Este poliéster se hace reaccionar luego con un segundo compuesto que tiene al menos un grupo epoxi y un compuesto de carbamato. El documento describe además una composición de revestimiento que incluye la resina de poliéster y un agente de reticulación reactivo con la resina de poliéster.

El objeto de la presente invención es proporcionar un concentrado de pigmento no acuoso que comprende una resina que es ampliamente compatible con diferentes sistemas aglutinantes. Un objeto adicional es proporcionar una resina que permita la formulación de concentrados de pigmentos que tengan un bajo contenido de compuestos orgánicos volátiles (COV).

Este objeto se logra mediante un concentrado de pigmento no acuoso que comprende uno o más pigmentos, uno o más dispersantes, y al menos una resina, caracterizado porque la resina es un poliéster que comprende de media de 2 a 7 bloques constituyentes de oligo-éster con una cola hidrófoba unida los mismos, en donde la cola hidrófoba se selecciona del grupo que consiste en: (a) hidrocarburos ramificados, (b) hidrocarburos que contienen un grupo cíclico, y (c) hidrocarburos lineales, con la condición de que cuando dicho hidrocarburo lineal esté unido al bloque constituyente de oligo-éster a través de un grupo éster, el hidrocarburo lineal contenga de 3 a 12 átomos de carbono, y en donde el poliéster se forme haciendo reaccionar uno o más anhídridos y/o los correspondientes ácidos dicarboxílicos con uno o más dioles y/o monoepóxidos con dicha cola hidrófoba pendiente, y una molécula iniciadora monofuncional seleccionada del grupo de alcoholes, aminas, ácidos carboxílicos o tioles.

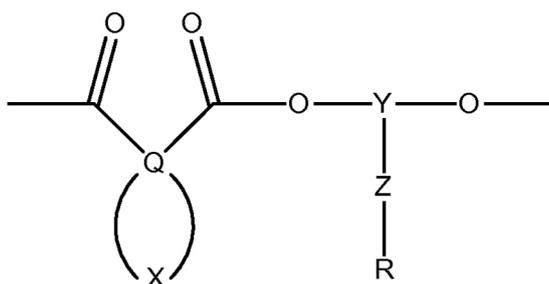
El concentrado puede comprender adicionalmente uno o más disolventes y/o diluyentes, siempre que el concentrado de pigmento permanezca no acuoso, que se define como el concentrado que contiene menos del 5 % en peso de agua, basado en el peso total del concentrado de pigmento. Más preferiblemente, el concentrado de pigmento contiene menos del 2,5 % en peso, incluso lo más preferiblemente menos del 1 % en peso de agua.

Los bloques constituyentes de oligo-éster se forman haciendo reaccionar uno o más anhídridos y/o los correspondientes ácidos dicarboxílicos con uno o más dioles y/o monoepóxidos con un grupo hidrófobo pendiente, formando así enlaces éster. Un ejemplo de un monoepóxido adecuado es el neodecanoato de glicidilo. Sorprendentemente, se encontró que tales poliésteres son compatibles con una amplia gama de resinas aglutinantes y de tipos de disolventes.

El término "bloque constituyente de oligo-éster" se define como un bloque constituyente que contiene al menos un grupo éster y está unido a otros bloques constituyentes de poliéster por al menos un grupo éster.

El poliéster presente en el concentrado de pigmento según la presente invención contiene en promedio 2-7, más preferiblemente 2-5, y lo más preferiblemente 3-5 bloques constituyentes de oligo-éster.

El bloque constituyente de oligo-éster puede tener una estructura según la siguiente fórmula:



en donde:

Q = un enlace covalente o un radical hidrocarbonado con al menos uno, preferiblemente 1-4, más preferiblemente 2-4, y lo más preferiblemente 2 átomos de carbono;

X = un radical divalente, opcionalmente ramificado y/o sustituido, por ejemplo, un radical hidrocarbonado saturado o insaturado que contiene al menos 2 átomos de carbono, que comprende opcionalmente otros grupos éster;

Y = un radical de hidrocarbonado trivalente;

Z = un grupo que une la cola hidrófoba al bloque constituyente de oligo-éster, o un enlace covalente. Ejemplos de grupos de enlace adecuados son grupos éster, grupos éter, enlaces C-C simples o dobles

R = la cola hidrófoba.

Alternativamente, se pueden usar bloques constituyentes con una estructura similar, pero sin el grupo X. En otra realización, se puede usar el ácido oxálico para introducir los grupos éster. En ese caso, tanto Q como X están ausentes del bloque constituyente.

5 Como se puede ver en la estructura anterior, el bloque constituyente de oligo-éster contiene al menos un grupo éster y se puede unir a otros bloques constituyentes mediante grupos éster.

10 Los bloques constituyentes de oligo-éster en donde Q y X están presentes para formar un anillo se pueden obtener, por ejemplo, esterificando anhídridos cíclicos o sus correspondientes ácidos dicarboxílicos que poseen grupos cíclicos con grupos que tienen una cola hidrófoba. El anhídrido puede ser, por ejemplo, un anhídrido cíclico de ácidos dicarboxílicos cíclicos o acíclicos, insaturados, aromáticos y/o saturados. El anhídrido puede ser, por ejemplo, anhídrido ftálico, anhídrido hexahidroftálico, anhídrido metil-hexahidroftálico, anhídrido tetrahidroftálico o mezclas de los mismos. Ácidos dicarboxílicos adecuados son, por ejemplo, los ácidos carboxílicos de los anhídridos mencionados anteriormente o, por ejemplo, ácido 1,3-ciclohexano dicarboxílico o ácido 1,4-ciclohexano dicarboxílico, o sus equivalentes de ciclopentano o cicloheptano.

15 Los bloques constituyentes de oligo-éster acíclicos en donde X está ausente se pueden obtener usando, por ejemplo, anhídrido succínico, anhídrido maleico, anhídrido malónico, los correspondientes ácidos dicarboxílicos, o el ácido oxálico.

Los bloques constituyentes de oligo-éster en donde X comprende un grupo éster se pueden obtener usando, por ejemplo, ácidos tricarboxílicos o sus anhídridos, tales como el anhídrido trimelítico.

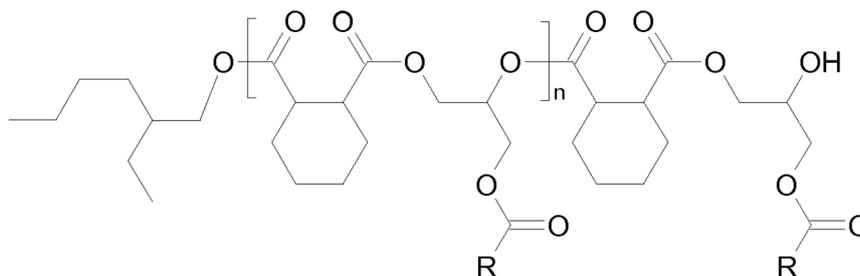
20 Para obtener bloques constituyentes de oligo-éster también se puede usar cualquier combinación o mezcla de los ácidos y/o anhídridos enumerados.

25 Los ácidos o anhídridos carboxílicos se pueden unir mediante esterificación con un monoepóxido que lleva una cola hidrófoba para formar el bloque constituyente de oligo-éster. Monoepóxidos adecuados son, por ejemplo, olefinas epoxidadas, tales como óxido de ciclohexeno o  $\alpha$ -olefinas epoxidadas, por ejemplo, óxido de dodeceno, óxido de tetradeceno y óxido de octadeceno; éteres glicidílicos, tales como éter etilhexil glicidil éter, n-butil glicidil éter, t-butil glicidil éter, hexil glicidil éter, fenil glicidil éter; y los ésteres glicidílicos de ácidos carboxílicos, tales como el glicidil éster del ácido versático, por ejemplo, neodecanoato de glicidilo, disponible comercialmente de Hexion como Cardura<sup>®</sup> E10P o mezclas del mismo. Otros ejemplos adecuados son los hidrocarburos aromáticos que contienen epoxi, tales como el óxido de estireno.

30 En lugar de o además de los monoepóxidos, los dioles se pueden hacer reaccionar con los ácidos o anhídridos carboxílicos para formar el bloque constituyente de oligo-éster. Dioles adecuados incluyen 1,3-propanodiol, 1,2-etanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicoles, dipropilenglicol, y politetrahidrofurano. Dioles ramificados adecuados incluyen dimetilolpropano, neopentilglicol, 2-propil-2-metil-1,3-propanodiol, 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol, 2,2-dietil-1,3-propanodiol, 1,2-propanodiol, 1,3-butanodiol, 2,2,4-trimetilpentano-1,3-diol, trimetilhexano-1,6-diol, 2-metil-1,3-propanodiol, tripropilenglicol y polioxipropilenglicoles. Dioles cicloalifáticos adecuados incluyen 1,4-ciclohexanodiol, ciclohexanodimetanol y formales cíclicos de pentaeritritol, y 1,3-dioxano-5,5-dimetanol. Dioles de aralquilo adecuados incluyen 1,4-xilenoglicol y 1-fenil-1,2-etanodiol.

35 Opcionalmente, según la presente invención los poliésteres pueden contener una repetición de bloques constituyentes de oligo-éster formados a partir de la reacción alterna de un anhídrido cíclico o diácido con un (mono)epóxido o diol. Esto se puede iniciar, por ejemplo, mediante una molécula iniciadora monofuncional y se puede catalizar, por ejemplo, mediante catalizadores tales como sales de zinc, por ejemplo, acetato de zinc

40 Los monoalcoholes se pueden usar, por ejemplo, como una molécula iniciadora. Los alcoholes monofuncionales adecuados para usar como moléculas iniciadoras incluyen alcoholes lineales, tales como metanol, etanol, hexanol, butanol, octanol, hexadecanol, etc., alcoholes ramificados, tales como iso-propanol, 2-etilhexanol, etc., alcoholes cicloalifáticos, tales como ciclohexanol, alcoholes aralquílicos, tales como alcohol bencílico o fenol. Por ejemplo, un poliéster preparado con 2-etilhexanol, anhídrido hexahidroftálico y un éster de glicidilo puede tener la siguiente estructura:



en donde R es la cola hidrófoba, por ejemplo, un grupo hidrocarbonado, y  $n \geq 0$ , preferiblemente 0-6, más preferiblemente 1-5, y lo más preferiblemente 2-4. Otro ejemplo es un poliéster similar con grupos derivados de éteres de glicidilo.

5 Otras posibles moléculas iniciadoras son las aminas. Aminas primarias adecuadas son las monoaminas, por ejemplo, alquilaminas tales como la butilamina. También se pueden usar monoaminas secundarias, tales como la piperidina, y dialquilaminas, por ejemplo, la dibutilamina. Moléculas iniciadoras con funcionalidad ácido carboxílico adecuadas son los monoácidos, tales como el ácido 2-etilbutírico o el ácido ciclohexanocarboxílico. También se pueden usar como moléculas iniciadoras los monotioles, como el dodecano tiol. Además, se pueden usar mezclas de dos o más de las moléculas iniciadoras antes mencionadas.

10 Si se desea, las moléculas iniciadoras con funcionalidad hidroxilo se pueden generar *in situ*, por ejemplo, vía reacción de un epóxido con un ácido monocarboxílico. Un epóxido adecuado es, por ejemplo, neodecanoato de glicidilo. Otros medios para generar el grupo hidroxilo *in situ* incluyen la reacción de un epóxido con una amina, un tiol o un fenol o la reacción de una lactona cíclica, por ejemplo,  $\epsilon$ -caprolactona, con una amina, un alcohol o un tiol.

15 Según la presente invención, se usa una molécula iniciadora monofuncional y el poliéster resultante contiene una cola que se origina a partir de dicha molécula iniciadora en un extremo de la cadena del polímero. Dicho poliéster consiste en (i) en promedio de 2-7, más preferiblemente de 2-6, y lo más preferiblemente de 3-5 bloques constituyentes oligo-éster con la cola hidrófoba unida al mismo, y (ii) una cola que se origina a partir de una molécula iniciadora monofuncional en un extremo de la cadena del polímero, seleccionándose dicha molécula iniciadora monofuncional del grupo que consiste en alcoholes, aminas, ácidos carboxílicos y tioles. Preferiblemente, la cola hidrófoba está unida al bloque constituyente de oligo-éster mediante un grupo éster. La molécula iniciadora monofuncional es preferiblemente un monoalcohol ramificado, tal como 2-alkil alcohol, por ejemplo 2-etilhexanol. Así, cuando la molécula iniciadora monofuncional es 2-etilhexanol, la cadena de polímero resultante contendrá una cola de 2-etilhexilo en un extremo.

25 El poliéster usado en la presente invención posee colas hidrófobas. El término hidrófoba describe la tendencia de una molécula o de un grupo molecular a salirse del o a no penetrar en el agua, como se define en la norma ISO 862:1995. Las propiedades hidrófobas de las moléculas o de los grupos están generalmente relacionadas con la presencia de grupos hidrocarbonados. Las colas hidrófobas comprenden preferiblemente de 4-20, más preferiblemente de 6-16, incluso más preferiblemente de 8-10, y lo más preferiblemente aproximadamente 9 átomos de carbono. Las colas de hidrocarburos pueden ser grupos hidrocarbonados saturados, insaturados o aromáticos y pueden ser ramificados, lineales o cíclicos. Las colas hidrófobas pueden contener, por ejemplo, también grupos éter y/o éster, tales como grupos obtenibles mediante la apertura del anillo de la  $\epsilon$ -caprolactona mediante un ácido o un alcohol. Sin embargo, es esencial que cuando la cola hidrófoba sea un grupo hidrocarbonado unido al bloque constituyente de oligo-éster a través de un grupo éster (es decir, cuando Z es un grupo éster), el grupo hidrocarbonado lineal contenga de 3 a 12 átomos de carbono.

35 Preferiblemente, el poliéster tiene un índice de acidez por debajo de 20 mg de KOH/g, más preferiblemente por debajo de 10 mg de KOH/g, lo más preferiblemente por debajo de 5 mg de KOH/g. Para reducir el índice de acidez del producto final, se puede usar un compuesto reactivo con ácido, tal como un monoalcohol o monoepóxido, para la reacción con los grupos terminales de ácido carboxílico del poliéster. Compuestos adecuados incluyen los monoepóxidos y monoalcoholes enumerados anteriormente.

40 Opcionalmente, la resina de poliéster puede tener grupos con funcionalidad hidroxilo. En ese caso, se pueden hacer reaccionar en sistemas de pintura basados en la reticulación con agentes reticulantes reactivos con OH, tales como los isocianatos. El poliéster tiene preferiblemente un índice de hidroxilo de 0-250 mg de KOH/g, más preferiblemente de 0-160 mg de KOH/g. El valor de hidroxilo se puede reducir, por ejemplo, por reacción con compuestos reactivos con OH, tales como el anhídrido acético.

45 Mientras que en el Documento de Patente de Número WO 03/089522 se usan poliésteres con grupos de anclaje de pigmento de carbamato como dispersantes, los poliésteres de la presente invención se usan como resinas compatibilizadoras y se combinan con dispersantes en el concentrado de pigmento. Estos dispersantes comprenden típicamente una parte polimérica y uno o más grupos afines a los pigmentos. A menudo, estos dispersantes se construyen como polímeros de tipo peine con una o más cadenas poliméricas y uno o más grupos afines a los pigmentos. En general, un dispersante con una única cadena de polímero tiene un grupo afin a los pigmentos en una posición terminal. Otros tipos de dispersantes pueden tener una cadena principal con grupos afines a los pigmentos y tienen colas poliméricas que son solubles en el disolvente que se usará. Con el fin de ser solubles en los disolventes orgánicos, las colas poliméricas pueden consistir, por ejemplo, principalmente en partes hidrocarbonadas alifáticas. En general, los grupos afines a los pigmentos son grupos con alta polaridad, por ejemplo, grupos iónicos, tales como grupos carboxílico, sulfato, sulfonato, sales de aminas, fosfatos o fosfonatos. Los grupos no iónicos, tales como los grupos carbamato, urea, amida o amina, también pueden ser adecuados grupos afines a los pigmentos. Dispersantes adecuados son, por ejemplo, los dispersantes Solsperse<sup>®</sup>, Solplus<sup>®</sup> e Ircospense<sup>®</sup>, disponibles en Lubrizol Advanced Materials, los dispersantes Disperbyk<sup>®</sup> de Byk Chemie, los dispersantes Efka<sup>®</sup> de Ciba, los dispersantes Tego<sup>®</sup> de Degussa, y los dispersantes Nuospense<sup>®</sup> de Elementis Specialties. La cantidad de dispersante puede ser, por ejemplo, al menos aproximadamente un 0,1 % en peso de los pigmentos usados, por

ejemplo, al menos aproximadamente un 2 % en peso de pigmento. La cantidad de dispersante puede ser, por ejemplo, inferior al 100 % en peso de los pigmentos usados, por ejemplo, inferior aproximadamente al 10 % en peso de pigmento.

5 El concentrado de pigmento puede contener disolventes, pero también puede estar libre de disolventes si así se desea. Disolventes adecuados incluyen, por ejemplo, disolventes aromáticos, tales como xileno, mesitileno, o los disolventes comercializados como Solvesso<sup>®</sup> 100 de Exxon. También se pueden usar disolventes exentos de aromáticos, tales como disolventes de hidrocarburos alifáticos, por ejemplo, isoparafinas; ésteres, tales como acetato de n-butilo; éteres, tales como butoxi etanol; ésteres de éter, tales como metoxipropilacetato o cetonas, y alcoholes, tales como n-butanol, al igual que la trementina mineral. Alternativa o adicionalmente, la composición  
10 puede contener diluyentes reactivos no volátiles, tales como hexanodiol diglicidil éter, neodecanoato de glicidilo, aceite de linaza epoxidado o alcohol bencílico, y/o diluyentes no reactivos, tal como por ejemplo ftalato de dibutilo y resinas hidrocarbonadas aromáticas líquidas, tales como los hidrocarburos de las series Hirenol<sup>®</sup> PL y CL disponibles comercialmente de Kolon Chemical Company. También se pueden usar mezclas de cualquier combinación de dos o más de los disolventes y/o diluyentes anteriormente mencionados.

15 Los pigmentos a usar pueden ser pigmentos inorgánicos u orgánicos. Ejemplos de pigmentos inorgánicos incluyen dióxido de titanio, óxido de zinc, negro de humo, óxidos de hierro, vanadatos de bismuto, tierra de siena o tierra tostada y en bruto, verde de óxido de cromo, pigmentos de cadmio y pigmentos de cromo. Ejemplos de pigmentos orgánicos incluyen ftalocianinas, quinacridonas, antraquinonas, isoindolininas, pirantronas, indantronas, derivados de dioxazina, dicetopirrolpirrolas y compuestos azo.

20 Los concentrados de pigmentos de la presente invención también pueden comprender pigmentos de efecto o pigmentos de brillo. Estos son pigmentos de una o varias capas en forma de plaquetas que muestran efectos visuales marcados por la interacción de los fenómenos de interferencia, reflexión y absorción. Ejemplos son plaquetas de aluminio y aluminio, óxido de hierro y plaquetas perladas o de mica que llevan uno o más revestimientos, especialmente de óxidos de metal. También se pueden usar pigmentos dicróicos o de cambio de  
25 color.

Opcionalmente, se pueden añadir pigmentos de carga, tales como arcilla, baritas, sílice, talco, mica, wollastonita y similares.

Se pueden obtener altos contenidos de pigmento en los concentrados de pigmento según la presente invención sin la necesidad de aumentar el contenido de disolvente, mientras se mantiene una viscosidad satisfactoria. Si se usan  
30 pigmentos orgánicos, el contenido de pigmento oscila adecuadamente del 5-45 % en peso, preferiblemente del 25-40 % en peso, basado en el peso total del concentrado de pigmento. Si se usan pigmentos inorgánicos, el contenido de pigmento puede ser más del 30 % en peso, por ejemplo, del 40-60 % en peso, o incluso mayor, por ejemplo, en el caso del dióxido de titanio. Si se usan pigmentos translúcidos, por ejemplo, óxidos de hierro translúcidos, el contenido de pigmento puede ser superior al 5 % en peso, preferiblemente superior al 20 % en peso o incluso  
35 superior al 30 % en peso. Si se usa negro de humo, el contenido de pigmento puede ser, por ejemplo, del 10-20 % en peso.

Preferiblemente, el concentrado de pigmento tiene un contenido de compuestos orgánicos volátiles COV que no excede de 250 g/l, medido según el método EPA 24 de la Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU. Preferiblemente, el contenido de COV del concentrado de pigmento es lo suficientemente bajo para permitir la  
40 formulación de pinturas con un contenido de COV que no exceda de 100 g/l.

Opcionalmente, el concentrado de pigmento comprende una resina adicional, tal como una resina de acrilato o una resina de urea-aldehído. Resinas acrílicas adecuadas son, por ejemplo, Setalux<sup>®</sup> 1385-51 disponible de Nuplex Resins. La relación de mezcla entre la resina adicional y el poliéster es preferiblemente 0:1-4:1, más preferiblemente 1:1-3:1.

45 El concentrado de pigmento según la presente invención se puede preparar, por ejemplo, mediante molienda de un pigmento con un dispersante. El poliéster se añade durante o después de la molienda. Opcionalmente, se pueden añadir resinas adicionales, tales como una resina acrílica, durante o después de la molienda.

El concentrado de pigmento según la presente invención es adecuado para teñir varios tipos de pinturas base. Las pinturas base se pueden basar en aglutinantes inorgánicos, tales como polisiloxanos, o en aglutinantes orgánicos, tales como acrilatos, poliésteres, alquidos o poliuretanos, o mezclas o híbridos de los mismos. Las pinturas base basadas en disolventes pueden estar basadas, por ejemplo, en disolventes alifáticos o aromáticos. El concentrado  
50 de pigmento según la invención también se puede usar en sistemas de tóner como se describió anteriormente.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos.

## Ejemplos

### Materiales

En estos ejemplos, las composiciones enumeradas a continuación están disponibles como se indica.

Bayferrox <sup>®</sup> Yellow 3920	pigmento amarillo de óxido de hierro, de Bayer;
Cardura <sup>®</sup> E10P	neodecanoato de glicidilo, disponible de Hexion;
Dowanol <sup>®</sup> PM Acetate	1-metoxi-2-propil acetato, disponible de Dow;
Disperbyk <sup>®</sup> 170	dispersante, disponible de Byk Chemie;
Fascat <sup>®</sup> 4101	catalizador de dihidróxido de butilclorotina, disponible de Arkema;
Intermediate <sup>®</sup> 3074	polisiloxano, disponible de Dow Corning;
Irgazin <sup>®</sup> Red 2030	pigmento rojo, disponible de Ciba Specialty Chemicals;
Laropal <sup>®</sup> A81	resina de urea-aldehído, disponible de BASF;
Monastral <sup>®</sup> Blue CSN	pigmento azul de ftalocianina de cobre (II), disponible de Heubach;
Setal <sup>®</sup> 164,	resina de polioli de poliéster, disponible de Nuplex Resins;
Setalux <sup>®</sup> 1161	acrilato, disponible de Nuplex Resins;
Setalux <sup>®</sup> 1385-51	poliol acrílico, disponible de Nuplex Resins;
Solsperse <sup>®</sup> 38500	sinérgico de pigmentos, disponible de Lubrizol Advanced Materials;
Solsperse <sup>®</sup> 5000	dispersante, disponible de Lubrizol Advanced Materials;
Special Black 100	negro de humo, disponible de Degussa;
Sunfast <sup>®</sup> Blue 15.2	pigmento azul, disponible de Sun Chemical;
Synocure <sup>®</sup> 892 BA70	poliamina acrílica, disponible de Cray Valley;
Tioxide <sup>®</sup> TR92	pigmento de dióxido de titanio, disponible de Huntsman;
Trigonox <sup>®</sup> 21	tert-butil peroxi-2-etil hexanoato, disponible de Akzo Nobel Chemicals.

- 5 En los Ejemplos, todas las cantidades están en gramos, a menos que se indique lo contrario.

#### Ejemplo 1 (Comparativo)

10 En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 104,3 g de neopentilglicol con 308,7 g de anhídrido hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a 150°C durante 1 hora. Luego se añadieron 52,1 g de neopentilglicol junto con 0,23 g de Fascat<sup>®</sup> 4101. La mezcla se calentó a 200°C, y se mantuvo a 200°C durante aproximadamente 6 horas, después de lo cual se enfrió a 150°C y se añadieron 0,38 g de trifetilfosfina. Luego se añadieron 212,2 g de Cardura<sup>®</sup> E10P durante 3 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura<sup>®</sup> E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de <5 mg de KOH/g.

#### 15 Ejemplo 2 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 90,7 g de neopentilglicol con 268,4 g de anhídrido hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a 150°C durante 1 hora. Luego se añadieron 62,8 g de ciclohexano dimetanol junto con 0,21 g de Fascat<sup>®</sup> 4101. La mezcla se calentó a 200°C, y se mantuvo a

200°C durante aproximadamente 4 horas, después de lo cual se enfrió a 150°C y se añadieron 0,4 g de trifenilfosfina. Luego se añadieron 209,6 g de Cardura® E10P durante 2 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura® E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

#### 5 Ejemplo 3 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 71,6 g de 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol con 192,5 g de ácido ciclohexano-1,2-dicarboxílico y 0,13 g de Fascat® 4101. La mezcla se calentó a 200°C, y se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora, después de lo cual se enfrió a 150°C y se añadieron 0,55 g de trifenilfosfina. Luego se añadieron 301,5 g de Cardura® E10P durante 2 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Se mantuvo la mezcla a la misma temperatura durante otras 2 horas hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

#### Ejemplo 4 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 0,5 litros equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 31,6 g de 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol con 79,4 g de anhídrido de hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 140°C, y se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,25 g de trifenilfosfina. Luego se añadieron 142,2 g de Cardura® E10P durante 2 horas mientras se mantenía la reacción a 140°C. Luego, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

#### 20 Ejemplo 5

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 53,4 g de 2-etilhexanol con 252,6 g de anhídrido hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a la misma temperatura durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,7 g de trifenilfosfina. Luego, se añadieron 393,3 g de Cardura® E10P durante 4 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura® E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

#### Ejemplo 6

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 50,0 g de 2-etilhexanol con 236,8 g de anhídrido hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a la misma temperatura durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,57 g de trifenilfosfina. Luego se añadieron 286,1 g de 2-etilhexil glicidil éter durante 4 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura® E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 20 mg de KOH/g.

#### Ejemplo 7 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 69,9 g de pentaeritritol con 316,6 g de anhídrido hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a la misma temperatura durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,91 g de trifenilfosfina. Luego se añadieron 513,5 g de Cardura® E10P durante 2,5 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura® E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

#### Ejemplo 8 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 72,5 g de pentaeritritol con 328,4 g de anhídrido hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a la misma temperatura durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,98 g de trifenilfosfina. Se añadieron 533,3 g de 2-etilhexil glicidil éter durante 4 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Posteriormente, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 15 mg de KOH/g.

#### Ejemplo 9

Se cargó una cantidad de 87,8 g de anhídrido hexahidroftálico en un matraz de reacción de 0,5 litros equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora. La carga se calentó a 50°C y se añadieron 18,4 g de dibutilamina durante 30 minutos. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a 150°C durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,25 g de trifenilfosfina. Luego, se añadieron 136,7 g de Cardura® E10P a la mezcla durante 4 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Posteriormente, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 10 mg de KOH/g.

## Ejemplo 10

Se cargó una cantidad de 20,8 g de dibutilamina en un matraz de reacción de 0,5 litros equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora. El matraz reactor se calentó a 80°C y se añadieron 38,6 g de Cardura® E10P durante 1 hora mientras se mantenía la temperatura a 80°C. La mezcla se calentó luego a 125°C durante 4 horas. La reacción se enfrió a 60°C y se añadieron 74,4 g de anhídrido hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a la misma temperatura durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,25 g de trifetilfosfina. Posteriormente, se añadieron 115,9 g de Cardura® E10P durante 2,5 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura® E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que el índice de acidez estuvo por debajo de 5 mg de KOH/g.

## 10 Ejemplo 11 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 73,3 g de 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol con 98,5 g de ácido ciclohexano-1,2-dicarboxílico, 98,5 g de ácido ciclohexano-1,4-dicarboxílico y 0,14 g de Fascat® 4101. La mezcla se calentó a 200°C, y se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora, después de lo cual se enfrió a 150°C y se añadieron 0,54 g de trifetilfosfina. Luego se añadieron 286,6 g de Cardura® E10P durante 2 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

## Ejemplo 12 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 41,7 g de ácido 2,2-bis(hidroximetil)propanoico con 239,0 g de anhídrido hexahidroftálico y 0,7 g de trifetilfosfina. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a 150°C durante una hora más. Luego se añadieron 425,5 g de Cardura® E10P durante 3 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 12 mg de KOH/g.

## 25 Ejemplo 13 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 129,4 g de anhídrido hexahidroftálico con 302,4 g de Cardura® E10P y 0,43 g de acetato de zinc. La mezcla se calentó a 90°C, y se mantuvo a esta temperatura durante 4 horas. El índice de acidez del producto era <5 mg de KOH/g.

## 30 Ejemplo 14 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 0,5 litros equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se cargaron 227,6 g del poliéster preparado según el Ejemplo 7 y se calentaron a 100°C. Luego se añadieron 54,3 g de anhídrido acético y se mantuvo la mezcla a 120°C durante 2 horas. La mezcla se calentó entonces a 150°C y se recogió el ácido acético en la trampa Dean-Stark. La mezcla se calentó a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

## Ejemplo 15

En un matraz de reacción de 500 ml equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 45,1 g de 2-etilhexanol con 80,1 g de anhídrido hexahidroftálico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a la misma temperatura durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,25 g de trifetilfosfina. Luego se añadieron 124,6 g de Cardura® E10P durante 3 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura® E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 10 mg de KOH/g.

## Ejemplo 16 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 0,5 litros equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 37,6 g de trimetilol propano, 21,6 g de anhídrido hexahidroftálico y 0,03 g de Fascat® 4101, se calentaron a 200°C, y se mantuvieron a 200°C durante 4 horas. Luego la mezcla se enfrió a 120°C, se añadieron 86,3 g de anhídrido hexahidroftálico, y el conjunto se mantuvo a 120°C durante 2 horas más. Luego la mezcla se calentó a 150°C, y se añadieron 0,27 g de trifetilfosfina. Luego se añadieron 134,3 g de Cardura® E10P durante 3 horas mientras se mantenía la temperatura a 150°C. Después de la adición de Cardura® E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

## Ejemplo 17

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una trampa Dean-Stark, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se cargaron 177,0 g de acetato de 1-metoxi-2-propilo

(Dowanol<sup>®</sup> PM Acetate) y se calentaron a 150°C. Luego se añadieron 93,9 g de metacrilato de hidroxipropilo, 90,0 g de metacrilato de butilo, 60,0 g de metacrilato de metilo, 8,8 g de 1-octanotiol y 6,5 g de terc-butil peroxi-2-etilhexanoato (Trigonox<sup>®</sup> 21, disponible de Akzo Nobel Chemicals) a un matraz cónico de 1 litro. Esta mezcla se añadió al reactor durante 3 horas, mientras se mantenía la temperatura de la reacción a 150°C. Se mantuvo la mezcla a 150°C durante una hora más y luego se añadieron 5,0 g de Trigonox<sup>®</sup> 21. La reacción se mantuvo a 150°C durante otra hora. Luego la mezcla se enfrió a 80°C y se añadieron 100,5 g de anhídrido hexahidroftálico. Luego, la temperatura de la mezcla se aumentó a 150°C, y se mantuvo durante 2 horas, después de lo cual se añadieron 0,51 g de trifenilfosfina. Luego se añadieron 162,9 g de Cardura<sup>®</sup> E10P durante 2 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura<sup>®</sup> E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 20 mg de KOH/g.

#### Ejemplo 18 (Comparativo)

En un matraz de reacción de 1 litro equipado con un agitador, un termopar, un condensador, una entrada de nitrógeno, y una manta calefactora, se mezclaron 69,9 g de pentaeritritol con 205,5 g de anhídrido succínico. La mezcla se calentó a 150°C, y se mantuvo a la misma temperatura durante 1 hora, después de lo cual se añadieron 0,91 g de trifenilfosfina. Luego se añadieron 513,5 g de Cardura<sup>®</sup> E10P durante 2,5 horas mientras se mantenía la reacción a 150°C. Después de la adición de Cardura<sup>®</sup> E10P, se mantuvo la mezcla a la misma temperatura hasta que se obtuvo un índice de acidez de < 5 mg de KOH/g.

#### Evaluación de la compatibilidad de las resinas de los Ejemplos 1-15

Para probar la compatibilidad de las resinas compatibilizadoras de los Ejemplos 1-15 con una gama de sistemas aglutinantes de pintura base, se llevó a cabo el siguiente procedimiento de evaluación.

La evaluación se llevó a cabo con las siguientes resinas base: un poliol acrílico, un alquido de secado oxidativo basado en ácido graso de aceite y pentaeritritol con una longitud de aceite del 64 %, una poliamina acrílica, Synocure<sup>®</sup> 892 BA70 disponible de Cray Valley y un polisiloxano (Dow Corning<sup>®</sup> 3074 Intermediate).

Las resinas base y las resinas compatibilizadoras se mezclaron en una relación de mezcla de 10:1. Se pesaron con precisión aproximadamente 0,25 g de la resina compatibilizadora en cuatro viales de vidrio. Luego, en cada vial, se pesaron con precisión aproximadamente 2,5 g de la resina base requerida. Luego, en cada vial, se pesaron con precisión aproximadamente 2,75 g del disolvente (Acetato de 1-metoxi-2-propilo). Las muestras se mezclaron hasta que se disolvieron por completo. En el caso del vial que contenía el Dow Corning<sup>®</sup> 3074 Intermediate, se añadieron 0,125 g de 3-aminopropil trietoxisilano y 0,05 g de dilaurato de dibutilestaño. Luego, se aplicaron películas para todas las muestras usando una barra de aplicación de película de 400 µm en un panel de vidrio y se almacenaron a 25°C durante 24 horas. Las pruebas se repitieron con una temperatura de almacenamiento de 10°C. La compatibilidad se evaluó visualmente y se categorizó como OK (película clara), ligeramente turbia, o turbia.

En todos los casos, las películas permanecieron transparentes y no se observó turbidez, lo que indica que las resinas compatibilizadoras son totalmente compatibles con las diversas resinas aglutinantes.

#### Evaluación de la compatibilidad de la resina del Ejemplo 18

La compatibilidad de la resina compatibilizadora del Ejemplo 18 se probó con las siguientes resinas: resinas acrílicas Setalux<sup>®</sup> 1385 y Setalux<sup>®</sup> 1161 disponibles de Nuplex Resins, Setal<sup>®</sup> 164, una resina polioliol de poliéster disponible de Nuplex Resins, y una mezcla de dos resinas de butirato de acetato de celulosa disponibles de Eastman Chemical Company.

Cada resina, o mezcla de resinas en el caso de los butiratos de acetato de celulosa, se mezcló con la resina compatibilizadora en una botella de vidrio de 100 ml usando una relación de mezcla de 10:1. A 1 g de resina compatibilizadora se añadieron 10 g de la resina que se estaba probando. Luego, a cada botella, se añadieron 11 gramos de disolvente de acetato de 1-metoxi-2-propilo. Las botellas se agitaron vigorosamente hasta que la muestra de resina se hubo disuelto.

Las muestras se juzgaron inicialmente en la botella por cualquier indicio de incompatibilidad, tal como separación de fases o turbidez. Después del almacenamiento a 25°C durante 24 horas, todas las muestras aparecieron homogéneas y claras. Luego, las muestras se aplicaron como una película húmeda usando una barra de aplicación de 200 micrómetros sobre láminas de acetato y se almacenaron a 25°C durante 24 horas. Los ensayos de pintura se evaluaron visualmente y se categorizaron como OK (película clara), ligeramente turbia o turbia. En todos los casos, las películas de resina permanecieron transparentes y no se observó turbidez, lo que demuestra que la resina compatibilizadora es totalmente compatible con las resinas probadas.

#### Viscosidad

Se formuló un concentrado de pigmento que comprendía un 25 % en peso de un pigmento azul, Sunfast<sup>®</sup> Blue 15.2, un 15 % en peso de una disolución al 30 % del poliéster preparado en el Ejemplo 7, un 26 % en peso de una resina acrílica termoendurecible, Setalux<sup>®</sup> 1385 BX51, un 24 % en peso de un dispersante, Disperbyk<sup>®</sup> 170 y un 10 % en

peso de disolvente de acetato de butilo. El contenido de sólidos era aproximadamente un 50 % en peso. La relación de pigmento a aglutinante era aproximadamente 1.

5 Se añadieron perlas de zirconia (200 g) de 1,25-1,6 mm de diámetro a una botella de vidrio de un volumen de 370 ml. A continuación, se añadieron 125 g de la premezcla de pasta de pigmento a la botella. Se añadieron 190 g adicionales de perlas de zirconia. Se ajustó una tapa a rosca y se colocó la botella en una agitadora. La botella se agitó durante 90 minutos con el fin de lograr una pasta de pigmento de finura Hegman de <10 micrómetros.

10 La viscosidad de la pasta se midió usando un viscosímetro de placa y cono CAP2000 a una velocidad de cizalla de 75 rpm y 750 rpm, respectivamente. A una velocidad de cizalla de 75 rpm, la pasta tenía una viscosidad de 2,0 - 2,5 cPs, mientras que la viscosidad a 750 rpm era de 1,5 - 1,8 cPs. Esto significa que, aunque el contenido de pigmento era más de un 30 % superior al de las pastas de la técnica anterior, la viscosidad era aún menor.

Determinación de contenido de COV alcanzable

15 Los concentrados de pigmento se prepararon usando las resinas compatibilizadoras de los Ejemplos 1, 2, 3, 5, 7 y 14. Se llevó a cabo una prueba comparativa usando Laropal® A81, disponible de BASF. En los concentrados de pigmentos se usó Solsperse® 38500, disponible de Noveon Performance Coatings, como dispersante. La evaluación se llevó a cabo con los siguientes pigmentos: un dióxido de titanio (Tioxide® TR92, disponible de Huntsman), óxido de hierro amarillo (Bayferrox® Yellow 3920 de Bayer), negro de humo (Special Black 100, disponible de Degussa), un pigmento azul de ftalocianina de cobre (II) (Monastral® Blue CSN, disponible de Heubach), y un pigmento rojo (Irgazin® Red 2030, disponible de Ciba Specialty Chemicals).

20 Los concentrados de pigmento se prepararon disolviendo las resinas compatibilizadoras en acetato de 1-metoxi-2-propilo. La solución de resina compatibilizadora se mezcló luego con más disolvente y el dispersante, Solsperse® 38500. Se añadió pigmento bajo agitación a una temperatura de 40°C. Se añadieron perlas de vidrio de 1 mm de diámetro en una relación en peso de 1:1 con respecto al peso total del colorante. Para el colorante Bayferrox® Yellow 3920, se usó una relación en peso de 1:1,4. La mezcla se mezcló luego con una velocidad de 8.000 – 10.000 rpm y se filtró usando una malla de poliéster de 250 µm para la separación del medio de molienda. En todos los casos, el producto era un concentrado de pigmento fluido y vertible. La Tabla 1 muestra que se puede lograr un contenido de COV de 250 g/l o menos. La Tabla 2 muestra las formulaciones de los concentrados de pigmentos.

Tabla 1 – Contenido de COV (gramos por litro)

LDR	Bayferrox® Yellow 3920	Monastral® Blue CSN	Special Black 100	Tioxide® TR 92	Irgazin® Red 2030
Laropal® A81	260	325	330	250	260
Ejemplo 1	250	250	220	250	200
Ejemplo 2	245	220	240	230	235
Ejemplo 3	210	185	210	215	170
Ejemplo 5	150	200	190	190	170
Ejemplo 7	240	250	235	230	220
Ejemplo 14		190		180	

Tabla 2 - Formulaciones de concentrados de pigmento (en porcentajes en peso)

	Laropal A81	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 5	Ejemplo 7	Ejemplo 14
Tioxide® TR 92							
Resina compatibilizadora	20,52	34,71	32,88	34,38	35,18	32,98	35,18
Solsperse® 38500	5,69	4,51	4,51	4,51	4,51	4,51	4,51
Acetato de 1-metoxi-2-propilo	8,79	9,26	11,09	9,59	8,79	10,99	8,79
Pigmento	65,00	51,52	51,52	51,52	51,52	51,52	51,52

ES 2 659 318 T3

COV (Teórico)	252,3	197,9	239,64	214,59	201,06	239,5	201,06
Relación pigmento:ligante	2,77	1,46	1,57	1,50	1:46	1:46	1:46
Bayferrox <sup>®</sup> Yellow 3920							
Resina compatibilizadora	27,71	42,66	41,69	43,20	43,20	40,50	
Solsperse <sup>®</sup> 38500	5,42	4,50	4,5	4,50	4,50	4,50	
Acetato de 1-metoxi-2-propilo	11,87	11,34	12,31	10,8	10,8	13,5	
Pigmento	55,00	41,50	41,50	41,50	41,50	41,5	
COV (Teórico)	275,9	220,36	235,5	211,89	211,9	254,3	
Relación pigmento:ligante	1,99	0,97	1,00	0,96	0,96	0,96	
Monastral <sup>®</sup> Blue CSN							
Resina compatibilizadora	54,03	63,44	64,25	64,25	64,25	60,23	64,25
Solsperse <sup>®</sup> 38500	7,99	5,10	5,10	5,10	5,10	5,10	5,10
Solsperse <sup>®</sup> 5000	0,76	0,51	0,51	0,51	0,51	0,51	0,51
Acetato de 1-metoxi-2-propilo	23,14	16,87	16,06	16,06	16,06	20,08	16,06
Pigmento	14,08	14,08	14,08	14,08	14,08	14,08	14,08
COV (Teórico)	310,1	215,1	220,0	220,04	220,04	266,4	220,04
Relación pigmento:ligante	0,25	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22
Special Black 100							
Resina compatibilizadora	59,32	66,94	65,43	67,79	67,79	63,56	
Solsperse <sup>®</sup> 38500	2,54	2,54	2,54	2,54	2,54	2,54	
Acetato de 1-metoxi-2-propilo	25,42	17,79	19,31	16,95	16,95	21,19	
Pigmento	12,72	12,73	12,72	12,72	12,72	12,72	
COV (Teórico)	311,0	222,9	240,5	213,10	213,10	262,1	
Relación pigmento:ligante	0,21	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	
Irgazin <sup>®</sup> Red 2030							
Resina compatibilizadora	49,83	58,75	54,97	59,50	59,50	53,39	
Solsperse <sup>®</sup> 38500	3,81	3,22	3,81	3,22	3,22	3,81	
Acetato de 1-metoxi-2-propilo	21,36	15,62	16,22	14,87	14,87	17,80	
Pigmento	25,00	22,41	25,00	22,41	22,41	25,00	
COV (Teórico)	259,91	203,14	215,5	194,53	194,53	233,8	
Relación pigmento:ligante	0,50	0,38	0,45	0,38	0,38	0,38	

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Concentrado de pigmento no acuoso que comprende uno o más pigmentos, uno o más dispersantes y al menos una resina, caracterizado porque la resina es un poliéster que comprende en promedio de 2 a 7 bloques constituyentes de oligo-éster con una cola hidrófoba unida a los mismos, en donde la cola hidrófoba se selecciona del grupo que consiste en:
- 5
- hidrocarburos ramificados,
  - hidrocarburos que contienen un grupo cíclico, y
  - hidrocarburos lineales, siempre que cuando dicho hidrocarburo lineal esté unido al bloque constituyente de oligo-éster a través de un grupo éster, y el hidrocarburo lineal contenga de 3 a 12 átomos de carbono,
- 10 y en donde el poliéster se forma haciendo reaccionar uno o más anhídridos y/o los correspondientes ácidos dicarboxílicos con uno o más dioles y/o monoepóxidos con dicha cola hidrófoba pendiente, y una molécula iniciadora monofuncional seleccionada del grupo de alcoholes, aminas, ácidos carboxílicos o tioles.
- 2.- Concentrado de pigmento según la reivindicación 1, donde al menos parte de dichos bloques constituyentes de oligo-éster se pueden obtener a partir de un anhídrido carboxílico cíclico o de sus derivados formadores de éster, preferiblemente en los que el anhídrido carboxílico cíclico es anhídrido hexahidroftálico.
- 15
- 3.- Concentrado de pigmento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en donde el poliéster se forma haciendo reaccionar un ácido dicarboxílico o un anhídrido carboxílico con un monoepóxido.
- 4.- Concentrado de pigmento según la reivindicación 3, en donde el monoepóxido es un éster de glicidilo de un ácido alifático.
- 20
- 5.- Concentrado de pigmento según la reivindicación 3, en donde el epóxido es un éter de glicidilo.
- 6.- Concentrado de pigmento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la resina comprende al menos un grupo que se origina a partir de un compuesto monofuncional seleccionado del grupo de alcoholes, aminas, ácidos carboxílicos o tioles.
- 7.- Concentrado de pigmento según la reivindicación 6, en donde dicho compuesto es 2-etilhexanol.
- 25
- 8.- Concentrado de pigmento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la molécula iniciadora monofuncional es un monoalcohol ramificado, preferiblemente 2-alquilalcanol, más preferiblemente 2-etilhexanol.
- 9.- Concentrado de pigmento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el concentrado tiene un contenido de COV que no supera 250 g/l.
- 30
- 10.- Concentrado de pigmento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además una resina adicional, preferiblemente en donde la resina adicional es una resina de acilato.
- 35
- 11.- Procedimiento para preparar un poliéster con colas hidrófobas como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1-10 haciendo reaccionar uno o más monoepóxidos con uno o más ácidos dicarboxílicos o anhídridos y una molécula iniciadora monofuncional seleccionada del grupo de alcoholes, aminas, ácidos carboxílicos o tioles, preferiblemente en donde la molécula iniciadora es un monoalcohol ramificado, tal como un 2-alquil alcanol, por ejemplo, 2-etilhexanol y preferiblemente en donde al menos parte de la molécula iniciadora se forma in situ.
- 12.- Poliéster según se define en cualquiera de las reivindicaciones 1-10.
- 13.- Composición de revestimiento que comprende el poliéster preparado mediante el procedimiento de la reivindicación 11, cuando al menos parte de la molécula iniciadora se forma in situ, o el de la reivindicación 12.
- 40
- 14.- Uso del concentrado de pigmento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-10 en una composición de revestimiento.
- 15.- Método para preparar el concentrado de pigmento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-10 moliendo uno o más pigmentos con uno o más dispersantes y añadiendo la resina durante o después de la molienda.