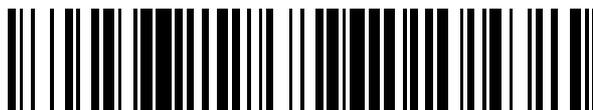


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 770 449**

51 Int. Cl.:

<b>C09C 1/56</b>	(2006.01)
<b>B82Y 30/00</b>	(2011.01)
<b>C09D 5/00</b>	(2006.01)
<b>C08K 3/04</b>	(2006.01)
<b>C09D 171/02</b>	(2006.01)
<b>C08K 9/08</b>	(2006.01)
<b>C09D 7/62</b>	(2008.01)
<b>C09D 7/40</b>	(2008.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2013 PCT/US2013/031290**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **03.10.2013 WO13148242**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2013 E 13714761 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.01.2020 EP 2831181**

54 Título: **Negros de carbono oxidados tratados con poliéteraminas y composiciones de recubrimiento que comprenden los mismos**

30 Prioridad:

**28.03.2012 US 201261616451 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**01.07.2020**

73 Titular/es:

**CABOT CORPORATION (100.0%)  
2 Seaport Lane Suite 1300  
Boston MA 02210-2019, US**

72 Inventor/es:

**NGUYEN, LANG H.;  
STEP, EUGENE N.;  
SAWREY, JEFFREY SCOTT;  
PRENETA, JOSHUA B. y  
SANCHEZ GARCIA, ANGELICA MARIA**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 770 449 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

Negros de carbono oxidados tratados con poliéteraminas y composiciones de recubrimiento que comprenden los mismos

## Campo de la invención

- 5 En el presente documento se desvelan negros de carbono oxidados tratados con poliéteraminas y su uso en recubrimientos y composiciones de recubrimiento.

## Antecedentes

10 El negro de carbón es el pigmento negro más ampliamente usado en tanto las formulaciones basadas en agua como en disolvente para recubrimientos superficiales, que normalmente incluyen resinas. El color del recubrimiento depende de varios factores que incluyen la carga de negro de carbón, la calidad de una dispersión de negro de carbón en la matriz de resina, la calidad específica del negro de carbón y el tamaño de partículas primarias y el tamaño de agregados. Por consiguiente, sigue existiendo una necesidad de mejorar las formulaciones de recubrimiento.

15 El documento de patente US 2003/0024434 desvela que muchos pigmentos para su uso en tintas no son fácilmente solubles en disoluciones acuosas y frecuentemente requieren la presencia de dispersantes para mejorar su dispersabilidad. Sin embargo, estos dispersantes poliméricos tienden a aumentar la viscosidad y el tiempo de secado de la tinta y disminuye la humectabilidad de los medios de impresión con la tinta. Para vencer este problema, el documento de patente US 2003/0024434 desvela un negro de carbón oxidado, cuya superficie se ha recubierto con poliéteraminas. Cao, Shu-Hua et al., "To improve the dispersibility of carbon black in water with plasma and organic amines treatments", Chemical Abstracts Service, Columbus, Ohio, EE. UU., XP002698176, desvela que la dispersabilidad del negro de carbón en agua es baja, pero se puede mejorar oxidando primero el negro de carbón usando un plasma de oxígeno, seguido por un tratamiento superficial con poliéteraminas. Según el documento de patente EP 1 666 543 A1, un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial específica BET de 150 - 300 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 150 - 400 ml/100 g y un tamaño de partículas promedio que varía desde 14 - 24 nm mejora la fluidez de una resina mientras se mantiene alta conductividad eléctrica.

## Sumario

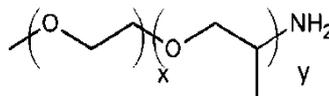
Una realización proporciona un gránulo o material en polvo que comprende:

- 30 un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm; y  
una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, en donde la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

Otra realización proporciona un gránulo o material en polvo que comprende:

- 35 un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm, y

una poliéteramina que tiene la fórmula:



- 40 en donde  $x = 1-35$ ,  $y = 3-30$ ,  $x/y$  es al menos 0,15, y la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

Otra realización proporciona una composición de recubrimiento, que comprende:

un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm,

una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, y;

una resina seleccionada de acrílicos, poliésteres, poliuretanos, alquidos, acetato-butirato de celulosa, nitrocelulosa, melaminas, epoxis, y mezclas y copolímeros de los mismos. La resina puede tener un peso molecular de al menos 10.000.

5 Otra realización proporciona un recubrimiento que comprende:

un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g, y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm,

una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, y

10 una resina seleccionada de acrílicos, poliésteres, poliuretanos, alquidos, acetato-butirato de celulosa, nitrocelulosa, melaminas, epoxis, y mezclas y copolímeros de los mismos.

Otra realización proporciona un método de preparación de un gránulo o material en polvo, que comprende: recubrir un negro de carbón oxidado con una poliéteramina, en donde el negro de carbón oxidado se obtiene oxidando un negro de carbón no modificado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm.

15

### Descripción detallada

En el presente documento se desvelan composiciones dirigidas a negros de carbón oxidados que tienen un recubrimiento de poliéteramina, formulaciones de recubrimiento que comprenden dichos negros de carbón oxidados, y métodos de preparación de las mismas.

20

Los recubrimientos superficiales negros se preparan frecuentemente a partir de formulaciones que contienen una dispersión de negro de carbón y resina. Normalmente, una dispersión de negro de carbón óptima en el recubrimiento seco final (que ocurre después de la evaporación de disolvente) surge de una composición de recubrimiento que comprende una dispersión del negro de carbón en una formulación líquida que se aplica a una superficie. En recubrimientos basados en disolvente, la estabilidad de las dispersiones de negro de carbón en el disolvente se basa en la estabilización estérica de las partículas individuales de pigmento. Dicha estabilidad se puede proporcionar por adyuvantes de dispersión.

25

Más específicamente, las calidades de negro de carbón oxidado superficial, que normalmente se usan en formulaciones de recubrimiento basadas en disolvente, frecuentemente incluyen polímeros con funcionalidad amina como adyuvantes de dispersión debido a que grupos amina se pueden anclar con grupos ácidos sobre la superficie de negro de carbón oxidado mediante la interacción ácido/base. Debido a que los adyuvantes de dispersión son poliméricos, pueden proporcionar estabilización estérica mediante la interacción de polímeros con el disolvente. Así, los adyuvantes de dispersión típicos tienen un peso molecular de 30.000 a 100.000. El peso molecular relativamente alto, sin embargo, puede impedir y/o ralentizar la adsorción del adyuvante de dispersión sobre la superficie de negro de carbón. Este problema puede ser agravado para negros de carbón que tienen un alta área superficial y pequeño tamaño de partículas primario a medida que aumenta el número de contactos partícula a partícula, aumentando así el tiempo de molienda y la cantidad de adyuvante de dispersión para humedecer el material y formar una buena dispersión de disolvente. Normalmente, para una dispersión de negro de carbón de alto color en formulaciones de recubrimiento de disolvente, la carga típica de adyuvante de la dispersión es 50 % a 100 % en peso de negro de carbón.

30  
35  
40

Actualmente, en el mercado automovilístico basado en disolvente para capas de fondo, las formulaciones de recubrimiento equilibran las propiedades de color (**L**) y subtono azul (**b\***) del negro de carbón, que normalmente son negros de carbón oxidados. El inconveniente de uso de muchas de estas calidades de negro de carbón es el largo tiempo de dispersión para obtener una mezcla base para color pleno y buen poder cubriente.

45 Se ha descubierto que tratar el negro de carbón con poliéteraminas antes de la formación de las dispersiones y las composiciones de mezcla base es beneficioso para las formulaciones de recubrimiento y los métodos de preparación de las formulaciones. Por consiguiente, una realización proporciona un material en polvo que comprende:

un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm; y

50

una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, en donde la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

5 En una realización, "negros de carbón oxidados" son pigmentos de negro de carbón que tienen, en general, un pH < 7,0 que caracteriza los grupos iónicos o ionizables unidos en la superficie, tales como grupos alcohol, fenol y/o ácido carboxílico. El grado de oxidación del negro de carbón puede determinar la concentración superficial de estos grupos. Los agentes de oxidación a modo de ejemplo para los negros de carbón incluyen gas oxígeno, ozono, peróxidos tales como peróxido de hidrógeno, persulfatos tales como persulfato de sodio y potasio, hipohalitos tales como hipoclorito sódico, ácido nítrico y oxidantes que contienen metales de transición tales como sales de permanganato, tetróxido de osmio, óxidos de cromo, nitratos céricos de amonio, y mezclas de los mismos (por ejemplo, mezclas de oxidantes gaseosos tales como oxígeno y ozono). En una realización, los "negros de carbón oxidados" son los pigmentos que se han sometido a un tratamiento de oxidación.

15 En una realización, el negro de carbón oxidado se obtiene de la oxidación de negros de carbón no modificados, como se ha descrito anteriormente. Las partículas de negro de carbón no modificado se pueden seleccionar de negros de canal, negros de horno, negros de gas y negros de lámpara. Los negros de carbón no modificados a modo de ejemplo incluyen los comercialmente disponibles como Regal®, Black Pearls®, Elftex®, Monarch®, Mogul® y Vulcan®, tales como Black Pearls® 1100, Black Pearls® 900, Black Pearls® 880, Black Pearls® 800, Black Pearls® 700, Black Pearls® 570, Elftex® 8, Monarch® 900, Monarch® 880, Monarch® 800, Monarch® 700, Regal® 660 y Regal® 330.

20 En otra realización, el negro de carbón oxidado se obtiene de fuentes comerciales, tales como Black Pearls® 1400, Black Pearls® 1300, Black Pearls® 1000, Black Pearls® L, Monarch® 1000, Mogul® L y Regal® 400.

25 En una realización, el negro de carbón oxidado no está modificado. Por ejemplo, el negro de carbón oxidado se forma por oxidación de negro de carbón no modificado. En otras realizaciones, el negro de carbón oxidado se trata adicionalmente con otros métodos de modificación superficial para introducir grupos iónicos o ionizables en una superficie de pigmento, tal como cloración y sulfonilación. En otra realización, el negro de carbón oxidado se modifica para incluir grupos orgánicos unidos. Por ejemplo, la patente de EE.UU. N° 5.851.280 desvela métodos para la unión de grupos orgánicos sobre pigmentos que incluyen, por ejemplo, unión por una reacción de diazonio en donde el grupo orgánico es parte de la sal de diazonio. En otra realización más, el negro de carbón oxidado se forma por oxidación de negro de carbón modificado (por ejemplo, modificado por cloración, sulfonilación, o por unión de grupos orgánicos).

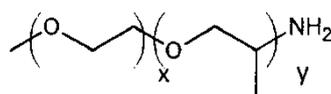
30 En una realización, "recubrir" o "recubrimiento" se refiere a una interacción física y/o química entre la poliéteramina y el negro de carbón que no es covalente. En una realización, la poliéteramina y el negro de carbón oxidado interactúan por adsorción, unión iónica, interacción de van der Waals, etc., y combinaciones de dichas interacciones. Por ejemplo, los negros de carbono oxidados proporcionan grupos ácidos (por ejemplo, grupos ácido carboxílico o alcohol y aniones y sales de los mismos) que pueden interactuar con los grupos amina (y cationes y sales de los mismos) de la poliéteramina.

35 En una realización, el negro de carbón oxidado tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g (por ejemplo, desde 90 hasta 650 m<sup>2</sup>/g), un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g (por ejemplo, desde 60 hasta 160 ml/100 g) y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm (por ejemplo, desde 10 hasta 25 nm). El área superficial BET se puede determinar según ASTM-D6556. DBP se puede determinar según ASTM-D2414. El tamaño de partículas primarias se puede determinar según ASTM-D3849 (07-2011).

45 En una realización, la poliéteramina es, en general, un compuesto de menor peso molecular con respecto a los típicos adyuvantes de dispersión. Por ejemplo, la poliéteramina tiene un peso molecular que varía desde 250 hasta 5.000, o un peso molecular que varía desde 1.000 hasta 2.500. La poliéteramina puede ser una mono-, di-, o triamina donde los grupos amina tienen accesibilidad suficiente para interactuar con la superficie del negro de carbón oxidado. En una realización, la poliéteramina está terminada con uno o más grupos amina. En una realización, la poliéteramina es una monoamina.

En una realización, la poliéteramina comprende monómeros de óxido de propileno y de etileno en una relación que varía desde 1:2 hasta 9:1, tal como una relación que varía desde 1:2 hasta 8:1, 1:2 hasta 7:1, o 1:2 hasta 6:1.

50 La poliéteramina puede ser ramificada o lineal. En una realización, la poliéteramina tiene la fórmula:



en donde  $x = 1-35$ ,  $y = 3-30$ ,  $x/y$  es al menos 0,15. En otras realizaciones,  $x/y$  es al menos 0,3. Por ejemplo,  $x/y$  puede ser 9/1, 3/19, 29/6, 10/31 o 1/1. Las poliéteraminas a modo de ejemplo se pueden obtener comercialmente de Huntsman Corporation con la marca registrada de poliéteraminas JEFFAMINE®.

5 El material en polvo es un material en partículas y normalmente comprende agregados de las partículas primarias. El material en polvo puede estar presente como una dispersión, o como un polvo a granel, por ejemplo, un polvo sustancialmente libre de agua o disolvente, tal como menos de 10 %, menos de 5 %, menos de 3 %, o menos de 1 % de agua o disolvente. En una realización, la poliéteramina está presente en el material en polvo (por ejemplo, el material en polvo a granel) en una cantidad que varía desde 5 % hasta 30 % en peso con respecto al peso total del material en polvo, tal como una cantidad que varía desde 5 % hasta 30 % en peso con respecto al peso total del material en polvo. En otra realización, el negro de carbón está presente en el material en polvo en una cantidad que varía desde 65 % hasta 95 % en peso con respecto al peso total del material en polvo.

15 Otra realización proporciona un método de preparación de un material en polvo, que comprende: recubrir un negro de carbón oxidado con una poliéteramina, en donde el negro de carbón oxidado se obtiene oxidando un negro de carbón (por ejemplo, un negro de carbón no modificado) que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm.

En una realización, la etapa de recubrimiento comprende pulverizar la poliéteramina sobre el negro de carbón oxidado. En una realización, la pulverización se realiza sobre polvo de negro de carbón oxidado.

20 Están disponibles muchos negros de carbón de alto color como o un polvo o gránulo, que es la forma compactada del polvo. Mientras que los gránulos son más fáciles de manipular, por ejemplo, debido a la reducida formación de polvo, son más difíciles de dispersar. Se ha descubierto que los gránulos formados por compactación/densificación de los materiales en polvo desvelados en el presente documento se dispersan fácilmente, mientras que reducen la cantidad de formación de polvo durante la manipulación. En una realización, los gránulos tienen un D50 de al menos 100 µm, por ejemplo, un D50 que varía desde 100 µm hasta 5000 µm, desde 100 µm hasta 2000 µm, o desde 100 µm hasta 500 µm, o un D50 de al menos 125 µm, por ejemplo, a D50 que varía desde 125 µm hasta 5000 µm, desde 125 µm hasta 2000 µm, o desde 125 µm hasta 500 µm.

30 Una realización proporciona un método de preparación de gránulos, que comprende compactar el negro de carbón no oxidado para formar un material compactado, oxidar el material compactado, combinar el material oxidado con las poliéteraminas desveladas en el presente documento. En otra realización, los gránulos se preparan por compactación del material en polvo desvelado en el presente documento. En otra realización más, los gránulos se preparan por compactación de negro de carbón oxidado y combinación del negro de carbón oxidado compactado con las poliéteraminas desveladas en el presente documento.

Otra realización proporciona composiciones para recubrimientos superficiales, o composiciones de recubrimiento. Por consiguiente, una realización proporciona una composición de recubrimiento, que comprende:

35 un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm,

40 una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, y una resina seleccionada de acrílicos, poliésteres, poliuretanos, alquidos, acetato-butirato de celulosa, nitrocelulosa, melaminas, epoxis, y mezclas y copolímeros de los mismos.

La resina puede tener un peso molecular de al menos 10.000.

En una realización, la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

45 La cantidad de producto de carbón usado en las composiciones de recubrimiento depende, en general, del rendimiento deseado del recubrimiento resultante. Por ejemplo, se puede ajustar la cantidad de producto de carbón para optimizar dichas propiedades como el grado de oscuridad, viscosidad y estabilidad a la dispersión. En una realización, el negro de carbón está presente en la composición de recubrimiento en una cantidad que varía desde 1 % hasta 30 %, tal como una cantidad que varía desde 1 % hasta 20 % en peso con respecto al peso total de la composición de recubrimiento.

50 La composición de recubrimiento normalmente comprende una resina que tiene un peso molecular más alto que la poliéteramina, por ejemplo, un peso molecular de al menos 10.000. La resina puede ser de un tipo que promueve una superficie hidrófoba y/o cualquier polímero que inmovilice químicamente o físicamente las partículas de negro de carbón entre sí y/o a un sustrato. En una realización, la resina se selecciona de acrílicos, poliésteres,

poliuretanos, alquidos, acetato-butilato de celulosa, nitrocelulosa, melaminas, epoxis, y mezclas y copolímeros de los mismos.

En una realización, donde la resina es capaz de reticulación, la composición de recubrimiento puede comprender además agentes de reticulación. Por ejemplo, donde la resina se selecciona de polioles (por ejemplo, poliésteres, polioles acrílicos, y mezclas y copolímeros de los mismos), el agente de reticulación se puede seleccionar de compuestos que contienen amina, imina e isocianato, tales como Cymel® 325 y Cymel® 303, de Cytec Industries, y Resimene® 717 de INEOS Melamines. El agente de reticulación se puede proporcionar en o la mezcla base o la composición de dilución. En una realización, la resina (opcionalmente que incluye un agente de reticulación) está presente en la composición en una cantidad de al menos 40 %, al menos 50 %, o al menos 60 % en peso con respecto al peso total de la composición.

En una realización, la composición de recubrimiento comprende además un vehículo líquido. En una realización, el vehículo líquido comprende un disolvente, tal como un disolvente orgánico, o una mezcla de disolventes. Los ejemplos adecuados de disolventes orgánicos incluyen alcoholes (por ejemplo, metanol e isobutanol), glicoles, éteres (por ejemplo, tetrahidrofurano o dietil éter), cetonas (por ejemplo, acetona, metiletilcetona, o metilbutilcetona), ésteres (por ejemplo, propionato de n-butilo), acetatos (por ejemplo, acetato de metilo, etilo, propilo y butilo, y acetato de metil éter de propilenglicol (PGMEA)), amidas (por ejemplo, dimetilformamida), sulfóxidos (por ejemplo, sulfóxido de dimetilo), hidrocarburos, aromáticos (por ejemplo, tolueno), halocarbonos (por ejemplo, cloroformo), y mezclas miscibles de los mismos (por ejemplo, etilenglicol y metanol). Los co-disolventes convencionales incluyen, pero no se limitan a, acetato de butilo, etil cellosolve, acetato de etil cellosolve, butil cellosolve, acetato de butil cellosolve, etilcarbitol, acetato de etilcarbitol, dietilenglicol, ciclohexanona, monometil éter de propilenglicol, acetato de monometil éter de propilenglicol, ésteres de lactato, y también se pueden emplear mezclas de estos. En una realización, el disolvente está presente en la composición de recubrimiento en una cantidad que varía desde 0,1 % hasta 60 % en peso, por ejemplo, una cantidad que varía desde 5 % hasta 50 % en peso, una cantidad que varía desde 10 % hasta 50 % en peso, o una cantidad que varía desde 10 % hasta 40 % en peso con respecto al peso total de la composición.

En una realización, la composición de recubrimiento comprende además un adyuvante de dispersión. En una realización, el adyuvante de dispersión se selecciona de compuestos con funcionalidad amina o terminados en amina, tales como poliamina, amina terciaria, o compuestos funcionalizados con amonio cuaternario, por ejemplo, bromuro de tetraoctilamonio, copolímeros de bloque, por ejemplo, los que tiene tanto un grupo hidrófobo como uno hidrófilo, y poli(óxidos de alquileo) o polímeros acrílicos que comprenden grupos con funcionalidad amina, y mezclas y copolímeros de los mismos. Otros adyuvantes de dispersión además de, o alternativamente a, el compuesto con funcionalidad amina incluyen, pero no se limitan a, poli(óxidos de alquileo) (tales como poli(óxido de etileno) o poli(óxido de propileno)), poliésteres (tales como policaprolactona, polivalerolactona, poli(ácido hidroxisteárico), o poli(ácido hidroxioleico), poliamidas tales como policaprolactama, poliacrilatos, copolímeros de bloque que tienen tanto un grupo hidrófobo como uno hidrófilo, compuestos con funcionalidad ácido (tales como compuestos funcionalizados con ácido carboxílico o ácido fosfónico), poli(óxidos de alquileo) o polímeros acrílicos que comprenden grupos con funcionalidad ácido.

Los dispersantes a modo de ejemplo que se pueden emplear incluyen, pero no se limitan a, la serie OLOA (poli(succinimidias de isobutileno) modificadas) de Chevron Chemical Co. También están incluidos, pero no se limitan a: BYK108, BYK 115, BYK116, BYK161, BYK163, BYK 182 BYK 2150 y BYK2050, todos disponibles de BYK Chemie, serie Solsperse™ de los dispersantes 27000, 32000, 32500, 38500 y 39000, dispersantes Efkla™ tales como 4050, 4310 y 4061, disponibles de Noveon, que incluyen y dispersantes K-Serse™ tales como K-Serse™ 504XD de King Industries.

La cantidad de adyuvante de dispersión se puede determinar basándose en uno o más factores, que incluyen el negro de carbón recubierto, el disolvente y el nivel de carga de negro de carbón. En general, la relación entre la cantidad de adyuvante de dispersión y la cantidad de negro de carbón recubierto puede ser al menos aproximadamente 0,1 o más (por ejemplo, desde aproximadamente 0,2 o más, o desde aproximadamente 0,3 o más, o desde aproximadamente 0,5 o más, o incluso aproximadamente desde aproximadamente 1 o más). Alternativamente, o además, la relación entre la cantidad de adyuvante de dispersión y la cantidad de negro de carbón recubierto puede ser aproximadamente 10 o menos (por ejemplo, aproximadamente 5 o menos, o aproximadamente 4 o menos, o aproximadamente 3 o menos, o aproximadamente 2,5 o menos). En otra realización, la relación entre la cantidad de adyuvante de dispersión y la cantidad de negro de carbón recubierto puede variar desde 0,01 hasta 10, desde 0,1 hasta 5, desde 0,1 hasta 2,5, desde 0,5 hasta 2,5, o desde 1 hasta 2,5.

Las dispersiones se pueden preparar por cualquier método conocido en la técnica. Por ejemplo, se pueden combinar con agitación el negro de carbón recubierto y el disolvente para producir una dispersión estable en presencia de un adyuvante de dispersión. Alternativamente, el adyuvante de dispersión se puede combinar con el pigmento, y la combinación resultante se puede combinar entonces con el disolvente. El pigmento, adyuvante de dispersión y disolvente se pueden combinar en cualquier equipo conocido en la técnica, tal como medios cerámicos o molino de bolas, u otro equipo de mezcla de alto cizallamiento, tal como una mezcladora de rotor-estator. También se pueden

usar diversos medios convencionales de molienda. Otros métodos de formación de la dispersión/mezcla base serán conocidos por un experto en la técnica.

5 La composición de recubrimiento puede ser una mezcla base o cualquier composición de recubrimiento que se aplica con el tiempo a una superficie (por ejemplo, después de diluirse). Sin desear quedar ligado a teoría alguna, el negro de carbón tratado con poliéteramina se humedece mejor por disolvente en una mezcla base en la que las moléculas de poliéteramina se pueden unir a la superficie del negro de carbón por una interacción de unión ácido/base. Aunque la invención no se limita a monoaminas, dichas moléculas se pueden adsorber más rápidamente sobre superficies de negro de carbón y proporcionar estabilización estérica inicial de partículas de negro de carbón en dispersión de disolvente en virtud de las cadenas de óxido de propileno/óxido de etileno. Durante la molienda o formación de dispersiones, las moléculas más grandes de adyuvante de dispersión se pueden adsorber sobre la superficie de negro de carbón y proporcionar estabilidad a largo plazo de la mezcla base y formulaciones de pintura. Debido a la eficiencia mejorada de la dispersión de negro de carbón oxidado tratado, la cantidad de adyuvante de dispersión se puede reducir en al menos 10 % en peso, en al menos 20 % en peso, o en una cantidad que varía desde 10 % hasta 30 % en peso, con respecto a la cantidad de adyuvante de dispersión usada para crear una dispersión de negro de carbón oxidado no tratado.

15 Las formulaciones de recubrimiento no acuosas varían ampliamente dependiendo del uso final y los componentes presentes, que incluyen otros aditivos. Dos clases generales de aditivos son las cargas y los modificadores. Los ejemplos de cargas son otros pigmentos colorantes, arcillas, talcos, sílices y carbonatos. Las cargas se pueden añadir en una cantidad que varía desde 0,1 % hasta 60 % en peso, dependiendo de los requisitos de uso final. Los ejemplos de modificadores son adyuvantes de flujo y de nivelado, en general, añadidos a menos de 5 % en peso (por ejemplo, desde 0,1 % hasta 5 % en peso). Los pigmentos modificados desvelados en el presente documento se pueden incorporar en una composición de recubrimiento no acuosa usando técnicas convencionales, por ejemplo, como una dispersión.

25 La composición de recubrimiento se puede preparar en cualquier modo adecuado, por ejemplo, combinando el negro de carbón oxidado tratado con el vehículo líquido y la resina, así como con otros componentes de la composición de recubrimiento (por ejemplo, otro(s) pigmento(s), adyuvante(s) de dispersión, vehículo(s), otro(s) colorante(s) (por ejemplo, tintes), agente(s) coalescente(s), aditivo(s) de flujo, antiespumante(s), tensioactivo(s), inhibidor(es) de la oxidación, agente(s) de control de carga, y similares), por cualquier método adecuado, muchos de los cuales se conocen bien en la técnica. Por ejemplo, las partículas de pigmento modificadas se pueden añadir a una mezcla del vehículo líquido y la resina en un disolvente, luego se dispersan en su interior usando cualquier método adecuado. Alternativamente, las partículas de pigmento modificadas se pueden añadir al vehículo líquido y luego dispersarse en su interior, añadiéndose el vehículo o precursor de vehículo después. Se pueden añadir componentes adicionales, tal como se describen en el presente documento, en cualquier etapa adecuada en la preparación de la composición de recubrimiento.

35 La composición de recubrimiento se puede preparar por un método que comprende:  
preparar una mezcla base que comprende:

un negro de carbón oxidado recubierto con una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno;

una resina que tiene un peso molecular de al menos 10.000; y

40 un adyuvante de dispersión.

En una realización, el método comprende además la etapa de combinar la mezcla base con una dilución que comprende un agente de reticulación. La dilución puede comprender además una resina, que puede ser igual o diferente de la resina en la mezcla base. En una realización, la dilución incluye al menos una resina que es la misma que la mezcla base. La dilución también puede comprender componentes adicionales, tales como el agente de reticulación, disolventes orgánicos, adyuvantes de dispersión y tensioactivos, etc.

En el presente documento también se desvelan recubrimientos, por ejemplo, la composición que resulta después de aplicar la composición de recubrimiento a una superficie de sustrato, seguido por la retirada del disolvente, por ejemplo, por secado. Por consiguiente, otra realización proporciona una composición de recubrimiento, que comprende:

50 un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm,

una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, y

una resina seleccionada de acrílicos, poliésteres, poliuretanos, alquidos, acetato-butilato de celulosa, nitrocelulosa, melaminas, epoxis, y mezclas y copolímeros de los mismos.

5 La resina puede ser de cualquier resina, como se desvela en el presente documento. En una realización, la resina promueve una superficie hidrófoba y/o puede inmovilizar químicamente o físicamente las partículas de negro de carbón entre sí y/o a un sustrato. En una realización, el sustrato se selecciona de vidrios, plásticos, metales, cerámica, papeles y maderas, y superficies pintadas, recubiertas, o enceradas de los mismos. En otra realización, el sustrato se selecciona de metales, tales como superficies metálicas automotivas (tales como el cuerpo del automóvil), por ejemplo, acero, aluminio, magnesio, titanio, cinc, y aleaciones de los mismos.

10 Los recubrimientos desvelados en el presente documento se pueden usar para una variedad de diferentes aplicaciones de uso final, tales como, por ejemplo, últimas manos automotrices, dando recubrimientos con propiedades de rendimiento general mejorado. Los negros de carbón tratados con poliéteramina pueden ser fácilmente dispersados en las composiciones de recubrimiento para obtener recubrimientos con grado de oscuridad mejorado y tono azul. Esto se aclarará más por los siguientes ejemplos, que pretenden ser puramente a modo de ejemplo de la presente invención.

15 **Ejemplos**

**Ejemplo 1**

20 Se han probado diversas calidades de negros de carbón de color medio, que incluyen Monarch® 880, una partícula de negro de carbón de semilla base (CB) y Monarch® 1000, que es una versión oxidada tratada con ácido nítrico de Monarch® 880. Se mezcló el negro de carbón de Monarch® 1000 con calidades M-2005, M-2070 y XTJ-674 de la poliéteramina JEFFAMINE® y se probó en las formulaciones basadas en disolvente de tipo OEM.

La Tabla 1 a continuación enumera las combinaciones de muestras de Monarch® 880 y Monarch® 1000 con poliéteraminas JEFFAMINE® (JA):

**Tabla 1**

Muestra N°	Tipo JA	Calidad CB	JA/CB
1	M-2070	M1000	0,05
2	M-2070	M1000	0,1
3	M-2070	M1000	0,25
4	M-2070	M880	0,1
5	XTJ-674	M1000	0,05
6	XTJ-674	M1000	0,1
7	XTJ-674	M1000	0,25
8	XTJ-674	M880	0,1
9	M-2005	M1000	0,05
10	M-2005	M1000	0,1
11	M-2005	M1000	0,25
12	M-2005	M880	0,1

25 Se pulverizaron las poliéteraminas de suficiente solubilidad en agua (poliéteramina JEFFAMINE® M-2070 y XTJ-674) en diversas cantidades sobre los negros de carbón como disoluciones acuosas. Se pulverizó la poliéteramina JEFFAMINE® M-2005 como una suspensión en agua. Se laminaron las muestras de negro de carbón durante 10 horas, y luego se secaron durante la noche a 85 °C. La mayoría de las muestras fueron polvos incluso antes del secado, puesto que la cantidad de agua añadida fue mínima (inferior a DBP). Se pulverizaron muestras de negro de carbón secas antes de la formulación de las mezclas base.

**Ejemplo 2**

Este ejemplo describe el uso de las muestras de negro de carbón recubiertas del Ejemplo 1 en la preparación de formulaciones basadas en disolvente automovilísticas modelo a 2,45 % de carga de pigmento con un adyuvante de dispersión DisperBYK 163 estándar (producto de BYK Chemie / Altana).

Se prepararon mezclas base usando el siguiente equipo:

- molino Eiger;
  - medio de circonio de 1,0 mm;
  - estufa de secado Blue M Vented (Modelo POM 206); modelo Gar Lab 15 Hour (VWR);
- 5
- pulverizador asistido por aire; y
  - filtros de pintura gruesa (Paul N. Gardner Co.).

Se usaron los siguientes materiales de partida:

- Setal® 1715VX74 (poliéster polioliol)
  - Setalux® 1184SS51 (polioles acrílicos)
- 10
- DisperBYK® 163 (acrilato de alto MW)
  - resina de melamina Cymet 325® (agente de reticulación basado en amino, Cytec)
  - BYK® 346, agente humectante (tensoactivo de silicona, BYK Chemie)
  - acetato de butilo; y
  - PGMEA.

15 Una mezcla madre de mezcla base contuvo los materiales enumerados en la Tabla 2 a continuación:

**Tabla 2**

Setal® 1715VX74	60,75 g	47,65
DisperBYK® 163	20 g	15,69
Acetato de butilo	3,37 g	18,33
PGMEA	23,38 g	18,34
	127,5 g	100,00 %

20 Se dispuso Setal® 1715VX74 en una lata de cuarto de galón y se dispuso en una mezcladora de laboratorio. Se premezclaron DisperBYK® 163, acetato de butilo y PGMEA y luego se añadieron a la mezcla de baja agitación Setal® 1715VX74 durante 5 minutos, seguido por la mezcla adicional durante 10 minutos, y luego se descargó.

Se preparó la mezcla base usando las proporciones enumeradas en la Tabla 3, a continuación:

**Tabla 3**

Mezcla madre de mezcla base	127,5 g	85,0 %
Negro de carbón recubierto (del Ejemplo 1)	22,5 g	15,0 %
Medio cerámico de 2 mm	150,00 g	100,00 %

25 Se dispusieron 127,5 gramos ( $\pm 0,01$ ) de la mezcla madre de mezcla base en un recipiente con alta velocidad Dispermat. Se añadieron 22,5 gramos del negro de carbón recubierto del Ejemplo 1 a la mezcla madre de mezcla base con agitación lenta. La velocidad aumentó hasta 4000 rpm y se mezcló durante 5 minutos. Entonces se recirculó la mezcla a través de un molino horizontal (Eiger) durante cuatro pases y se midió la viscosidad. Se descargó la mezcla y se procedió a la dilución.

### Ejemplo 3

Este ejemplo describe la dilución de la composición de mezcla base del Ejemplo 2 y la preparación de la composición de recubrimiento final.

Se preparó una mezcla madre de dilución en las proporciones enumeradas en la Tabla 4 a continuación:

**Tabla 4**

Setalux® 1184SS51	44 g	18,27
Setal® 1715VX74	121 g	50,25
Cymel® 325	48,8 g	20,27
BYK® 346	2 g	0,83
Acetato de butilo/PGMEA (1/1)	25 g	10,38
Total	240,8 g	100 %

5

Se pesaron Setalux® 1184SS51 y Setal® 1715VX74 en un recipiente de medio galón y se dispusieron en la mezcladora de laboratorio. Se premezclaron BYK® 346, acetato de butilo, PGMEA y Cymel® 325 juntos, luego se añadieron lentamente a la mezcla Setalux®/Setal® con buena agitación. Se mezcló esta mezcla madre durante otros 15 minutos, luego se descargó.

10 Se preparó un acabado en las proporciones enumeradas en la Tabla 5 a continuación.

**Tabla 5**

Mezcla base del Ejemplo 2	9,4 g	9,4 %
Mezcla madre de dilución	90,6 g	90,6 %
<b>Total</b>	<b>100,00 g</b>	<b>100,00 %</b>

15 Se añadieron 90,6 gramos ( $\pm 0,01$ ) de la mezcla madre de dilución a 9,4 g de la mezcla madre del Ejemplo 2 en una lata recubierta de epoxi de 8 onzas con buena agitación. Esta mezcla se dispuso en un skandex durante 15 minutos y se dejó que reposara durante la noche antes de la etapa de aplicación.

**Ejemplo 4**

Este ejemplo describe la preparación y la evaluación de los recubrimientos hechos a partir de las composiciones de recubrimiento del Ejemplo 3.

20 Se pulverizaron las formulaciones con Monarch® 1000 sobre una placa de estaño a 0,8 milésimas de pulgada de DFT (espesor de película seca) y se secaron a 140 °C durante 20 minutos después del fogonazo de secado con aire a temperatura ambiente durante 10 minutos. Se midió el color en el colorímetro Hunter Labscan. La Tabla 6 muestra los datos Lab\* y Mc para las muestras preparadas a partir de los componentes de la Tabla 1.

**Tabla 6**

	M1000	Nº 1	Nº 2	Nº 3	Nº 5	Nº 6	Nº 7	Nº 9	Nº 10	Nº 11
L	1,52	1,54	1,42	1,32	1,38	1,32	1,3	1,34	1,3	1,24
a*	0,02	0,01	0,02	0	0,01	0,01	0	0,03	0,07	0,04
b*	0,31	0,09	0,11	0,12	0,12	0,16	0,12	0,18	0,21	0,2
Mc	272	275	278	280	279	280	282	279	279	282

25 A partir de estos datos, se puede observar que las muestras de negro de carbón oxidado tratadas con poliéteraminas muestran menor L (color más fuerte), tono de color **b\*** mejor (más bajo), y valores de Mc más altos que la muestra de control de negro de carbón oxidado sin poliéteramina recubierta. El aumento de la cantidad de poliéteramina sobre negro de carbón da como resultado el recubrimiento con mejor desarrollo de color. Las poliéteraminas con mayor contenido de óxido de propileno, que son más hidrófobas, XTJ-674 y M-2005, dieron

mejor color que M-2070 más hidrófilo.

Las mezclas madres preparadas con CB M880 no oxidado (Nº de muestra 4, 8 y 12) fueron demasiado viscosas para la preparación de recubrimientos; no se pudieron recoger datos para estas muestras.

**Ejemplo 5**

- 5 Se prepararon composiciones de recubrimiento con calidad Black Pearls® 1300 de negro de carbón oxidado y se recubrieron con poliéteraminas JEFFAMINE®, como se enumera en la Tabla 7 a continuación.

**Tabla 7**

Muestra Nº	poliéteramina	calidad de negro de carbón	poliéteramina/CB
A	M-2070	Black Pearls® 1300	0,1
B	M-2070	Black Pearls® 1300	0,15
C	M-2070	Black Pearls® 1300	0,2
D	XTJ-674	Black Pearls® 1300	0,1
E	XTJ-674	Black Pearls® 1300	0,15
F	XTJ-674	Black Pearls® 1300	0,2
G	XTJ-674	Black Pearls® 1300	0,2
H	XTJ-674	Black Pearls® 1300	0,2
I	XTJ-674	Black Pearls® 1300	0,2
J	M-2005	Black Pearls® 1300	0,1
K	M-2005	Black Pearls® 1300	0,15
L	M-2005	Black Pearls® 1300	0,2

- 10 Se prepararon las composiciones de recubrimiento según los métodos brevemente expuestos en los Ejemplos 1-4. Se comparó el rendimiento de color (Mc) de estas muestras con el rendimiento de composiciones que contienen un negro de carbón oxidado de Orion (FW200), que está sin recubrir. Los resultados se muestran en la Tabla 8.

**Tabla 8**

Muestra	Mc
FW200	284
A	277
B	286
C	287
D	288
E	289
F	291
G	292
H	290
I	289
J	288
K	289
L	292

- 15 Se encontró que las muestras inventivas dan mejor color del recubrimiento, con valor Mc de 5 a 7 unidades superiores a las preparadas con FW200. Basándose en estos resultados, se puede llegar a la conclusión de que la poliéteramina JEFFAMINE® hidrófila (M-2070) no proporciona grado de oscuridad tan bueno como el medio y los materiales altamente hidrófobos (similar a los resultados de M1000). La poliéteramina JEFFAMINE® XTJ-674 y M-

205 rinden igualmente de bien.

5 Para lograr buen grado de oscuridad y poder cubriente, una mezcla madre de disolvente con Monarch® 1300 (sin recubrir) necesita pasar 4 a 5 veces a través de un molino de medio. Usando los negros de carbono oxidados recubiertos con poliéteraminas, como se describe en el presente documento, tal como las disoluciones acuosas de granúlos Black Pearls® 1300 pulverizadas mezcladas con poliéteramina seguido por secado, el tiempo de molienda a través de un molino de medio se reduce a 1 pase.

10 También se encontró que las mezclas madres desveladas en el presente documento, tales como una mezcla madre preparada con Black Pearls® 1300 (muestras 1 a 12), requirieron cantidades de adyuvante de dispersión sustancialmente más bajas para lograr buen color. Este comportamiento provoca un beneficio adicional a los clientes, reduciendo el coste total de la formulación.

**Ejemplo 6**

Este ejemplo describe la formación de granúlos tratados con poliéteramina.

15 Se trataron muestras de granúlos de negro de carbón oxidado Black Pearls® 1000 y Black Pearls® 1300 con la poliéteramina JEFFAMINE® M-2005 del mismo modo que en el Ejemplo 1 para producir los granúlos tratados con poliéteramina de la Muestra A y Muestra B, respectivamente.

Se proporciona en la Tabla 9 una distribución representativa de tamaños de granúlos para las Muestras A y B.

**Tabla 9**

2000 µm	1000 µm	500 µm	250 µm	125 µm	62,5 µm
8 %	13 %	17 %	38 %	18 %	6 %

**Ejemplo 7**

20 Este ejemplo describe la preparación de las composiciones de recubrimiento a partir de los granúlos de la Muestra A y Muestra B del Ejemplo 6. La Tabla 10 enumera los materiales para preparar una mezcla madre de mezcla base:

**Tabla 10**

Material de partida	Cantidad (%)
Setal®189SS65 (resina de poliéster)	30,77
Efka® 4310 (dispersante)	8,00
Acetato de butilo	25,61
PGMEA	25,62
Negro de carbón (Muestra A o Muestra B)	10,00

25 Se preparó una mezcla de Efka 4310, acetato de butilo y PGMEA, seguido por la adición de Setal® 189SS65, con buena agitación. Entonces se añadió lentamente negro de carbón seguido por mezcla durante 5 min a 4000 rpm. Entonces se pasó esta mezcla a través de un molino Eiger de medio horizontal a 10 m/s de velocidad de la punta durante varios pases, como se especifica a continuación.

La mezcla madre se redujo con la formulación de dilución de la Tabla 11:

**Tabla 11**

Material de partida	Cantidad (%)
Setal® 189SS65	48,11
CAB551-0,01 (30 % de BA) (resina de acetato-butirato de celulosa en acetato de butilo)	29,88
Cymel® 325	2,79

30

(continuación)

Material de partida	Cantidad (%)
BYK® 346	0,45
Acetato de butilo/PGMEA	18,77

- 5 Se mezclaron una mezcla de disolución de resina de acetato-butirato de celulosa, Cymel 325 y BYK346 juntos en acetato de butilo/PGMEA. Esta mezcla se añadió a Setal® 189SS65 con buena agitación y se mezcló durante 15 min y se descargó. Se preparó una formulación de acabado en las proporciones enumeradas en la Tabla 12 a continuación.

**Tabla 12**

Material de partida	Cantidad (%)
Dilución de mezcla madre	89,5
Mezcla base	10,5

- 10 Se añadió la mezcla base a la dilución de mezcla madre con buena agitación, se mezcló durante 20 min y luego se descargó.

Los recubrimientos se formaron colando la formulación sobre acero de rodillo frío y cartulina BYK con una barra de expulsión de 0,003, seguido por secado con aire durante 10 minutos a temperatura ambiente, y curando a 150 °F (65,6 °C) durante 10 minutos. La capa clara resultante se coló con una barra de expulsión de 0,005, seguido por secado con aire, durante 24 horas a temperatura ambiente.

- 15 Las Tablas 13-18 a continuación muestran los valores L, b y Mc, respectivamente, para los gránulos desvelados en el presente documento (Muestras A y B) en comparación con un negro oxidado granulado (Black Pearls® 1000) y; un negro oxidado en polvo (Monarch® 1000 o Monarch® 1300).

**Tabla 13: Valores L**

	BP1000	M1000	Muestra A
Pasada 1	11,00	8,03	1,72
Pasada 2	8,52	2,63	1,52
Pasada 3	7,58	2,04	1,54
Pasada 4	6,63	1,76	1,55
Pasada 5	5,26	1,67	1,54
Pasada 6	4,98		
Pasada 7	3,93		

20

**Tabla 14: Valores L**

	Muestra B	M1300
Pasada 1	3,50	18,49
Pasada 2	1,22	7,11
Pasada 3	1,12	4,15
Pasada 4	1,05	2,48
Pasada 5	1,04	1,89

**Tabla 15: Valores b**

	<b>BP1000</b>	<b>M1000</b>	<b>Muestra A</b>
Pasada 1	0,95	3,06	-0,15
Pasada 2	1,41	0,78	-0,43
Pasada 3	1,19	0,33	-0,44
Pasada 4	1,15	0,06	-0,46
Pasada 5	1,00	-0,02	-0,43
Pasada 6	0,90		
Pasada 7	0,82		

**Tabla 16: Valores b**

	<b>Muestra B</b>	<b>M1300</b>
Pasada 1	1,66	2,57
Pasada 2	-0,12	3,55
Pasada 3	-0,20	2,43
Pasada 4	-0,31	1,41
Pasada 5	-0,27	0,91

5

**Tabla 17: Valores Mc**

	<b>BP1000</b>	<b>M1000</b>	<b>Muestra A</b>
Pasada 1	189,00	193,00	274
Pasada 2	198,00	245,00	285
Pasada 3	203,50	260,00	285
Pasada 4	208,50	270,00	284
Pasada 5	218,00	274,00	284
Pasada 6	221,00		
Pasada 7	230,50		

**Tabla 18: Valores Mc**

	<b>Muestra B</b>	<b>M1300</b>
Pasada 1	226	165
Pasada 2	289	194
Pasada 3	295	214
Pasada 4	300	237
Pasada 5	300	252

10 Los gránulos desvelados (Muestras A y B) demostraron rendimiento de color superior con respecto al negro de carbón oxidado y el negro de carbón sin tratar. Se pueden atribuir desarrollo de valores L y b de color más rápidos a mayor dispersión de la partícula de pigmento en el sistema. También se puede observar lo mismo con el desarrollo de grado de oscuridad de color. Las muestras A y B alcanzaron el rendimiento de color óptimo en 2 pases frente a 5 pases para el negro oxidado comercial. El negro de base no se puede aproximar al rendimiento de color de los gránulos desvelados, incluso después de 7 pases en el molino.

15 Además, las Muestras A y B requirieron una carga de dispersante de solo 20 %, mientras que tanto los negros de

carbón de base como oxidados requirieron cargas de 40 % o más altas. El bajo requisito dispersante de los gránulos desvelados se puede atribuir a la menor energía superficial del compuesto de poliéteramina/material de gránulo en una formulación no polar.

**Ejemplo 8**

5 Este ejemplo describe el tratamiento de negro de carbón oxidado con poliéterdiaminas y las composiciones de recubrimiento preparadas a partir del mismo.

Se trató un negro oxidado en polvo Monarch® 1300 con la poliéteramina JEFFAMINE® calidad D-230 del mismo modo que se describió en el Ejemplo 1 para formar el negro de carbón tratado con poliéterdiamina (Muestra C). La Tabla 19 a continuación enumera los componentes de la composición de mezcla base.

10

**Tabla 19**

Material de partida	Cantidad (%)	Cantidad (%)
Setal® 189SS65	34,3	34,3
DisperBYK® 161	20	10
acetato de butilo	35,7	45,7
negro de carbón	10	10
	M1300	Muestra C

Se preparó una mezcla de DisperBYK® 161, acetato de butilo y PGMEA seguido por la adición de Setal® 189SS65 con buena agitación. Se lentamente el negro de carbón a esta mezcla y luego se mezcló durante otros 5 minutos a 4.000 rpm.

15 Entonces se pasó esta mezcla a través de un medio horizontal a través del molino Eiger a 10 m/s de velocidad de la punta, se descargó, luego se realizó para la viscosidad de la mezcla base.

La formulación de acabado se proporciona en la Tabla 20 a continuación.

**Tabla 20**

Material de partida	Cantidad (%)
Setal® 189SS65	21,75
CAB381-2 (15 % de BA)	16,65
Mezcla base	5

20 Se combinaron Setal® 189SS65 y la disolución de resina de acetato-butirato de celulosa con buena agitación, seguido por combinación con la mezcla base y mezcla durante 15 min. Se descargó esta formulación y se prepararon recubrimientos del mismo modo que se describió en el Ejemplo 7.

La Tabla 21 enumera los valores L, a, b y Mc.

**Tabla 21**

	M1300	Muestra C
L	0,99	0,84
a	0,12	0,12
b	0,12	0,16
Mc	292	299

25

Se puede observar que el negro de carbón tratado con poliéterdiamina logra valores L y Mc mejorados, en comparación con la muestra sin tratar.

Los ejemplos demuestran que los recubrimientos preparados con los negros de carbón oxidados recubiertos, según la invención reivindicada, presentaron propiedades de color que superaron significativamente las de aquellos preparados con negros de carbón oxidados no cubiertos.

5 Se debe interpretar que el uso de los términos "un", "una", "el" y "la" cubre tanto el singular como el plural, a menos que se indique lo contrario en el presente documento, o se contradiga claramente por el contexto. Los términos "que comprende", "que tiene", "que incluye" y "que contiene" se deben interpretar como términos de extremos abiertos (es decir, que significan "que incluye, pero no se limitan a,") a menos que se indique lo contrario. La citación de intervalos de valores en el presente documento está simplemente prevista para servir de método abreviado para referirse individualmente a cada valor separado que se encuentra dentro del intervalo, a menos que se indique lo contrario en el presente documento, y cada valor separado se incorpora en la memoria descriptiva como si se citara individualmente en el presente documento. Todos los métodos descritos en el presente documento se pueden realizar en cualquier orden adecuado, a menos que se indique lo contrario en el presente documento o se contradiga claramente de otro modo por el contexto. El uso de todos y cada uno de los ejemplos, o un lenguaje a modo de ejemplo (por ejemplo, "tal como") proporcionado en el presente documento, está previsto simplemente para iluminar mejor la invención y no plantea una limitación al alcance de la invención, a menos que se reivindique de otro modo. 10 15 Ningún lenguaje en la memoria descriptiva se debe interpretar como indicativo de que el elemento no reivindicado sea esencial para la práctica de la invención.

**REIVINDICACIONES**

1. Un material en polvo que comprende:

5 un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm; y una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, en donde la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

2. El material en polvo de la reivindicación 1, en donde la poliéteramina tiene un peso molecular que varía desde 250 hasta 5.000.

10 3. El material en polvo según la reivindicación 1 o 2, en donde los monómeros de óxido de propileno y óxido de etileno están presentes en la poliéteramina en una relación que varía desde 1:2 hasta 9:1.

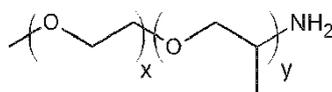
4. El material en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde la poliéteramina está presente en el material en polvo en una cantidad que varía desde 5 hasta 30 % en peso.

15 5. El material en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde el negro de carbón oxidado está presente en el material en polvo en una cantidad que varía desde 65 hasta 95 %.

6. El material en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde el negro de carbón oxidado se forma por oxidación de negro de carbón no modificado.

7. El material en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde el material es un material en polvo a granel.

20 8. El material en polvo de cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en donde la poliéteramina tiene la fórmula:

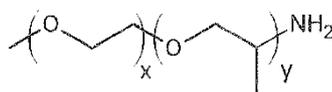


en donde x = 1-35, y = 3-30, x/y es al menos 0,15, y la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

9. Un gránulo que comprende:

25 un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm; y una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, en donde la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

10. El gránulo de la reivindicación 9, en donde la poliéteramina tiene la fórmula:



30 en donde x = 1-35, y = 3-30, x/y es al menos 0,15, y la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

11. El gránulo de la reivindicación 9 o 10, en donde el gránulo tiene un D50 de al menos 100 μm.

12. Una composición de recubrimiento, que comprende:

35 un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm, una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, y; una resina seleccionada de acrílicos, poliésteres, poliuretanos, alquidos, acetato-butirato de celulosa, nitrocelulosa, melaminas, epoxis, y mezclas y copolímeros de los mismos.

13. La composición según la reivindicación 12, en donde la poliéteramina recubre el negro de carbón oxidado.

14. La composición según la reivindicación 12 o 13, en donde la resina está presente en la composición en una cantidad de al menos 60 % en peso.

5 15. La composición según una cualquiera de las reivindicaciones 12-14, en donde el negro de carbón oxidado está presente en la composición en una cantidad que varía desde 1 % hasta 30 % en peso.

16. Un recubrimiento que comprende:

un negro de carbón oxidado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm,

10 una poliéteramina que comprende monómeros de óxido de etileno y óxido de propileno, y una resina seleccionada de acrílicos, poliésteres, poliuretanos, alquidos, acetato-butirato de celulosa, nitrocelulosa, melaminas, epoxis, y mezclas y copolímeros de los mismos.

17. Un método de preparación de un gránulo o material en polvo, que comprende:

15 recubrir un negro de carbón oxidado con una poliéteramina, en donde el negro de carbón oxidado se obtiene oxidando un negro de carbón no modificado que tiene un área superficial BET que varía desde 50 hasta 700 m<sup>2</sup>/g, un número de adsorción de aceite DBP que varía desde 50 hasta 200 ml/100 g y un tamaño de partículas primario que varía desde 7 hasta 30 nm.

18. El método de la reivindicación 17, en donde el negro de carbón oxidado se obtiene oxidando el negro de carbón no modificado con ácido nítrico.