



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102017005331-8 A2

(22) Data do Depósito: 16/03/2017

(43) Data da Publicação: 05/12/2017



* B R 1 0 2 0 1 7 0 0 5 3 3 1 A

(54) Título: DISPERSANTES

(51) Int. Cl.: C08G 73/02; C08L 79/00; C09D 11/037; C09D 7/00; C08L 79/02; (...)

(52) CPC: C08G 73/02, C08L 79/00, C09B 67/0071, C09D 11/037, C09D 7/00

(30) Prioridade Unionista: 24/03/2016 EP 16162122.2

(73) Titular(es): EVONIK DEGUSSA GMBH

(72) Inventor(es): PHILIPPE FAVRESSE;
SANDRA RÖDIGER; KIM JUDITH KREFT;
JULIA SCHMIDT

(74) Procurador(es): MARIA PIA CARVALHO
GUERRA

(57) Resumo: A presente invenção refere-se a dispersantes com base em poliaminas ou poliiminas que contêm cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C1-6-alquilenocarbonila) (A) e cadeias laterais à base de ácido alquil (B).

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para “**DISPERSANTES**”

[001] A presente invenção refere-se a dispersantes com base em poliaminas ou poliiiminas que contêm cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C1-6-alquilenocarbonila) e métodos para sua preparação e seu uso.

[002] Dispersantes que contêm uma ou mais cadeias de poli(oxi-C1-6-alquilenocarbonila) são conhecidos e são normalmente preparados por copolimerização com ϵ -caprolactona. Os mesmos são geralmente usados para dispersão de partículas de sólido de particulado em um solvente orgânico e contêm ou grupos finais ácidos e/ou básicos.

[003] Dispersantes que contêm os grupos à base de terminal são descritos no pedido WO 94/21368 e incluem produtos de reação de polietilenoimina com ϵ -caprolactona na presença de ácidos carboxílicos alifáticos e hidroxialifáticos que agem como terminadores de cadeia durante a ϵ -caprolactona. Uma desvantagem dos dispersantes mencionados é sua tendência a cristalizar, tanto na presença quanto na ausência de solventes, o que torna o uso prático de tais dispersantes difícil. Os dispersantes cristalizados precisam ser aquecidos de modo correspondente e, então, homogeneizados antes do uso dos mesmos.

[004] Os pedidos WO 99/55763 e WO 01/21298 descrevem a produção de dispersantes à base do uso de pelo menos duas lactonas. A produção de tais dispersantes permite a supressão da cristalização. Entretanto, as lactonas usadas no mesmo são dispendiosas e não estão sempre disponíveis no mercado.

[005] O problema lidado pela presente invenção é, portanto, aquele de fornecer dispersantes que são fáceis e não dispendiosos de preparar e têm apenas uma tendência baixa a cristalização e ao mesmo tempo não têm

quaisquer detrimientos nos testes de aplicação técnica, por exemplo, o teste de esfregação, o teste de cor ou o teste de viscosidade.

[006] Para solucionar o problema, um dispersante do tipo especificado no início é proposto, em que o dispersante tem cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e cadeias laterais à base de ácidos alquil (B).

[007] Foi descoberto que a amidação da poliamina ou poliimina com ácidos alquil (B) pode reduzir ou suprimir a cristalização do dispersante da invenção.

[008] Os dispersantes da invenção não são cristalinos ou sólidos em temperaturas abaixo de 25 °C nem cristalizam em forma sólida em solventes orgânicos.

[009] Preferencialmente, os dispersantes da invenção são de fluxo livre em temperatura ambiente.

[010] Os dispersantes da invenção são baseados em poliaminas ou poliiminas que têm grupos amino primários. Cadeias laterais em dois ou mais compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e cadeias laterais à base de ácidos alquil (B) são aglutinados quimicamente às poliaminas ou poliiminas. A ligação pode ser uma ligação de amida ou podem ser ligações do tipo de sal entre grupos amino primários das poliaminas ou poliiminas e as cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e ácidos alquil (B), sendo que é dada preferência a encadeamentos através de ligações de amida.

[011] Exemplos de poliaminas adequadas são polialilamina e polivinilamina. Exemplos de poliiminas adequadas são poli-(C₂₋₄)-alquilenimina (PAI doravante no presente documento) e especialmente polietilenoimina (PEI doravante no presente documento).

[012] Conseqüentemente, a poli-(C₂₋₄)-alquilenimina usada de acordo com a invenção é, preferencialmente, uma polietilenoimina (PEI) que pode ser linear ou ramificada. As polietilenoiminas são, preferencialmente, polietilenoiminas catiônicas multifuncionais com uma estrutura de polímero ramificada. A constituição da mesma é representada pela fórmula empírica-(CH₂-CH₂-NH)_n- com 4 < n < 14.000. As polietilenoiminas são, geralmente, transparentes a esfumaçadas, líquidos incolores a amarelados. A viscosidade das mesmas depende do peso molecular, concentração e grau de ramificação.

[013] As polietilenoiminas são polímeros funcionais de amino que têm uma estrutura de polímero hiperramificada. A distribuição de aminas primárias, secundárias e terciárias nessas estruturas de polímero hiperramificadas tem uma média de cerca de 38% de aminas primárias, 36% de aminas secundárias e 26% de aminas terciárias. Isso é determinado tipicamente por meio de espectroscopia de NMR (13C). Um método que é descrito na análise do Journal of Macromolecular Science 'Carbon-13 NMR de polietilenoimina ramificada (1985, A22 (5-7), 877). Alternativamente, a distribuição de amina desses polímeros pode ser tirada a partir de materiais de informações técnicas dos fornecedores de material.

[014] A poliamina ou poliimina usada de acordo com a invenção, especialmente a poli-(C₂₋₄)-alquilenimina preferencial, preferencialmente a polietilenoimina usada, especialmente tem um peso molecular PM intermediário entre 200 e 600 000 g/mol, mais preferencialmente entre 400 e 100.000 g/mol, mais preferencialmente entre 600 e 30.000 g/mol. A massa mola de número médio da poliamina ou poliimina é preferencialmente 200 a 25.000 g/mol, mais preferencialmente 500 a 10.000 g/mol.

[015] Polietilenoiminas preferenciais estão disponível para

comercialização, por exemplo, sob o nome Lupasol[®] junta à BASF SE Company ou o nome EPOMIN[™] junto à Nippon Shokubai Company.

[016] De acordo com a invenção, o dispersante da invenção tem cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A). Essas cadeias laterais também são chamadas cadeias laterais de POAC doravante no presente documento.

[017] Preferencialmente, os compostos poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) serem selecionados a partir do grupo de ácidos hidróxi-C₁₋₆-alquilenocarboxílicos e lactonas lineares.

[018] Exemplos de ácidos de hidróxi-C₁₋₆-alquilenocarboxílicos adequados são ácidos glicólicos, lácticos, hidroxivaléricos e hidroxicaproicos.

[019] Mais preferencialmente, os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) são selecionados a partir do grupo de lactonas, por exemplo, β-propiolactona, γ-butirolactona, δ-valerolactona e ε-caprolactona.

[020] Os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) no contexto da presente invenção são preferencialmente homopolímeros que têm comprimentos de cadeia diferentes.

[021] Além disso, o dispersante da invenção tem cadeias laterais à base de ácidos alquil (B), aglutinadas da mesma forma às poliaminas ou poliiminas. Em princípio, não há restrições em relação à estrutura dos ácidos alquil (B) a serem usados.

[022] Mais particularmente, os ácidos alquil (B) podem ser ácidos alicíclicos, heterocíclicos aromáticos ou ácidos carboxílicos alifáticos que são lineares ou ramificados e saturados ou insaturados. Preferencialmente, os ácidos alquil (B) têm 1 a 35 átomos de carbono, preferencialmente não mais do que 20 átomos de carbono e mais preferencialmente não mais do que 12 átomos de carbono.

[023] Preferencialmente, os ácidos alquil (B) serem selecionados a partir do grupo de ácido acético, metoxiacético, propiônico, pentanoico, hexanoico, caprílico, cáprico, láurico, ricinoleico, esteárico e ácido hidroxisteárico.

[024] O dispersante da invenção preferencialmente tem um número ácido (AcN) de < 10 mg de KOH/g, preferencialmente, < 5 mg de KOH/g.

[025] O dispersante da invenção preferencialmente tem um número de amina (AmN) de > 100 mg de KOH/g, preferencialmente > 120 mg de KOH/g.

[026] Preferencialmente, o dispersante tem uma razão de número ácido para número de amina de > 10, preferencialmente > 20.

[027] Preferencialmente, a razão molar do total da soma de cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e cadeias laterais à base de ácido alquil (B) para grupos amino primários das poliaminas ou poliiminas usada é menor do que 1. Isso significa que a proporção molar do total da soma de cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e cadeias laterais à base de ácido alquil (B) é menor do que a proporção molar dos grupos amino primários da poliamina ou poliimina usada.

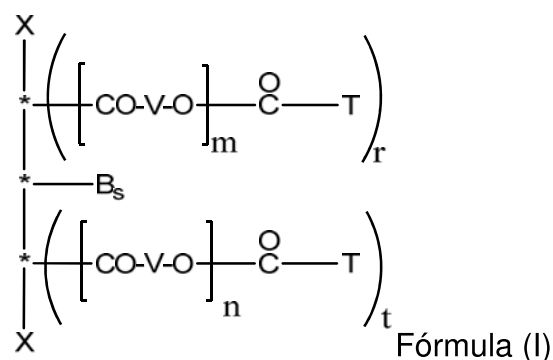
[028] A proporção dos grupos amino primários nas poliaminas ou poliiminas usadas pode ser determinada por meio de espectroscopia de NMR (13C). Um método que é descrito na análise do Journal of Macromolecular Science 'Carbon-13 NMR de polietilenoimina ramificada (1985, A22 (5-7), 877).

[029] Tipicamente, a proporção dos grupos amino primários é listada nos materiais de informações técnicas dos fornecedores de matéria-prima.

[030] A proporção molecular entre as duas ou mais cadeias de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) diferentes (A) e os ácidos alquil (B) deve estar entre 90/10 e 10/90. Preferencialmente, a razão entre (A) e (B) deve estar entre

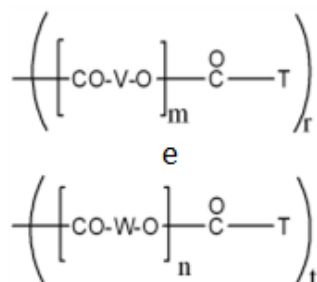
80/20 e 20/80 e mais preferencialmente entre 70/30 e 30/70.

[031] Em uma modalidade preferencial, a dispersão da invenção pode ser representada esquematicamente por meio da fórmula (I) a seguir:



[032] em que

[033] X-*-*-*X é uma poliamina ou poliimina,



[034] são cadeias de POAC,

[035] com T = um grupo alquila saturado ou insaturado,

[036] V = um grupo alquilenos ou alquenileno dos ácidos de hidróxi-C₁₋₆-alquilenocarboxílicos particulares ou da lactona,

[037] m e n = cada um 3 a 40, em que m e n são diferentes um do outro,

[038] r e t = cada um 1 a 100, e

[039] B = ácidos alquil com s = 1 a 100.

[040] Também é preferencial que m e n não sejam menores do que 3 e mais preferencialmente não menores do que 5. Preferencialmente, n não é maior do que 40, preferencialmente não maior do que 30 e mais

preferencialmente não maior do que 15.

[041] O comprimento de cadeia dos compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) para formação das cadeias laterais de POAC na poliamina ou poliimina é representado pelo número de unidades de repetição da unidade [-O-V-CO-].

[042] O dispersante pode ter preferencialmente 3 a 40 unidades de repetição nessa unidade. Preferencialmente, o comprimento de cadeia dos compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) é maior do que 30 e mais preferencialmente não mais do que 15 unidades de repetição.

[043] Preferencialmente, r, s e t não são menores do que 1 e mais preferencialmente não menores do que 3.

[044] Também é preferencial que r, s e t não sejam maiores do que 100 e mais preferencialmente não maiores do que 60.

[045] Os dispersantes da invenção podem tomar a forma de seus sais tanto com um ácido inorgânico quanto um ácido orgânico. Exemplos de tais ácidos são haletos de hidrogênio tais como ácido clorídrico e ácido acético. O dispersante da invenção pode também tomar a forma de um sal de amônio quaternário. Tais sais de amônio quaternário podem ser obtidos reagindo-se pelo menos um dos grupos amino ou imino livres dos dispersantes com agentes alquilantes tais como haletos de alquila, por exemplo, cloreto de metila ou com sulfatos de alquila tal como sulfato de dimetila.

[046] O dispersante da invenção pode também tomar a forma de um sal com um “ácido colorido”. O termo “ácido colorido” significa um pigmento orgânico ou um corante orgânico que contém pelo menos um grupo de ácido, preferencialmente 1 a 6 grupos de ácido, mais preferencialmente grupos de ácido sulfônico, fosfônico ou carboxílico. Um ácido colorido preferencial é ftalocianina de cobre ou outro pigmento colorido intensamente e, mais

preferencialmente, sulfonado que contém uma média de 0,5 a 3 grupos sulfo por molécula.

[047] A presente invenção, da mesma forma, fornece um método para preparar os dispersantes da invenção, que compreende a reação de poliaminas ou poliiminas com pelo menos dois ou mais polímeros à base de compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e ácidos alquil (B), em que uma amidação de ácidos alquil (B) com as poliaminas ou poliiminas ocorre.

[048] Preferencialmente, a razão molar do total da soma dos polímeros à base de compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e ácidos alquil (B) para grupos amino primários das poliaminas ou poliiminas usadas é menor do que 1, preferencialmente menor do que 0,9.

[049] Isso significa que a proporção molecular dos polímeros (A) e dos ácidos alquil (B) é menor do que a proporção molecular dos grupos amino primários da poliamina ou poliimina.

[050] A razão molar entre os polímeros (A) e os ácidos alquil (B) pode estar preferencialmente entre 90/10 e 10/90, preferencialmente entre 80/20 e 20/80 e mais preferencialmente entre 70/30 e 30/70.

[051] Preferencialmente, os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) são ácidos de hidróxi-C₁₋₆-alquilenocarboxílicos ou lactonas lineares, preferencialmente δ-valerolactona ou ε-caprolactona.

[052] Preferencialmente os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) são homopolímeros que têm comprimentos de cadeia diferentes. Conseqüentemente, as cadeias laterais de POAC do dispersante da invenção diferem em termos de seu comprimento de cadeia.

[053] Preferencialmente, os polímeros serem preparados separadamente ou in situ por polimerização dos compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e, então, usados para a reação com poliaminas ou poliiminas e ácidos

alquil (B).

[054] É possível usar quaisquer métodos de polimerização conhecidos para aqueles versados na técnica, por exemplo, polimerização aniônica, catiônica ou catalisada por metal. Da mesma forma, é concebível uma polimerização de solução ou volume. É importante aqui, que uma distribuição de massa mola estreita dos polímeros seja garantida, a fim de que polímeros que têm um comprimento de cadeia específico possam ser alcançados e usados para o método da invenção, a fim de formar cadeias de POAC de comprimento de cadeia diferente no dispersante.

[055] Em uma modalidade preferencial, uma polimerização de abertura de anel das lactonas é usada para preparação dos polímeros. Os catalisadores usados aqui podem ser tetra-alquilo ou tetra-aloxilatos de titânio, por exemplo, tetraisopropil ortotitanato ($\text{Ti}(\text{OiPr})_4$), tetra-2-etilexanoato titanato ($\text{Ti}(\text{2-etilexanoato})_4$) ou tetra-2-etilhexil titanato ($\text{Ti}(\text{2-etilhexiloxida})_4$), sais de zinco de ácidos orgânicos, por exemplo, acetato de zinco ($\text{Zn}(\text{acetato})_2$) ou lactato de zinco ($\text{Zn}(\text{lactato})_2$), sais de zircônio de álcoois alifáticos, por exemplo, tetraisopropiloxida de zircônio ($\text{Zr}(\text{OiPr})_4$) ou n-butoxida de zircônio ($\text{Zr}(\text{OnBu})_4$), ácidos arilsulfônicos, por exemplo, ácido toluenossulfônico ou ácidos orgânicos fortes, por exemplo, ácido toluenossulfônico ou ácidos orgânicos fortes tais como ácidos haloacéticos, alquilatos de bismuto, por exemplo, neodecanoato de bismuto ($\text{Bi}(\text{neodecanoato})_3$), alquilatos de estanho, por exemplo, octanoato de estanho ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$). Tetraisopropiloxida de zircônio ($\text{Zr}(\text{OiPr})_4$) e butoxida de zircônio ($\text{Zr}(\text{OnBu})_4$) são usados preferencialmente.

[056] Preferencialmente, para polimerização, ácidos alquil são usados como iniciador de polimerização, por exemplo, ácidos alicíclicos, heterocíclicos aromáticos ou ácidos carboxílicos alifáticos que são lineares ou

ramificados e saturados ou insaturados.

[057] Preferencialmente, os ácidos alquil têm 1 a 35 átomos de carbono, preferencialmente não mais do que 20 átomos de carbono e mais preferencialmente não mais do que 12 átomos de carbono.

[058] Preferencialmente, os ácidos alquil serem selecionados a partir do grupo de ácido acético, metoxiacético, propiônico, pentanoico, hexanoico, caprílico, cáprico, láurico, ricinoleico, esteárico e ácido hidroxiesteárico.

[059] Para o método da invenção, conseqüentemente, preferencialmente os polímeros preparados acima são reagidos com as poliaminas ou poliiminas e ácidos alquil (B).

[060] Preferencialmente, para a reação, aquele ácido alquil (B) que foi, da mesma forma, usado com iniciador de polimerização é usado. Foi descoberto que, vantajosamente, a amidação na poliamina ou poliimina para formação de cadeias laterais adicionais se opõe à cristalização do dispersante.

[061] É, da mesma forma, concebível que a redução da tendência de cristalização do dispersante da invenção possa ser alcançada definindo-se uma pressão reduzida durante a reação de poliaminas ou poliiminas com pelo menos dois ou mais polímeros à base de compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e ácidos alquil (B). Preferencialmente, uma pressão reduzida é menor do que a pressão padrão (101.325,00 Pa (1.013,25 mbar)) e é mais preferencialmente 100 a 50.000 Pa (1 a 500 mbar).

[062] Além disso, para o método da invenção, é preferencialmente possível usar os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A), poliaminas ou poliiminas e ácidos alquil (B) listados no começo da descrição.

[063] Foi descoberto que os dispersantes da invenção não têm quaisquer mudanças quando armazenados em temperatura ambiente até mesmo por até 2 meses.

[064] Os dispersantes da invenção são adequados especialmente para dispersar um sólido de particulado em um meio orgânico. Em um aspecto adicional da invenção, uma composição que compreende um sólido de particulado e um dispersante de acordo com a presente invenção é fornecido.

[065] A presente invenção, da mesma forma, fornece uma dispersão que compreende dispersantes de acordo com a presente invenção, um sólido de particulado e um meio orgânico.

[066] O sólido presente na dispersão pode ser qualquer material sólido orgânico ou inorgânico que é essencialmente insolúvel no meio orgânico na temperatura em questão e que deve ser estabilizado em uma forma finamente dividida do mesmo.

[067] Exemplos de sólidos adequados são pigmentos para tintas, pigmentos, extensores e cargas à base de solvente para tintas e materiais de polímero; corantes, especialmente corantes dispersos; clareadores ópticos e aditivos têxteis para banhos de coloração de solvente, tintas e outros sistemas de aplicação à base de solvente; sólidos para lodos de perfuração de emulsão de inversão e à base de óleo; partículas sólidas e de solo em fluidos de lavagem a seco; materiais de cerâmica de particulado; materiais magnéticos e mídia de registro magnéticos e biocidas, produtos agroquímicos e farmacêuticos que são usados como dispersão é uma mídia orgânica.

[068] Um sólido preferencial é um pigmento de qualquer uma das classes reconhecidas de pigmentos que são descritas, por exemplo, em Third Edition of the Colour Index (1971) e revisões subsequentes e suplementos no capítulo intitulado "Pigments". Exemplos de pigmentos inorgânicos são dióxido de titânio, óxido de zinco, azul Prussiano, sulfeto de cádmio, óxido de ferro, cinabre, ultramarino e os pigmentos de cromo incluindo cromatos, molibdatos e cromatos misturados e sulfatos de chumbo, zinco, bário, cálcio e misturas e

modificações dos mesmos que estão disponíveis para comercialização como pigmentos amarelos esverdeados a vermelhos sob os nomes cromo, limão/cromo médio, cromo laranja, cromo escarlata e cromo vermelho de prímula. Exemplos de pigmentos orgânicos são aqueles do grupo dos pigmentos azo, diazo, azo condensado, tioíndigo, indatrona, isoindatrona, antatrona, antraquinona, isobenzatrona, trifedioxazina, quinacridona e ftalocianina, especialmente ftalocianina de cobre e os derivados de anel halogenado dos mesmos e também esmaltes compostos por corantes ácidos, básicos e mordantes. Embora seja estritamente inorgânico o negro-de-fumo se comporta mais como um pigmento orgânico em relação a suas propriedades de dispersão. Exemplos de pigmentos orgânicos são pigmentos de ftalocianina, especialmente ftalocianina de cobre e pigmentos de monoazo, disazo, indatrona, antatrona, quinacridona e negro-de-fumo.

[069] Sólidos preferenciais adicionais são extensores e cargas, tais como talco, caulim, dióxido de silício, barita e giz; materiais de cerâmica de particulado, tal como óxido de alumínio, dióxido de silício, dióxido de zircônio, dióxido de titânio, nitreto de silício, nitreto de boro, carboneto de silício, carboneto de boro, nitretos de alumínio de silício e titanatos metálicos misturados, materiais magnéticos de particulado, tais como óxidos magnéticos de metais de transição, especialmente ferro e cromo, por exemplo, gama- Fe_2O_3 , Fe_3O_4 e óxidos de ferro aditivados com cobalto, óxido de cálcio, ferritas, especialmente ferritas de bário e partículas metálicas, especialmente ferro, níquel, cobalto e ligas metálicas das mesmas e produtos agroquímicos, por exemplo, os fungicidas flutriafol, carbendazime, clortalonil e mancozebe.

[070] O meio orgânico presente nas dispersões da invenção é preferencialmente um meio orgânico polar ou um hidrocarboneto aromático ou hidrocarboneto halogenado não polar. O termo "polar" em relação ao meio

orgânico significa um líquido ou resina orgânica que pode formar ligações moderadas a fortes, conforme descrito no artigo intitulado "A Three Dimensional Approach to Solubility" por Crowley et al. in Journal of Paint Technology, volume 38, 1966, na página 269. Tais meios orgânicos geralmente têm um número de ligação de hidrogênio de 5 ou mais, conforme descrito no artigo citado acima.

[071] Exemplo de meios orgânicos polares adequados são aminas, éteres, especialmente éteres de alquila inferiores, ácidos orgânicos, ésteres, cetonas, glicóis, álcoois e amidas. Diversos exemplos específicos de tais líquidos de ligação de hidrogênio moderadamente fortes são especificados no livro intitulado "Compatibility and Solubility" por Ibert Mellan (publicado em 1968 por Noyes Development Corporation) na Tabela 2.14 nas páginas 39 e 40. Os líquidos mencionados na publicação são cobertos pelo escopo do termo "meio orgânico polar" e são, desse modo, parte da presente revelação.

[072] Líquidos orgânicos polares são dialquil cetonas, ésteres de alquila de ácidos alcanocarboxílicos e alcanóis, especialmente aqueles líquidos que contêm até e, incluindo, um número total de 6 átomos de carbono. Meios orgânicos particularmente preferenciais são dialquil e cicloalquil cetonas, tais como acetona, metil etil cetona, dietil cetona, di-isopropil cetona, metil isobutil cetona, di-isobutil cetona, metil isoamil cetona, metil n-amil cetona e ciclohexanona; ésteres de alquila, tal como acetato de metila, acetato de etila, acetato de isopropila, acetato de butila, formato de etila, propionato de metila, acetato de metoxipropila e butirato de etila; glicóis e ésteres de glicol e éteres, tais como etileno glicol, 2-etoxietanol, 3-metoxipropilpropanol, 3-etoxipropulpropanol, acetato de 2-butoxietila, acetato de 3-metoxipropila, acetato de 3-etoxipropila e acetato de 2-etoxietila, alcanóis, tal como metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butila e isobutanol e éteres dialquílicos e

ésteres cíclicos, tais como éter dietílico e tetraidrofurano.

[073] Os meios essencialmente não polares que podem ser usados tanto sozinhos quanto em uma mistura com os solventes polares mencionados acima são hidrocarbonetos aromáticos, tais como tolueno e xileno e hidrocarbonetos alifáticos e aromáticos halogenados, tais como tricloroetileno, percloroetileno e clorobenzeno.

[074] Exemplos de resinas polares adequadas como meio para a forma de dispersão da presente invenção são aquelas resinas de formação de filme que são adequadas para a produção de tintas, corantes e aparas para uso em diversas aplicações tais como corantes e tintas. Exemplos de tais resinas incluem poliamidas, tal como Versamid® de BASF SE Company, por exemplo, ou éteres de celulose, tal como efilcelulose e etiltidroxietilcelulose. Exemplos de resinas de aquarela incluem resinas de alquida/melanina-formaldeído de óleo curto, resinas de poliéster/melanina-formaldeído, resinas de acrílico/melanina-formaldeído termorrígidas, resinas de alquida de óleo longo e resinas de múltiplas camadas tais como acrílico e resinas as e ureia/aldeído.

[075] A dispersão pode, se desejado, compreender outros constituintes, sendo resinas exemplos (se não já constituírem o meio orgânico), aglutinantes, agentes liquefacientes (tais como aqueles descritos nos documentos GB-A-1508576 e GB-A-2108143), agentes de prevenção de sedimentação, agentes plastificantes, agentes niveladores e preservativos.

[076] As composições da presente invenção, especialmente as dispersões preferenciais, contêm, normalmente, de 5 a 95% em peso do sólido dividido finamente, sendo que a quantidade precisa depende da natureza do sólido e da densidade relativa do sólido e do meio orgânico. Por exemplo, uma dispersão em que o sólido é uma substância orgânica, tal como um pigmento orgânico, contém preferencialmente de 15 a 60% em peso do

sólido, enquanto uma dispersão em que o sólido é uma substância inorgânica, tal como um pigmento inorgânico, agente preenchedor ou extensor, contém preferencialmente de 40 a 90% em peso do sólido dividido finamente, com base no peso total da dispersão.

[077] A composição da invenção, mais particularmente a dispersão da invenção, pode ser obtida através de quaisquer métodos costumeiros para produzir composições e dispersões. O sólido, o meio orgânico e a resina dispersante da invenção podem geralmente ser misturados em qualquer ordem desejada. A mistura, nesse caso, pode ser submetida a um método mecânico para reduzir o tamanho das partículas do sólido até um tamanho adequado, por exemplo, através de moagem por esfera, moagem por microesfera ou laminação de plástico. O sólido, independentemente ou em mistura tanto com o meio orgânico quanto a resina dispersante, pode ser tratado alternativamente a fim de reduzir o tamanho de partícula, após o qual o outro constituinte ou constituintes da composição podem ser adicionados e a mistura pode ser agitada a fim de produzir a composição, preferencialmente a dispersão.

[078] Se a composição for necessária em forma seca, o meio líquido é preferencialmente volátil e, assim, pode ser removido facilmente do sólido de particulado por meios de separação simples, tal como evaporação. É, no entanto, preferencial para a dispersão compreender o meio líquido.

[079] Se a composição seca consistir essencialmente na resina dispersante e no sólido de particulado, a mesma contém preferencialmente pelo menos 0,2% em peso, mais preferencialmente pelo menos 0,5% em peso e preferencialmente pelo menos 1,0% em peso da resina dispersante da invenção, com base no peso do sólido de particulado. A composição seca contém preferencialmente não mais do que 50% em peso, mais

preferencialmente não mais do que 20% em peso e preferencialmente não mais do que 10% em peso da resina dispersante da invenção, com base no peso do sólido de particulado.

[080] Conforme descrito acima, as resinas dispersantes da presente invenção são particularmente adequadas para produzir mistura base. Em uma modalidade adicional da presente invenção, o sólido de particulado pode ser moído na presença de uma resina dispersante da invenção e um aglutinante de resina de formação de filme, opcionalmente na presença de um meio orgânico.

[081] De acordo com um aspecto adicional da invenção, portanto, é fornecida uma mistura base que compreende um sólido de particulado, uma resina dispersante de acordo com a presente invenção e uma resina de formação de filme.

[082] A mistura base compreende, costumeiramente, de 20 a 70% em peso de sólido de particulado em relação ao peso total da mistura base. As quantidades de sólido de particulado preferencialmente para não menos que 30% em peso e mais preferencialmente não menos que 50% em peso da mistura base.

[083] A quantidade da resina na mistura base pode flutuar dentro de uma faixa ampla, porém, é preferencialmente não menos que 10% em peso e mais preferencialmente não menos que 20% em peso em relação ao peso total da mistura base.

[084] A quantidade da resina dispersante da invenção na mistura base é dependente da quantidade do sólido de particulado, porém, é preferencialmente de 0,5 a 5% em peso, com base na mistura base.

[085] Dispersões e bases de trituração que compreendem as resinas dispersantes de acordo com a presente invenção são adequadas, em

particular, para uso em aquarelas, preferencialmente aquarelas com teor de sólidos alto e em tintas líquidas, preferencialmente tintas líquidas para impressão flexográfica, tintas de gravura e tintas de impressão serigráfica. Adicionalmente, as mesmas são de adequabilidade vantajosa para uso em técnicas de cerâmica não aquosas, particularmente em revestimento por correia, em métodos de espalhamento que usam uma lâmina raspadora ou em métodos moldagem por extrusão ou injeção.

[086] Conseqüentemente, a presente invenção fornece, ainda, uma tinta ou tinta de impressão que compreendem um sólido de particulado, uma resina de formação de filme, um meio orgânico e um dispersante de acordo com a presente invenção.

[087] Exemplos de resinas polares adequadas como meio para a forma de dispersão da presente invenção são aquelas resinas de formação de filme que são adequadas para a produção de tintas, corantes e aparas para uso em diversas aplicações tais como corantes e tintas. Exemplos de tais resinas incluem poliamidas, tal como Versamid® de BASF SE Company, por exemplo, ou éteres de celulose, tal como efilcelulose e etiltidroxietilcelulose. Exemplos de resinas de pintura incluem resinas de alquida/melanina-formaldeído de óleo curto, resinas de poliéster/melanina-formaldeído, resinas de acrílico/melanina-formaldeído termorrígidas, resinas de alquida de óleo longo e resinas de múltiplas camadas tais como acrílico e resinas as e ureia/aldeído.

[088] Mesmo sem elaboração adicional, acredita-se que uma pessoa versada na técnica será capaz de fazer o uso mais amplo da descrição acima. As modalidades e exemplos preferenciais devem, portanto, ser compreendidas meramente como uma revelação descritiva que não é, de forma alguma, destinada a ser limitadora.

[089] A presente invenção será, agora, mais particularmente descrita com

referência aos exemplos. Modalidades alternativas da presente invenção são analogamente obteníveis.

[090] 1. PREPARAÇÃO DE POLÍMEROS

[091] Para a preparação do dispersante da invenção, os polímeros são primeiro preparados tanto separadamente (Exemplos 1 e 2) quanto in situ (Exemplo 3) através de polimerização de abertura de anel. Os números 1:9 e 1:6 em colchetes são as razões molares dos componentes e, conseqüentemente representam o comprimento de cadeia dos polímeros.

[092] POLÍMERO 1: ÁCIDO LÁURICO E E-CAPROLACTONA (1:9)

[093] Um frasco com quatro gargalos fornecido com um agitador, um termômetro, um condensador de refluxo e tubo de entrada de nitrogênio é carregado inicialmente com ácido láurico (1 mol) e ϵ -caprolactona (9 mol), e aquecido até 100°C enquanto agita sob gás N₂. Subseqüentemente, a butoxida de zircônio (0,5%) é adicionada e a mistura é aquecida adicionalmente até 160°C sob gás N₂. A mistura é agitada nessa temperatura por cerca de 4 horas.

[094] Um sólido que era amarelo em cor foi obtido. A reação tinha uma conversão de mais de 95%.

[095] POLÍMERO 2: ÁCIDO LÁURICO E E-CAPROLACTONA (1:6)

[096] Um frasco com quatro gargalos fornecido com um agitador, um termômetro, um condensador de refluxo e tubo de entrada de nitrogênio é carregado inicialmente com ácido láurico (1 mol) e ϵ -caprolactona (6 mol), e aquecido até 100°C enquanto agita sob gás N₂. Subseqüentemente, a butoxida de zircônio (0,5%) é adicionada e a mistura é aquecida adicionalmente até 160°C sob gás N₂. A mistura é agitada nessa temperatura por cerca de 4 horas.

[097] Um sólido que era amarelo em cor foi obtido. A reação tinha uma

conversão de mais de 95%.

[098] POLÍMERO 3: ÁCIDO LÁURICO E E-CAPROLACTONA, IN SITU (1:9) E (1:6)

[099] Um frasco com quatro gargalos fornecido com um agitador, um termômetro, um condensador de refluxo e tubo de entrada de nitrogênio é carregado inicialmente com ácido láurico (1 mol) e ϵ -caprolactona (3 mol), e aquecido até 100°C enquanto agita sob gás N₂. Subsequentemente, a butoxida de zircônio é adicionada e a mistura é aquecida adicionalmente até 160°C sob gás N₂. A mistura é agitada nessa temperatura (cerca de 4 horas) até a conversão de $\geq 90\%$ ser obtida. A temperatura é reduzida até 105°C e o ácido láurico (1 mol) e ϵ -caprolactona (6 mol) são, novamente, carregadas inicialmente sob gás N₂ e a mistura é agitada por 3 horas. Subsequentemente, a butoxida de zircônio (0,5%) é adicionada novamente e a mistura é aquecida adicionalmente até 160°C sob gás N₂. A mistura é agitada nessa temperatura por cerca de 4 horas.

[0100] Um sólido que era amarelo em cor foi obtido. A reação tinha uma conversão de mais de 95%.

[0101] 2. SÍNTESE DE DISPERSANTES

[0102] DISPERSANTE 1 (D1)

[0103] O polímero 1 (0,25 mol) e o polímero 2 (0,25 mol) foram aquecidos até 65°C. Polietilenoimina (1,5 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,5 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0104] DISPERSANTE 2 (D2)

[0105] O polímero 1 (0,30 mol) e o polímero 2 (0,30 mol) foram aquecidos até 65°C. Polietilenoimina (1,5 mol com base em aminas primárias, Lupasol

PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,4 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0106] DISPERSANTE 3 (D3)

[0107] O polímero 1 (0,30 mol) e o polímero 2 (0,30 mol) foram aquecidos até 65°C. Polietilenoimina (1,5 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,3 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0108] DISPERSANTE 4 (D4)

[0109] O polímero 1 (0,275 mol) e o polímero 2 (0,275 mol) foram aquecidos até 65°C. polietilenoimina (1,5 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,45 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0110] DISPERSANTE 5 (D5)

[0111] O polímero 1 (0,25 mol) e o polímero 2 (0,25 mol) foram aquecidos até 65°C. polietilenoimina (1,5 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,4 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0112] DISPERSANTE 6 (D6)

[0113] O polímero 1 (0,225 mol) e o polímero 2 (0,225 mol) foram aquecidos até 65°C. polietilenoimina (1,5 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,45 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar)

por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0114] DISPERSANTE 7 (D7)

[0115] O polímero 1 (0,225 mol) e o polímero 2 (0,225 mol) foram aquecidos até 65°C. polietilenoimina (1,5 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,55 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0116] DISPERSANTE 8 (D8)

[0117] O polímero 1 (0,275 mol) que foi aquecido até 65°C. polietilenoimina (1,50 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,4 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0118] DISPERSANTE 9 (D9)

[0119] O polímero 1 (0,6 mol) que foi aquecido até 65°C. polietilenoimina (1,50 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,4 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0120] DISPERSANTE 10 (D10)

[0121] O polímero 1 (0,55 mol) que foi aquecido até 65°C. polietilenoimina (1,50 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,35 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar.

[0122] No curso de armazenamento em temperatura ambiente por até dois meses, nenhuma mudança no líquido viscoso âmbar foi detectada em qualquer um dos dispersantes da invenção.

[0123] 3. PRODUÇÃO DE DISPERSANTES COMPARATIVOS

[0124] DISPERSANTE COMPARATIVO 1 (CD1)

[0125] O polímero 1 do Exemplo 1 (1,10 mol) que foi aquecido até 65°C. polietilenoimina (1,50 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,50 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um sólido amarelo.

[0126] DISPERSANTE COMPARATIVO 2 (CD2)

[0127] O polímero 1 (0,45 mol) que foi aquecido até 65°C. polietilenoimina (1,50 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,55 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto foi obtido na forma de um líquido viscoso âmbar, porém, solidifica ao longo do tempo.

[0128] DISPERSANTE COMPARATIVO 3 (CD3)

[0129] O polímero 1 (0,50 mol) que foi aquecido até 65°C. polietilenoimina (1,50 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,7 mol) foram adicionados. A mistura foi agitada a 160°C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto cristaliza.

[0130] DISPERSANTE COMPARATIVO 4 (CD4)

[0131] O polímero 1 (0,60 mol) que foi aquecido até 65°C. polietilenoimina (1,50 mol com base em aminas primárias, Lupasol PR 8515, MW 2000, de BASF SE Company) e ácido láurico (0,4 mol) foram adicionados. A mistura foi

agitada a 160 °C e 1.500 Pa (15 mbar) por 4 horas. Em resfriamento, o produto cristaliza.

[0132] 4. DETERMINAÇÃO DE NÚMERO ÁCIDO E NÚMERO DE AMINA

[0133] 4.1 NÚMERO ÁCIDO

[0134] O grau de conversão é determinado através de uma determinação volumétrica do número ácido (AcN). O número ácido indica as mg de KOH necessárias para neutralizar os ácidos livres presentes em 1 g de produto. O método foi estabelecido na base de DGF C-V 2, Ph.EUR. 2.5.1, ISO 3682, ASTM D 974, DIN EN ISO 2114.

[0135] Para determinar o número ácido, a amostra é dissolvida em um solvente adequado e, então, os ácidos livres presentes são titulados com solução de hidróxido de potássio. O solvente usado é uma mistura de etanol e tolueno em uma razão de 1:1. Outros solventes possíveis são, por exemplo, etanol ou isopropanol, sendo que os solventes alternativos não têm efeito no resultado do método de teste. Os solventes ou misturas de solvente usados devem ser meramente neutralizados antecipadamente com o uso de fenoftaleína, a fim de evitar distorção do resultado da análise. Titulantes úteis incluem uma solução de hidróxido de potássio de 0,5 N, uma solução de hidróxido de potássio de 0,1 N e uma solução de hidróxido de potássio de 0,02 N. Um solvente útil para a solução de hidróxido de potássio é água ou etanol. O indicador empregado para a obtenção do ponto de transição por, por exemplo, ser uma solução de fenoftaleína de 1% em etanol. Para o procedimento real, a amostra a ser analisada pesa precisamente 0,1% em peso. Subsequentemente, cerca de 50 a 100 ml do solvente neutralizado são adicionados e a amostra, se necessário, é dissolvida com aquecimento suave. Após a adição da solução de fenoftaleína, é realizada titulação com solução de hidróxido de potássio padrão até que

haja uma mudança de cor permanente. Para avaliação, a fórmula de cálculo a seguir é usada:

$$\text{Número ácido [mg de KOH/g]} = \frac{V \times M \text{ KOH} \times N}{E}$$

[0136] V = consumo do titulante [ml]

[0137] N = normalidade do titulante

[0138] E = peso da amostra [g]

[0139] M KOH = massa molar de KOH

[0140] **4.2 NÚMERO DE AMINA**

[0141] O número de amina pode ser determinado por meio de um método com base em AOCS Tf 1b-64, Afnor T-73-204, DIN EN ISO 4315. Para determinar o número de amina, a amostra é dissolvida em um solvente adequado e, então, as aminas livres presentes são tituladas com um ácido padronizado que usa um indicador. O número de amina (AmN) indica as mg de KOH que correspondem à basicidade de 1 g de amostra. Uma quantidade correspondente de amostra pesa precisamente 0,1% em peso diretamente em um frasco ou béquer de Erlenmeyer e dissolvida com cerca de 100 ml de etanol ou isopropanol, opcionalmente enquanto aquece. Após adicionar algumas poucas gotas de solução azul de bromofenol, titulação é feita com a solução de ácido clorídrico até que a cor mude de azul para amarelo.

$$\text{AmN [mg de KOH/g]} = \frac{\text{ml consumido} \times m \times 56.109 \times f}{E}$$

[0142] AmN = número de amina

[0143] E= peso em g

[0144] 56.109= massa molar de KOH

[0145] m= molaridade da solução de ácido clorídrico

[0146] f= fator da solução de ácido clorídrico

[0147] **TABELA 1: NÚMERO ÁCIDO E NÚMERO DE AMINA**

	AcN (mgKOH/g)	AmN (mgKOH/g)
Polímero 1	63,4	-
Polímero 2	45,7	-
Polímero 3	54,5	-
D1	1,5	147
D2	1,6	135
D3	1,6	136
D4	1,6	138
D5	1,6	151
D6	1,6	157
D7	1,6	151
D8	1,6	145
D9	1,6	130
D10	1,6	141
CD 1	1,8	131
CD 2	1,9	141
CD 3	2,1	121
CD 4	1,7	129

[0148] **5. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO**

[0149] Para a produção dos concentrados de pigmento e pastas de cor, os parâmetros de método gerais a seguir foram fixados e estabelecidos:

[0150] • Máquina de moagem: Misturador de Velocidade DAC 150 FVZ (Hauschild Company)

[0151] • Vasos de moagem: Vasos FLACKTEK máx. 100

[0152] • Esferas: Esferas de silicato de zircônio (diâmetro: 0,6 a 0,8 mm)

[0153] • Quantidade de concentrado de pigmento:

- [0154] Para pigmentos orgânicos e negro-de-fumo: 50,0 g
- [0155] Para pigmentos inorgânicos: 30,0 g
- [0156] • Tempo de moagem: Pigmentos orgânicos e negro-de-fumo: 5 minutos
- [0157] Pigmentos inorgânicos: 3 min.
- [0158] • Velocidade: 2.000 rpm para o concentrado de pigmento
- [0159] 3.000 rpm para a pasta de cor
- [0160] Os pigmentos a seguir foram usados:
- [0161] Bayferrox 3920 de Lanxess Company com Índice de Cor PY42
- [0162] Azul Heliogen L7085 de BASF Company com Índice de Cor PB15:3
- [0163] Cor negra FW 200 de Evonik Company com Índice de Cor PBk 7
- [0164] **5.1 CONCENTRADOS DE PIGMENTO**
- [0165] Para a avaliação de desempenho, os concentrados de pigmento de acordo com as formulações da Tabela 2 foram produzidos.

[0166] **TABELA 2:**

	Concentrado de pigmento inorgânico	Concentrado de pigmento orgânico	Concentrado de negro-de-fumo
Acetato de butila (solvente)	2,6 g	7,7 g	7,2 g
Dispersante ou dispersante comparativo	1,8 g	2,5 g	7,1 g
TEGO® VariPlus LK (resina)	20,6 g	27,3 g	26,2 g
Bayferrox 3920	25,0 g		
Azul Heliogen L7085		12,5 g	
Cor Negra FW 200			9,5 g
Total da soma	50,0 g	50,0 g	50,0 g

- [0167] Todos os matérias-primas da Tabela 2, exceto o pigmento

particular, são primeiro pesados em um vaso, então, homogeneizados uns com os outros. Depois disso, o pigmento é adicionado e misturado com os matérias-primas.

[0168] Para moagem do pigmento específico, esferas foram adicionadas à mistura e a moagem foi feita através de agitação.

[0169] Todos os concentrados de pigmento moídos foram, então, resfriados e filtrados.

5.2 PASTA DE COR

[0170] Para a produção da pasta de cor, um aglutinante de alquida livre de aromáticos de Brillux com o nome de produto Impredur 840 foi usado como um esmalte base. Tabela 3 mostra as razões de mistura entre o esmalte base e o concentrado de pigmento.

[0171] TABELA 3:

	Pasta de cor de Azul Heliogen L 7085	Pasta de cor de Bayferrox 3920	Pasta de cor de Cor Negra FW 200
Esmalte base	20 g	20 g	20 g
Concentrado de pigmento orgânico	0,64 g		
Concentrado de pigmento inorgânico		0,80 g	
Concentrado de negro-de-fumo			0,84 g

[0172] Primeiro de tudo, o esmalte base é pesado em um vaso Flacktek. O Misturador de Velocidade foi usado para misturar o esmalte base e o concentrado de pigmento a 3.000 rpm por 1 min. As pastas de cor produzidas foram usadas para testes de aplicação.

[0173] 5.3 TESTES DE APLICAÇÃO

[0174] 5.3.1 TESTE DE ESFREGAÇÃO:

[0175] Para o “teste de esfregação”, as pastas de cor foram aplicadas a uma placa com uma barra de extração Leneta 150 µm. Após o tempo de secagem de 5 minutos, o “teste de esfregação” é finalizado, o que consiste em esfregar o esmalte aplicado. Os valores de cor são determinados de modo correspondente antes e após a esfregação e o ΔE (delta E) ou diferenças de cor são calculados, o que é usado como uma medida para a distância entre duas cores e, de modo correspondente, o “teste de esfregação” permite uma avaliação em relação ao desempenho de estabilização de pigmento do aditivo. No relato de diferenças de cor, o valor de 1 ou menos do que 1 denota uma diferença que não é percebida pelo olho humano.

[0176] 5.3.2 FORÇA DE COR

[0177] Os valores colorimétricos foram determinados com um espectrômetro X-Rite Model SP 62. A força de cor F foi determinada com o uso da seguinte medida:

$$F = \frac{(100 - Y)^2}{2 Y}$$

[0178] Y = a capacidade de reflexão do comprimento de onda em máximo de absorção

[0179] A força de cor declara em relação à intensidade de cor que pode variar de acordo com o pigmento, porém, também, de acordo com o dispersante e o processo de moagem. Quanto maior a força de cor, melhor o dispersante.

[0180] 5.3.3 VISCOSIDADE DAS PASTAS

[0181] Para os perfis de viscosidade reológica, a RheoStress 1 de Thermo HAAKE foi usada. As curvas de viscosidade dinâmica foram determinadas em uma temperatura de 25 °C ± 0,5 com a geometria de medição de placa

paralela. Quanto menor a viscosidade da pasta, melhor o dispersante.

[0182] Os resultados estão compilados nas Tabelas 4, 5 e 6.

[0183] **TABELA 4: PASTA DE COR DE AZUL HELIOGEN L 7085**

Pigmento	Dispersantes	F	ΔE	Viscosidade de pasta (mPa*s)
Azul Heliogen L 7085	D1	47,9	0,62	7.533
	D2	46,45	0,44	6.382
	D3	45,21	0,64	9.362
	D4	46,55	0,48	7.068
	D5	46,68	0,43	7.014
	D6	47,35	0,33	6.887
	D7	46,87	0,47	7.920
	D8	46,57	0,36	7.576
	D9	47,63	0,34	7.301
	D10	47,68	0,33	4.313
	CD 1	49,07	0,56	8.247
	CD 2	45,98	0,51	9111
	CD 3	46,08	0,48	7.424
	CD 4	48,01	0,35	3423

[0184] **TABELA 5: PASTA DE COR DE BAYFERROX 3920**

Pigmento	Dispersante	F	ΔE	Viscosidade de pasta (mPa*s)
Bayferrox 3920	D1	6,36	0,64	6996
	D2	6,53	0,24	6981
	D3	6,27	0,75	9229
	D4	5,97	1,23	10140
	D5	6,53	0,21	8747
	D6	5,86	1,58	13000
	D7	5,64	1,06	11380
	D8	6,67	0,43	8156
	D9	6,7	0,44	7121

Pigmento	Dispersante	F	ΔE	Viscosidade de pasta (mPa*s)
	D10	6,78	0,21	6945
	CD 1	6,63	0,44	7.295
	CD 2	6,45	0,35	7.777
	CD 3	6,53	0,41	6.110
	CD 4	6,85	0,45	6.975

[0185] TABELA 6: PASTA DE COR DE COR NEGRA FW 200

Pigmento	Dispersante	F	ΔE	Viscosidade de pasta (mPa*s)
Cor Negra FW 200	D1	142,79	0,09	1.079
	D2	141,14	0,1	1219
	D3	142,11	0,28	923
	D4	141,98	0,28	942
	D5	140,86	0,19	1.000
	D6	140,96	0,15	1.164
	D7	141,54	0,21	1034
	D8	142,95	0,09	1.002
	D9	141,24	.0,16	997
	D10	142,57	0,08	984
	CD 1	141,57	0,38	1.002
	CD 2	137,85	0,57	3.073
	CD 3	142,08	0,33	1.171
	CD 4	142,38	0,14	867

[0186] Com base em testes de aplicação conduzidos, concluiu-se que os dispersantes da invenção não diferem significativamente daqueles da técnica anterior (dispersantes comparativos). A força de cor, a viscosidade de pasta e valores de delta E dos dispersantes da invenção quase não diferem daqueles da técnica anterior.

[0187] Em resumo, pode ser declarado que os dispersantes da invenção

podem, no todo, ser usados como aditivos livres de solvente para produção de vários concentrados de pigmento. Os dispersantes da invenção são adequados tanto para pigmentos orgânicos quanto para inorgânicos. O uso de pigmentos que contêm negro-de-fumo é, da mesma forma, possível. Adicionalmente, os polímeros (A) preparados in situ em particular podem dispensar de etapas de produção dispendiosas e demoradas adicionais.

REIVINDICAÇÕES

1. Dispersantes à base de poliaminas ou poliiminas **caracterizados** **por** conterem cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e cadeias laterais à base de ácidos alquil (B).

2. Dispersantes, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizados** **por** os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) serem homopolímeros, porém, terem comprimentos de cadeia diferentes.

3. Dispersantes, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizados** **por** os compostos poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) serem selecionados a partir do grupo de ácidos hidrox-C₁₋₆-alquilenocarboxílicos lineares e lactonas.

4. Dispersantes, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizados** **por** os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) serem δ -valerolactona ou ϵ -caprolactona.

5. Dispersantes, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizados** **por** os ácidos alquil (B) serem selecionados a partir do grupo de ácido acético, metoxiacético, propiônico, pentanoico, hexanoico, caprílico, cáprico, láurico, ricinoleico, esteárico e ácido hidroxisteárico.

6. Dispersantes, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizados** **por** a poliimina ser uma polietilenoimina.

7. Dispersantes, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizados** **por** o peso molecular (Mw) médio da polietilenoimina estar entre 200 e 600.000 g/mol, preferencialmente, entre 400 e 100.000 g/mol, mais preferencialmente, entre 600 e 30.000 g/mol.

8. Dispersantes, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizados** **por** o dispersante ter um número de ácido de < 10 mg de KOH/g, preferencialmente, < 5 mg de KOH/g.

9. Dispersantes, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizados**

por o dispersante ter uma razão de número de ácido para número de amina > 10, preferencialmente, > 20.

10. Método para preparar dispersantes, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** compreender a reação de poliaminas ou poliiminas com pelo menos dois ou mais polímeros à base de compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e ácidos alquil (B), em que uma amidação de ácidos alquil (B) com as poliaminas ou poliiminas ocorre.

11. Método, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado por** a razão molar do total da soma de compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e ácidos alquil (B) para grupos amino primários das poliaminas ou poliiminas é menor do que 1, preferencialmente, menor do que 0,9.

12. Método, de acordo com a reivindicação 11, **caracterizado por** a razão molar entre as duas ou mais cadeias de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) diferentes (A) e os ácidos alquil (B) estar entre 90/10 e 10/90, preferencialmente, entre (A) e (B) 80/20 e 20/80 e mais preferencialmente entre 70/30 e 30/70.

13. Método, de acordo com a reivindicação 12, **caracterizado por** os polímeros serem preparados separadamente ou *in situ* por polimerização dos compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) e, então, usados para a reação com poliaminas ou poliiminas e ácidos alquil (B).

14. Método, de acordo com a reivindicação 13, **caracterizado por** os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) serem ácidos de hidróxi-C₁₋₆-alquilenocarboxílicos lineares ou lactonas.

15. Método, de acordo com a reivindicação 14, **caracterizado por** os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) serem δ-valerolactona ou ε-caprolactona.

16. Método, de acordo com a reivindicação 15, **caracterizado por** os compostos de poli(oxi-C₁₋₆-alquilenocarbonila) (A) serem homopolímeros que têm comprimentos de cadeia diferentes.

17. Método, de acordo com a reivindicação 13, **caracterizado por** os ácidos alquil (B) serem selecionados a partir do grupo de ácido acético, metoxiacético, propiônico, pentanoico, hexanoico, láurico, ricinoleico ou esteárico.

18. Método, de acordo com a reivindicação 17, **caracterizado por** os ácidos alquil (B) corresponderem ao iniciador de polimerização para a preparação dos polímeros.

19. Método, de acordo com a reivindicação 13, **caracterizado por** a poliimina ser uma polietilenoimina.

20. Método, de acordo com a reivindicação 19, **caracterizado por** o peso molecular (Mw) médio da polietilenoimina estar entre 200 e 600.000 g/mol, preferencialmente, entre 400 e 100.000 g/mol, mais preferencialmente, entre 600 e 30.000 g/mol.

21. Composição **caracterizada por** compreender um sólido de particulado e um dispersante, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 9.

22. Uso da composição, conforme definido na reivindicação 21, **caracterizado por** ser para a produção de dispersões, bases de trituração, tintas ou tinta de impressão.

Resumo da Patente de Invenção para "**DISPERSANTES**"

A presente invenção refere-se a dispersantes com base em poliaminas ou poliiminas que contêm cadeias laterais à base de dois ou mais compostos de poli(oxi-C1-6-alquilenocarbonila) (A) e cadeias laterais à base de ácido alquil (B).