



1^{er} CERTIFICADO DE ADICION
ICI Case No. PV.18601

329886

Memoria Descriptiva
sobre

"Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal n^o 302.731, concedida el 18 de diciembre de 1964, por: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UNA DISPERSION DE PARTICULAS".

Solicitante:

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad británica, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

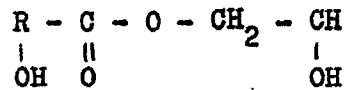
5.

Este invento se refiere a dispersantes para uso en dispersiones de partículas líquidas o sólidas en un medio orgánico, a los procedimientos para la preparación de dichas dispersiones y a las dispersiones en un medio orgánico que contienen dichos dispersan-



tes.

5. Según este invento proporcionamos un dispersante para uso en dispersiones en un medio orgánico, cuyo dispersante comprende una cadena de polímero de adición soluble que tiene enlazado al menos un grupo de la fórmula:



10. en la que R es un radical alifático.

15. El término soluble según se aplica en esta memoria descriptiva al polímero catenular de adición implica que el polímero sea soluble en el medio orgánico cuando el medio es líquido y compatible con el medio cuando el medio es un sólido polimérico. En general, con el fin de conseguir este fin, las polaridades del medio orgánico y de la cadena del polímero del dispersante solvatada por el mismo deben ser similares. Por ejemplo, para uso en un medio orgánico que sea un
20. líquido no polar la cadena del polímero que ha de ser solvatada deberá ser generalmente no polar; para uso en un medio polar la cadena del polímero deberá ser generalmente también polar. En general, la polaridad de la cadena del polímero dependerá de la naturaleza de los otros átomos o grupos unidos a su estructura básica de la cadena y por consiguiente la polaridad y la solubilidad del
25. polímero pueden variarse eligiendo los monómeros apropiados con los que se ha de formar. Cuando el medio orgánico no es polar, v.g., un hidrocarburo alifático líquido, se pueden citar como ejemplos de cadenas poliméricas
- 30



- dispersantes apropiadas que pueden ser solvatadas:
5. polímeros de ésteres de cadena larga de ácido acrílico, metacrílico o etacrílico, v.g., ésteres estearílico, laurílico, octílico, 2-etil hexílico y hexílico de ácido acrílico o metacrílico;
10. ésteres vinílicos poliméricos de ácidos de cadena larga, v.g., estearato de vinilo, laurato de vinilo, y octoato de vinilo; ésteres alquílicos de vinilo polímero; y polímeros de hidrocarburos insaturados, como con el etileno, propileno, isobutileno, e isopreno.
15. Cuando el medio orgánico es un líquido que es por naturaleza principalmente hidrocarburo aromático, se pueden usar cadenas dispersantes similares y, además, análogos de cadenas más cortas, v.g., polímeros de metacrilato etoxietilo, de metil metacrilato y etil acrilato. Asimismo pueden solvatados por dicho líquido orgánico los:
20. polímeros de estireno y estirenos sustituidos, como son el volueno de vinilo y oc-metil estireno; polímeros de óxidos de alquileno, como el óxido de etileno, propileno, butileno y hexileno; polímeros de éteres alquílicos de vinilo, como el éter metílico de vinilo y éter etílico de vinilo; y polímeros inferiores de haluros de vinilo y ésteres de vinilo, tales como el cloruro de vinilo y acetato de vinilo.
30. Cuando el medio orgánico es un líquido que es altamente polar por naturaleza, v.g., cetonas,



ésteres y alcoholes, las cadenas dispersantes apropiadas que pueden ser solvatadas por el líquido comprenden:

5. polímeros de estirenos, óxidos de alquileo,
 éteres alquílicos de vinilo, haluros de vinilo
 y ésteres de vinilo, según se ha mencionado
 anteriormente; polímeros de ácido acrílico y
 metacrílico y las amidas y ésteres de cadena
 corta de los mismos; polietilen glicoles y
10. polipropileno; polímeros hidroxilados, v.g.,
 alcohol polivinílico; y polímeros de glicol
 mono-metacrilatos y acrilatos.

El término "polímeros" según se ha empleado incluye los copolímeros y estos pueden ser aleatorios o injertados.

15. Estos ejemplos listados anteriormente
 son simplemente ilustrativos del principio que se ha de
 seguir para elegir la cadena polímera que será solvatada
 por el líquido orgánico particular en el que se usa el
 dispersante, v.g., el principio de que la cadena del dis-
20. persante que ha de ser solvatado debe ser de polaridad
 similar a la del líquido orgánico.

25. En el caso de que el medio orgánico
 polímero sea sólido se aplican principios similares, aun-
 que en este caso la elección es más limitada y en general
 es preferible usar un componente dispersante polímero
 cuyas cadenas polímeras sean similares o se hallen ínti-
 mamente relacionadas en su composición con las del medio.
 Existen excepciones a esta generalidad; por ejemplo, el
 metacrilato de polimetilo y cloruro de polivinilo son
30. compatibles en una amplia gama de proporciones, por tanto



4 AGO. 1966

un dispersante apropiado para uso en un medio de cloruro de polivinilo puede contener cadenas de metacrilato de polimetilo y viceversa.

5. Los sólidos orgánicos polímeros son normalmente de peso molecular elevado, v.g., superiores a 100.000 y en muchos casos la cadena polímera solvatada del dispersante usado en el mismo necesita ser de un peso molecular comparable con el fin de evitar la degradación de las propiedades del sólido. En el caso de que se trate de dispersiones en líquidos orgánicos la cadena polímera solvatada es normalmente de peso molecular inferior a 100.000. No son convenientes los pesos moleculares más altos principalmente porque se necesitaría una proporción de peso mucho más alta del dispersante.
- 10.
15. Otra característica esencial del dispersante es que contiene uno o más grupos de la fórmula definida anteriormente que son atraídos a la superficie de las partículas dispersas y sirven para fijar la cadena del polímero de adición solvatado.
20. El enlace de éster en el grupo definido anteriormente es del tipo que se produce por ejemplo haciendo reaccionar un grupo carboxil con un grupo epóxido porque la apertura del anillo epoxi da por resultado no solamente un enlace de éster con un átomo de carbono, sino que también se produce un grupo hidroxil en un átomo de carbono adyacente.
- 25.
30. Otra característica del grupo definido anteriormente es que contiene enlazado a la cadena del polímero soluble a través del enlace de éster, un grupo alifático sustituido con hidroxil. En la fórmula



5. anteriormente definida el grupo hidroxil adyacente al enlace de éster puede estar formado mediante la reacción de un ácido carboxílico alifático sustituido con hidroxil, con un grupo epóxido unido al componente catenular o que se une a dicho grupo posteriormente.
10. Los hidroxí ácidos apropiados comprenden los ácidos saturados e insaturados sustituidos con hidroxil que contienen hasta 20 o más átomos de carbono. La cadena de carbono del ácido puede ser recta o ramificada y el grupo hidroxilo enlazado a la misma, según se ilustra en la fórmula anterior, puede ser primario, secundario o terciario. El radical alifático R puede contener uno o más grupos hidroxilo adicionales al representado unido al mismo en la fórmula anterior.
15. Por ejemplo, los ácidos alifáticos sustituidos con hidroxil comprenden los: láctico, glicólico, glucónico, hidroxil-valérico, 12-hidroxil-esteárico, dihidroxil-esteárico, ricinoleico, 2,3-dihidroxil butírico, 3,4,5-trihidroxil hexanoico, 2-hidroxil metil nonanoico, 2-hidroxil-3 metil butírico, 2-hidroxil-2,2-dipropil acético, e hidroxil pelargónico. También se pueden usar ácidos alifáticos sustituidos con polihidroxil tales como los que tienen lugar en la goma laca, v.g., ácido aleúrico. En esos casos el ácido se puede extraer de la resina o usarse la propia resina en la manufactura del dispersante.
- 20.
- 25.
30. Los grupos epóxidos pueden introducirse en la cadena del polímero copolimerizando un monómero portador de epóxido con una proporción apropiada de otro monómero o monómeros para formar el polímero. Son



4 AGO. 1956

5. monómeros apropiados portadores de epóxido el acrilato de glicidilo, metacrilato de glicidilo y alil glicidil éter. Alternativamente, se pueden elaborar cadenas polímeras que tengan un grupo epóxido terminal mediante un procedimiento como el descrito en nuestra patente N° 302.850 .

10. Por ejemplo, se puede hacer una cadena polímera terminada en carboxilo polimerizando un monómero etilénicamente insaturado empleando γ, γ' -azobis (γ -cianovalérico ácido) como iniciador y ácido tioglicólico como agente de traslado de cadena, reaccionando entonces del grupo carboxilo con epíclorhidrina.

15. Otro método de proporcionar el grupo hidroxilo adyacente es hacer reaccionar un grupo carboxilo unido al componente de cadena polímera con un éster del ácido alifático que contiene un grupo epóxido adyacente al enlace de éster, v.g., un glicidil éster del ácido alifático.

20. Al elaborar los dispersantes de este invento el enlace de éster y el grupo hidroxilo adyacente de la fórmula definida anteriormente pueden formarse reaccionando un grupo carboxilo y un grupo epóxido a una temperatura de 100 - 150°C en presencia de un catalizador, v.g., un catalizador de amina alifática terciaria, preferiblemente una dimetilamina alquílica y mejor aún una amina como la citada en la que el grupo alquilo contenga al menos ocho átomos de carbono. Preferiblemente, el catalizador de amina se usa en una proporción del 0,05 al 0,15% del peso de la reacción.

25.



4 AGO 1953

- Los dispersantes de este invento pueden contener más de uno de los grupos definidos por molécula. Esta posibilidad surge en el caso de que la cadena del polímero soluble sea un copolímero de adición, un comonomero del que contenga un grupo reactivo mediante el cual los grupos definidos puedan hallarse en la cadena para formar el dispersante. En los copolímeros aleatorios de este tipo los grupos definidos pueden estar enlazados en diversos puntos a lo largo de la cadena del polímero aleatorio. En una modalidad alternativa del invento el copolímero puede ser un copolímero bloque o injertado en el que los grupos definidos se confinan a un segmento del copolímero, proporcionando otro u otros segmentos del copolímero el componente de cadena polímera soluble.
- 5.
- 10.
- 15.

- Según este invento, proporcionamos también dispersiones de una fase dispersa líquida o sólida en una fase continua orgánica en la que se halla presente un dispersante de la fórmula descrita anteriormente, siendo solvatados los componentes de la cadena del polímero del dispersante por la fase continua orgánica y uniéndose a las partículas dispersas mediante los grupos definidos anteriormente.
- 20.

- El invento tiene un valor particular porque mejora las dispersiones de colorantes, plaguicidas, agentes de insuflado, polvos metálicos, partículas de polímero sólido como el cloruro de polivinilo, acetato de polivinilo, cloruro de polivinilideno, polietileno, polipropileno y poliacrilonitrilo y partículas líquidas de polímeros insolubles de peso molecular bajo.
- 25.
- 30.

4 AGO.



5. Las partículas pueden dispersarse en la fase orgánica continua mediante molturación, emulsificación, precipitación o cualquier otra técnica. El dispersante puede añadirse al medio en el que las partículas se han de dispersar o bien las partículas pueden tratarse previamente con el dispersante. El invento tiene un valor particular porque mejora la dispersión de colorantes en composiciones de recubrimiento y en plásticos extruidos o moldeados. La proporción en que debe usarse el dispersante dependerá de factores tales como el contenido de la fase dispersa y el tamaño de partícula de la dispersión, el tamaño del componente de la cadena del polímero del dispersante y el número de grupos definidos anteriormente enlazados con el componente de la cadena del polímero y puede variar desde un 0,1% a un 200% o aún mayor, del peso de la fase dispersa.

10. El uso de dispersantes de este invento puede conducir a un aumento en el volumen de material que se puede dispersar en el medio orgánico o a una mejora de las propiedades de flujo de las dispersiones en líquidos orgánicos o a un aumento de la velocidad de dispersión del material en el medio. En un tipo particular de dispersión, v.g., dispersiones de colorantes en las pinturas, el uso de los dispersantes puede conducir a un mejor satinado, valores de color u opacidad y a una reducción del cambio de color durante el tiempo de almacenamiento de la pintura.

15. Cuando los dispersantes se usan en pinturas con colorantes en los que el componente de cadena polímera se solvata mediante el líquido orgánico



- volátil empleado para disolver o dispersar el componente formados de película de la pintura, es muy conveniente que la cadena del polímero del dispersante sea compatible con el componente formador de película en la película seca de pintura que queda cuando el líquido orgánico volátil de la pintura se ha evaporado. En las pinturas del tipo de solución en las que el componente principal formador de la película es un polímero de adición, es preferible que la cadena del polímero se halle en solución en el líquido orgánico volátil de la pintura y por consiguiente el componente de la cadena del polímero del dispersante, siendo del mismo tipo, se solvatará fácilmente por la acción del líquido orgánico de la pintura. Por ejemplo, cuando el polímero principal es un polímero acrílico polar disuelto en un disolvente polar, entonces, el componente de la cadena del polímero del dispersante es preferible que sea también un polímero acrílico polar.
- 5.
- 10.
- 15.

- No obstante, se puede conseguir una compatibilidad aún cuando el componente formador de la película no sea un polímero de adición. Por ejemplo, cuando el polímero principal formador de película es una resina alquídica, si se desea en combinación con una resina amino como es la resina de formaldehído de melamina, disuelta en un líquido relativamente no polar, el componente de la cadena polímera soluble del dispersante empleado para ayudar a la dispersión del colorante en la misma es preferible que sea un polímero no polar de adición tal como el poli (lauril metacrilato) o poli (vinil estearato).
- 20.
- 25.
- 30.



2 AGO 1955

El invento se ilustra a continuación mediante los ejemplos siguientes en los que todas las partes se dan en peso.

EJEMPLO 1

5. Se elaboró un polímero a base de metacrilato soluble en hidrocarburo alifático/aromático (zona de ebullición 155°C - 195°C) de la siguiente manera:

Una mezcla de:

10.	Monómero de metacrilato de laurilo	50,8 partes
	Monómero de metacrilato de butilo	231,0 "
	Monómero de metacrilato de glicidilo	15,1 "
	Hidrocarburo (según se ha citado)	242,0 "
15.	Hidrocarburo alifático (zona de ebullición: 70°C - 90°C)	453,0 "
	Azodiisobutironitrilo	5,36 "

20. se calentó con agitación a 86°C - 88°C y se mantuvo a esta temperatura durante 2 horas. En este punto se añadieron 2,68 partes más de azodiisobutironitrilo y se continuó calentando la mezcla durante 2 horas más.

25. Entonces se sacaron 332 partes de disolvente mediante destilación y como la mayor parte del mismo era disolvente de temperatura baja de ebullición la temperatura de reflujo se elevó a aproximadamente 130°C. El contenido de sólidos de la solución era de 45,8%.

Se esterificaron los grupos de epóxido del polímero de la manera siguiente:



Solución de polímero(45,8% de sólidos) 1.000,00 partes
Acido glicólico (66% de pureza) 1,75 "
Dimetil dodecil amina terciaria 1,00 "

5. Se calentó la mezcla con agitación a 130°C y se mantuvo a 130° - 140°C hasta que el valor del ácido cayó por debajo de 0,2 (el valor del ácido se define como el número de miligramos de hidróxido de potasio necesario para neutralizar 1 gramo de resina sólida).

10. Este polímero esterificado se vió que era un agente dispersante más eficaz que una serina alquídica larga modificada al aceite de tipo tradicional. Por ejemplo, se pudo dispersar un 43% más de colorante amarillo para tinte monoazoico en el líquido orgánico que contenía el copolímero modificado citado anteriormente,
15. que en un líquido orgánico que contuviera una proporción similar de una resina alquídica de cadena larga modificada al aceite.

EJEMPLO 2

20. Se preparó otro polímero a base de metacrilato soluble en hidrocarburo alifático/aromático (zona de ebullición: 160° - 200°C) de la manera siguiente:

Una mezcla de:

25. Metil etil cetona 150 partes
Azodiisobutironitrilo 18 "

se agitó hasta que se formó una solución y entonces se añadió a una mezcla de:

30. Monómero de metacrilato de laurilo 480 partes
Monómero de metacrilato de butilo 102 "
Monómero de metacrilato de glicidilo 18 "



4 AGO 1960

Esta mezcla se añadió gota a gota durante un periodo de $1\frac{1}{2}$ hora en una mezcla agitada en reflujo de los disolventes siguientes:

- | | | |
|----|---|------------|
| 5. | Hidrocarburo (como se ha indicado) | 315 partes |
| | Hidrocarburo alifático (zona de ebullición $98^{\circ}\text{C} - 122^{\circ}\text{C}$) | 435 " |

Entonces se agitó toda la mezcla a aproximadamente 100°C durante 3 horas más.

10. Entonces se separaron 405 partes de disolvente mediante destilación y la temperatura de reflujo se elevó a aproximadamente 130°C . El contenido de sólidos de la solución fué del 55%.

15. Entonces se esterificaron grupos epóxidos del polímero mezclando 1.000 partes de la solución del polímero (55% de sólidos) con 4,55 partes de ácido láctico (75% de pureza) y 1 parte de amina terciaria dodecífica de dimetilo, con agitación, a $110^{\circ}\text{C} - 120^{\circ}\text{C}$ hasta que el valor del ácido cayó por debajo de 0,2.

20. Cuando se preparó una dispersión de negro de humo (de residuos de la pasta de madera) moliéndolo en un molino de bolas con trementina mineral que contenía un 30% de una resina alquídica larga modificada al aceite, la proporción máxima de colorante que pudo dispersarse satisfactoriamente fue de un 11% del volumen de la dispersión. Cuando el líquido orgánico contenía solamente un 15% del polímero esterificado citado anteriormente, se dispersó satisfactoriamente negro de humo hasta un volumen de colorante del 13,5% del volumen de la dispersión.
- 25.



EJEMPLO 3

Se preparó un copolímero de metacrilato de metilo/metacrilato de glicidilo polimerizando una mezcla de:

5.	Monómero de metacrilato de metilo	1.164 partes
	Monómero de metacrilato de glicidilo	36 "
	Azodisobutironitrilo	3 "
	Metil isobutil cetona	540 "
	Tolueno	1.260 "

10. para producir una solución que contenía un 40% de un copolímero de peso molecular de aproximadamente 80.000.

Entonces se esterificaron aproximadamente un 12% de los grupos epóxidos en el copolímero con ácido glucónico refluendo una mezcla de:

15.	Solución de copolímero(según se ha citado)	1.000 parte
	Acido glucónico	1,6 "
	Dodecil dimetil amina terciaria	1,0 "

hasta que el valor del ácido hubo caído por debajo de 0,2.

20. Este polímero modificado se vió que era un agente dispersante muy eficaz comparado con un homopolímero de metacrilato de metilo o un copolímero más tradicional de metacrilato de metilo/ácido metacrílico.

25. Se pudo dispersar un 62% más de negro de humo en una mezcla de 70:30 de tolueno:metil isobutil cetona que contenía un 15% del dispersante modificado citado, que en el líquido orgánico que contenía un 20% del copolímero normal de 98:2 de metacrilato de metilo: ácido metacrílico.

30.



4 AGO. 1966

EJEMPLO 4

5. Se preparó un copolímero de 97:3 de metacrilato:metacrilato de glicidilo según el método del Ejemplo 3, pero en lugar de esterificarlo con ácido glucónico el copolímero se esterificó con una proporción equivalente de ácido 12-hidroxiesteárico.

10. Cuando se preparó una dispersión de colorante de negro de humo moliéndolo en un molino de bolas con una mezcla 70:30 de tolueno:metil isobutil cetona que contenía un 20% de copolímero 98:2 de metacrilato de metilo:ácido metacrílico, la proporción máxima de colorante que pudo dispersarse satisfactoriamente fué de un 6,1% del volumen de la dispersión. Cuando el líquido orgánico contenía un 20% del dispersante hecho
15. según se ha indicado el negro de humo se dispersó satisfactoriamente en un volumen de colorante del 9,9% de la dispersión.

20. Cuando se añadió un dispersante similar, preparado por la reacción de metacrilato de metilo: metacrilato de glicidilo en una proporción de 97:3 con una cantidad equivalente de ácido esteárico en lugar del ácido 12-hidroxiesteárico, en igual cantidad al líquido orgánico, se pudo dispersar satisfactoriamente solamente un 7,0% en volumen de negro de humo.

25. EJEMPLO 5

30. Se preparó un copolímero 97:3 de metacrilato de metilo:metacrilato de glicidilo según el procedimiento del Ejemplo 3, pero en lugar de esterificar con ácido glucónico, se esterificó el copolímero con una proporción equivalente de ácido glicólico. Una

4-AGO. 1968

muestra adicional del mismo copolímero se esterificó con una proporción equivalente de ácido acético.

5. Cuando se preparó una dispersión de colorante de negro de humo moliéndolo en un molino de bolas con una mezcla 70;30 de tolueno:metil isobutil cetona que contenía un 20% del copolímero modificado al ácido acético, la proporción máxima de colorante que se pudo dispersar satisfactoriamente fué del 6,7% en volumen de la dispersión. Cuando el líquido orgánico contenía la misma cantidad del copolímero modificado al ácido glicólico mencionado anteriormente, el negro de humo se dispersó satisfactoriamente a un volumen de colorante del 10,1% de la dispersión.

EJEMPLO 6

15. Se preparó un dispersante copolímero de la manera siguiente:

E t a p a 1

20.	Acido polihidroxiesteárico(peso molecular aproximadamente 1500)	1.100 partes
	Hidrocarburo alifático/aromático(zona de ebullición 137°C - 144°C)	900 "
	Hidroquinona	1 parte
	Dodecil dimetil amina terciaria	2 partes
	Metacrilato de glicidilo	150 "

25. Se calentó la mezcla con agitación en reflujo y se mantuvo a esta temperatura (aproximadamente 140°C) hasta que el valor del ácido del polímero hubo caído por debajo de 1,0. El contenido final de sólidos de la solución del polímero fué del 47,4%.



E t a p a 2

5. Se cargó un recipiente con 420 partes de hidrocarburo (como se ha indicado) y se alimentó por goteo durante un periodo de 4 horas la mezcla siguiente:

	Metacrilato de metilo	164 partes
	Solución de polímero preparado como en la etapa 1	145 "
	Metacrilato de glicidilo	10 "
10.	Azodiisobutironitrilo	5 "

Durante este periodo se mantuvo la temperatura a 85°C - 90°C.

15. Se continuó calentando durante 2 horas más en cuyo punto el contenido de sólidos era de un 32,9%.

E t a p a 3

20. Se esterificaron grupos epóxidos del copolímero preparado como se describe en la Etapa 2, con ácido láctico calentando a 130°C - 140°C una mezcla de:

	Copolímero de la solución descrita en la Etapa 2	500,00 partes
	Acido láctico (75% de pureza)	4,15 "
	Dodecil dimetil amina terciaria	0,50 "

25. hasta que el valor del ácido hubo caído por debajo de 0,2.

El producto era una solución en líquido orgánico de un copolímero injertado que comprendía una

cadena de polimetacrilato que tenía enlazadas cadenas polihidroxiesteáricas y grupos del tipo definido anteriormente en los que el radical alifático sustituido con hidroxil se deriva del ácido láctico.

5. Aproximadamente un 110% más de negro de humo pudo dispersarse en este líquido orgánico que contenía el dispersante, que en un líquido orgánico correspondiente que contuviera el copolímero sin esterificar con ácido láctico.

10. EJEMPLO 7

Se hizo reaccionar con goma laca un copolímero de metacrilato de metilo: metacrilato de glicidilo preparado como en el Ejemplo 3, de la forma siguiente:

15. Se disolvieron 7 partes de la goma laca descerada en 26 partes de metanol con calentamiento suave y se agitó con una mezcla de:

Solución de copolímero	896 partes
Metil isobutil cetona	70 "
Dodecil dimetil amina terciaria	1 parte

20. Se elevó gradualmente la temperatura a 105°C durante cuyo periodo se separó la mayor parte del metanol por destilación. La mezcla se mantuvo a 105°C - 107°C hasta que una muestra de 10 mg necesitó menos de 0,2 ml de KOH N/10 para la neutralización a fenolftaleína. El producto contenía aproximadamente un 40% de sólidos disueltos.

25.

Las dispersiones de colorante azul de ftalocianina en el producto mostraron una resistencia



4 AGO. 1964

5. mucho mayor a la floculación comparada con dispersiones similares en solución de metacrilato de polimetilo cuando se diluyeron y examinaron al microscopio. Igualmente, las mezclas de dispersiones de dióxido de titanio y azul de ftalocianina en los dispersantes mostraron solamente una ligera separación de colorantes cuando se almacenaron durante largos periodos en tubos de cristal.

10. Las pinturas azul pastel hechas con mezclas de dispersiones de dióxido de titanio y azul de ftalocianina en los dispersantes mostraron un desarrollo de color muy bueno cuando se aplicaron en condiciones de poco deslizamiento. El aumento de deslizamiento en la aplicación de la pintura supuso poca diferencia para el color de la pintura.

15. Las dispersiones descritas en los ejemplos anteriores ilustran los empleos y ventajas de una selección de los dispersantes de este invento que pueden emplearse, naturalmente, en dispersión en muchos otros materiales diferentes a los colorantes usados a título de ilustración del invento.

20. Las dispersiones de colorantes puestas como ejemplo anteriormente tienen un valor particular en composiciones de pintura, y, según se ha explicado, se usan con las mayores ventajas cuando el dispersante es compatible con el material formador de película en la película seca de pintura según se indica en la tabla siguiente:

25.

4 AGO. 1965

<u>Ejemplo</u>	<u>Cadena de Polímero</u>	<u>Tipo Apropriado de Pintura</u>
1 y 2	Polímero acrílico soluble en hidrocarburo	Pintura alquídica o pintura de dispersión de P.V.C.
3,4,5 y 7	Polímero acrílico	Lacas acrílicas
6	Polímero acrílico modificado con ácido poli (OH-esteárico)	Lacas acrílicas de endurecimiento térmico.

10.

N O T A

15.

20.

25.

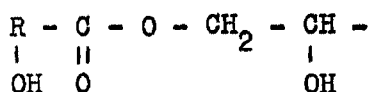
30.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde una solicitud de patente presentada en Inglaterra, con fecha 4 de Agosto de 1.965 n° 33353/65, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita 1^{er} Certificado de Adición, sobre: "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal n° 302.731, concedida el 18 de diciembre de 1964, por: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UNA DISPERSION DE PARTICULAS", caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal n° 302.731, concedida el 18 de diciembre de 1964, por: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UNA DISPERSION DE PARTICULAS", en un medio orgánico, que com-



comprenden una cadena polimérica de adición solvatable que tiene unido al menos un grupo de fórmula



10. en la que R es un radical alifático, caracterizadas porque la cadena del polímero de adición y el radical alifático sustituido con hidroxilo se enlazan entre si reaccionando un grupo carboxilo con un grupo epóxido.

2ª.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque se reacciona un ácido carboxílico alifático sustituido con hidroxilo, con un grupo epoxi enlazado con la cadena del polímero de adición.

15. 3ª.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque comprenden reaccionar un éster de un ácido carboxílico alifático sustituido con hidroxilo, que contiene un grupo epóxido adyacente al enlace de éster, con un grupo carboxilo unido a la cadena del polímero de adición.

20. 4ª.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque el polímero de adición es un copolímero aleatorio.

25. 5ª.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque el polímero de adición es un copolímero bloque o de injerto.

30. 6ª.- Mejoras según las reivindicaciones anteriores caracterizadas la reacción entre los grupos epóxido y carboxilo se cataliza mediante una amina alifática terciaria.



7^a.- Mejoras según la reivindicación 6, caracterizadas porque la amina es una dimetil-alquil-amina.

5. 8^a.- Mejoras según la reivindicación 7, caracterizadas porque el radical alquilo contiene como mínimo 8 átomos de carbono.

9^a.- Mejoras según la reivindicación 6, caracterizadas porque la proporción de catalizador es del 0,05 al 0,15% en peso de la mezcla de la reacción.

10. 10^a.- "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal n^o 302.731, concedida el 18 de diciembre de 1964, por: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UNA DISPERSION DE PARTICULAS", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

15. Esta memoria consta de veintidos hojas escritas a máquina por una sola cara.

4 AGO. 1966

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ GONDO Y CA
P. P. Firmado A. GARCIA BRAVO

