

**ÉSTER LIBRE O CON BAJO CONTENIDO DE 2-MERCAPTOETANOL Y USOS
DEL MISMO**

INVENTOR: ROSS, Kevin, John, ciudadano estadounidense de Rockwood, Ontario, CA;
NORRIS, Gene, Kelly, ciudadano estadounidense de West Chester, OH, EE. UU.; y,
DUNLAP, Jeremy, ciudadano estadounidense de Walton, KY, EE. UU.

CESIONARIO: PMC Organometallics, Inc., una corporación de Delaware que tiene una
dirección en 1288 Route 73, Suite 401, Mount Laurel, NJ 08054

REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUDES RELACIONADAS

Esta solicitud reivindica el beneficio de la Solicitud de Patente Provisional de EE. UU., Número de Serie 62/723,943, presentada el 28 de agosto de 2018; y la Solicitud de Patente Provisional de EE. UU., Número de Serie 62/878,040, presentada el 24 de julio de 2019, las cuales se incorporan aquí como referencia.

Prioridad de la solicitud de patente provisional de EE. UU., Número de serie 62/723,943, presentada el 28 de agosto de 2018; y, solicitud de patente provisional de EE. UU., número de serie 62/878,040, presentada el 24 de Julio de 2019 la cual es reclamada en esta solicitud.

**DECLARACIÓN SOBRE INVESTIGACIÓN O DESARROLLO PATROCINADO
FEDERALMENTE**

No aplica

REFERENCIA A UN "APÉNDICE DE MICROFICHA"

No aplica

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

1. Campo de la invención

La presente invención se refiere a ésteres con menor contenido residual de 2-mercaptoetanol y usos de los mismos. Más particularmente, la presente invención se refiere al uso de ésteres

libres o con bajo contenido de 2-mercaptoetanol para mejorar los estabilizadores térmicos para polímeros que contienen halógenos, por ejemplo, cloruro de polivinilo o PVC.

2. Antecedentes generales de la invención

El PVC es un polímero térmicamente inestable a las temperaturas de procesamiento tradicionales y se han desarrollado muchos sistemas estabilizadores que intentan abordar su inestabilidad térmica inherente. Estas tecnologías incluyen estabilizadores orgánicos, de metales mixtos y a base de estaño. Los estabilizadores a base de estaño se dividen en dos tecnologías principales: ácido tioglicólico (TGA) o éster inverso (RE).

Los estabilizadores basados en TGA o metacrilato de 2-etilhexilo (EHMA) se han utilizado con éxito desde la década de 1950, mientras que los estabilizadores de éster inverso, RE, se introdujeron en la década de 1970. La mayoría de los estabilizadores térmicos de PVC a base de estaño contienen componentes de monoalquilo y dialquilo. Esta clase de estabilizadores también se ha modificado para contener puentes de azufre que pueden mejorar tanto el rendimiento como los costes en relación con sus contrapartes sin puentes (véase la patente US 3,565,931).

La patente US 4,062,881 de Kugele enseña que el comportamiento estabilizador sinérgico se produce cuando se añade un mercaptano libre a un mercaptano de estaño. Desarrollos más recientes de la Patente US 6,846,861 de Herzig et. al enseña que los heptanoatos de mercaptoalquilo de organoestaño proporcionan una fragancia mejorada sobre los ésteres de mercapto tradicionales tales como el tallato de 2-mercaptoetilo, oleato de 2-mercaptoetilo y otros.

Sin embargo, este enfoque se ve obstaculizado por razones regulatorias y comerciales y este enfoque no ha tenido éxito comercial. El uso de ésteres de 2-mercaptoetanol, en lo sucesivo denominados ésteres 2ME, se acepta generalmente en aplicaciones de PVC en las que el olor generalmente no es motivo de preocupación, como tuberías de PVC, sustratos de revestimiento de PVC y sustratos para vallas de PVC.

Hay otras aplicaciones, como el perfil de ventana y el calandrado, en las que se ha encontrado que los olores creados durante el procesamiento posterior, como el mezclado, la extrusión, el calandrado, el corte y la soldadura, son inaceptables.

Los ésteres típicos basados en 2ME que están destinados a la producción de estabilizadores a base de estaño pueden contener hasta un 3% en peso de 2ME residual o libre. El 2ME residual en los ésteres basados en 2ME puede ser el resultado del exceso de 2ME usado para aumentar los rendimientos de los ésteres de 2ME deseados. Además, los estabilizadores de estaño producidos a partir de ellos también pueden contener hasta un 2% en peso de 2-ME residual. Además, también se puede añadir posteriormente 2ME adicional a un estabilizador de éster inverso para mejorar algunos aspectos del rendimiento del estabilizador final de éster basado en 2ME.

Las siguientes patentes estadounidenses se incorporan aquí como referencia:

Patente de Estados Unidos N° 4,062,881 de Kugele; y, Herzig et al, Patente de Estados Unidos N° 6,846,861.

BREVE RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención es una composición estabilizadora para polímeros que contienen halógeno. Recientemente se ha encontrado que el olor de los ésteres 2ME, y los estabilizadores a base de estaño resultantes derivados de ellos, pueden mejorarse drásticamente mediante una reducción significativa del 2-Mercaptoetanol residual del éster. Este efecto se puede lograr de varias maneras que incluyen pero no se limitan a: lavado con agua, extracción con calor y vacío, uso de agua adicional para ayudar a su eliminación con calor y vacío, tamices moleculares o tecnologías de separación por membrana.

También debería observarse que es generalmente reconocido que el rendimiento de los estabilizadores a base de estaño para polímeros que contienen halógeno está directamente relacionado con el contenido de estaño del estabilizador de estaño. Sin embargo, los estabilizadores extendidos con éster 2ME proporcionan un rendimiento sorprendente dado que su rendimiento térmico está en línea con los estabilizadores de mayor contenido de estaño, mostrando así una eficacia de rendimiento térmico superior a la que se esperaría basándose únicamente en el contenido de estaño.

Los ésteres a base de 2ME, cuando se usan como reforzadores para estabilizadores a base de estaño, ofrecen ventajas de costos sobre otros enfoques, como el aceite de soja epoxidado, comúnmente conocido como ESO. El ESO se ha estado utilizado en aplicaciones de PVC rígido y flexible durante muchos años como un co estabilizador para mejorar el rendimiento de los sistemas estabilizadores basados en Ca/Zn y estaño. El ESO se ha utilizado normalmente debido a su bajo olor junto con su bajo costo en relación con los estabilizadores a base de estaño. El desarrollo del color como se describe en la Tabla 1 indica que el éster de bajo contenido residual o libre de 2-mercaptoetanol (LFMEE) ofrece un rendimiento similar al de ESO, pero el uso de LFMEE también evita los problemas de estabilidad en el almacenamiento que se ven comúnmente con los estabilizadores de estaño a base de ESO.

Tabla 1: FORMULACIÓN DE COMPUESTOS DE PVC

COMPONENTE	PHR	
	1	2
Resina de PVC (SE-750) o equivalente	100.0	100.0
Muestra 1	2.00	
Muestra 2		2.00
Estearato de Calcio	1.2	1.2
Parafina165	0.8	0.8
Polietileno Oxidado E-14	0.1	0.1
Modificador Acrílico Polimérico	6.0	6.0

K400		
Modificador Acrílico Polimérico K175	1.0	1.0
Llenador de CaCO ₃ -UFT	5.0	5.0
Pigmento de TiO ₂	1.0	1.0

Condiciones de prueba: El compuesto de PVC se mezcló siguiendo el orden de adición de aditivos y la temperatura estándar. La estabilidad del color de cada compuesto se evaluó usando un Brabender funcionando a 190 grados Celsius/60 rpm con muestras tomadas en intervalos de 2 minutos. Los colores de cada chip se midieron en relación con una loseta blanca estándar y los "Valores L" se reportan en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2: Valores de color

Tiempo (Min)	Valor de Color (Valor L)	
	Muestra 1	Muestra 2
2	90.75	91.01
4	88.98	90.37
6	88.1	89.58
8	86.41	87.790
10	86.25	88.25
14	85.49	86.07
18	80.03	79.04
22	65.78	66.15

Muestra 1	85 Wt % ADVASTAB® TM-181FS /15 WT% LFMEE
Muestra 2	85 Wt % ADVASTAB® TM-181FS /15 WT% Aceite de Soya Epoxidado

Las muestras anteriores se prepararon con la marca ADVASTAB® TM-181FS; sin embargo, se espera que se obtengan resultados similares con un compuesto genérico de composición similar.

La presente invención también proporciona la ventaja de aprovechar la fuente renovable de ácidos grasos para la producción de ésteres de 2-mercaptoetilo. Por el contrario, los estabilizadores basados en TGA o EHMA se basan completamente en productos intermedios derivados del petróleo.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DEL INVENTO

Todos los experimentos para eliminar el 2-mercaptoetanol residual utilizaron el 2-mercaptoetil éster estándar preparado en un equipo comercial en PMC Organometallix. El proceso implica la reacción de 2-mercaptoetanol con un ácido graso C16-C18 utilizando un catalizador ácido. Como métodos representativos de preparación, se discutirán en detalle los siguientes tres métodos para la producción de LFMEE:

Síntesis del estándar 2-mercaptoetil éster:

En los siguientes experimentos, se preparó el éster 2-mercaptoetilo haciendo reaccionar un equivalente de ácido graso con 1,18 moles de 2-mercaptoetanol en presencia de un catalizador ácido, calentando lentamente a 80-85 grados Celsius al vacío. El agua de esterificación se elimina para impulsar la reacción. Esta mezcla de reacción se lava luego con agua para eliminar el catalizador ácido, el agua de lavado se separa y luego la capa orgánica se seca al vacío y con calor.

También puede usarse cualquier otro método aceptable para preparar el estándar del éster 2-ME.

Experimento A: Se lavaron 300 gramos del estándar de 2-mercaptoetil éster, diez veces con alícuotas de 100 gramos de agua. El lavado se realizó en un embudo de decantación de 500 ml y se dejó reposar durante 30 minutos. Se drenó el agua (fase del fondo) y se añadió la siguiente

alícuota de agua. Después de que se completó el lavado final, la fase orgánica se secó aplicando vacío y calentando a 110°C.

Experimento B: Se trataron 100 gramos del estándar 2-mercaptoetil éster, cuatro veces con 2,5 gramos de agua. El estándar de 2-mercaptoetil éster se calentó a 70°C y luego se añadió la alícuota de agua de 2,5 gramos. El agua se eliminó aplicando vacío y calentando a 70°C. Una vez que se alcanzó la temperatura, se añadió la siguiente alícuota de agua de 2,5 gramos. Esto se repitió para las 4 alícuotas de agua.

Experimento C: Se trataron 450 gramos del estándar de 2-mercaptoetil éster con 112 gramos de agua, y luego el agua se eliminó al vacío y se calentó a 85°C. El porcentaje de 2-mercaptoetanol eliminado se determinó midiendo el porcentaje de caída de mercaptosulfuro en comparación con el estándar de 2-mercaptoetil éster de partida.

Tabla 3: Eliminación de 2ME del éster de 2ME

Exp .	Porcentaje inicial de Mercaptosulfuro	Porcentaje Aproximado de 2-ME	Porcentaje Final de Mercaptosulfuro	Porcentaje removido de 2-ME	Porcentaje aproximado de 2ME	Porcentaje aproximado de remoción de 2-ME
A	9.12	2.8	8.18	2.22	0.6	80
B	9.09	2.8	8.02	2.52	0.3	90
C	9.09	2.8	7.94	2.70	0.1	>95

Los experimentos A, B y C proporcionaron altos niveles de eliminación de 2-ME libre. Los ésteres con bajos contenidos residuales o libres de 2-ME resultantes se utilizaron en un estudio posterior para determinar su eficacia como coestabilizadores y/o incorporados como especies unidas dentro de un estabilizador a base de estaño, pero sin los olores ofensivos tradicionales que resultan del uso de ésteres con altos contenidos residuales de 2 -ME. También pueden

usarse otros métodos aceptables para eliminar 2-ME de los ésteres de 2-ME para producir el nuevo LFMEE de la presente invención.

Descripción de la preparación del ESTABILIZADOR

ADVASTAB® TM-181FS se preparó mediante el siguiente proceso:

1.03 equivalentes (eq) de tioglicolato de 2-etilhexilo, se hizo reaccionar con una mezcla acuosa de tricloruro de estaño de monometilo (25% en peso) y dicloruro de estaño de dimetilo (75% en peso) que representa 1.0 equivalentes de cloruro usando una solución acuosa de hidróxido de sodio para convertir el cloruro a mercapturo. Esta mezcla se deja decantar por 60 minutos para que se separen las fases orgánica y acuosa. La capa orgánica del fondo se retira, se seca al vacío y se calienta. Esta capa fue luego se filtra para obtener un líquido transparente.

Tabla 4: ADVASTAB® TM-181FS * se mezcla con el porcentaje de LFMEE especificado como se indica a continuación:

MUESTR A #	ADVASTAB® TM-181FS	PORCENTAJ E DE LFMEE	PHR	PHR ESTAÑO
1	100%	0%	2.0	0.38
2	95%	5%	2.0	0.361
3	90%	10%	2.0	0.342
4	85%	15%	2.0	0.323
5	80%	20%	2.0	0.304
6	75%	25%	2.0	0.285

Tabla 5: Estas muestras se combinaron en la formulación de PVC como se muestra a continuación:

Componente	PHR					
	1	2	3	4	5	6
PVC (SE-750) o equivalente	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
Muestra 1	2.00					
Muestra 2		2.00				

Muestra 3			2.00			
Muestra 4				2.00		
Muestra 5					2.00	
Muestra 6						2.00
Estearato de Calcio	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2
Lubricante CS-2054	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
Lubricante E-14	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Modificador Acrilico K400	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
Modificador Acrilico K175	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Llenador de CaCO ₃ - UFT	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
Pigmento de TiO ₂	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

Tabla 6: Valores de color para mezclas TM181FS y LFMEE

Tiempo (Min)	Valores de Color (Valor L)						
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6	
2	90.77	92.39	93.91	91.80	93.01	92.79	
4	90.84	92.1	93.07	90.66	92.46	93.05	
6	91.2	91.85	93.33	89.74	91.71	92.43	
8	91.48	92.77	94.04	90.23	92.12	93.4	
10	91.78	93.06	94.3	90.15	93.35	93.64	
14	92.9	91.94	92.7	94.49	93.27	93.02	

* El ADVASTAB® TM-181FS fue proporcionado por PMC Organometallix, Inc. Es un estándar de la industria para numerosas aplicaciones en PVC. Pueden usarse otros estabilizadores adecuados. Las composiciones estabilizadoras preferidas pueden incluir composiciones similares a la composición general de ADVASTAB® TM-181FS que se muestra a continuación:

Tipo de grupo alquilo	Tipo de ligando	Porcentaje en peso de mono-	Porcentaje en peso de estaño
Metilo	2-EHMA	27	19.0

Las mezclas de PVC que utilizan las composiciones estabilizadoras de la Tabla 5 se sometieron a pruebas de rendimiento de molinos de 2 rodillos y los datos de color correspondientes (valores L) se describen en la Tabla 6. Como se indica en la Tabla 6, las mezclas de estabilizador de estaño con hasta un 25% en peso de LFMEE proporcionaron un rendimiento similar al estabilizador de control. Cabe señalar además que el rendimiento de, por ejemplo, las Muestras 5 y 6 se logra con contenidos de estaño significativamente más bajos.

Procedimiento de síntesis del estabilizador A y B:

Durante la preparación de las mezclas de PVC para las evaluaciones, se observó que el olor de la mezcla de ADVASTAB® TM-181FS y LFMEE tenía un olor similar al del ADVASTAB® TM-181FS sin modificar. El olor del ADVASTAB® TM-181FS con el estándar 2-Mercaptoetil éster, por ejemplo, un éster con más del 2% en peso de 2-ME residual, tenía un olor desagradable notablemente más fuerte. Se espera que se logren resultados similares con un estabilizador genérico de composición similar.

También se investigó la utilidad de los LFMEEs en la síntesis de estabilizadores. El rendimiento de los estabilizadores con alto contenido de monooctilestaño basados en LFMEE se comparó con su análogo 2-EHMA, comercialmente disponible como Thermolite 895. En el contexto de este trabajo, un alto monooctilestaño se refiere a estabilizadores a base de estaño con un mono contenido superior al 75% con el correspondiente di contenido inferior al 25% y los ejemplos siguientes se basan en materiales con un contenido de mono superior al 90%. El LFMEE con alto contenido de monooctilestaño se preparó a partir de cloruro de alto contenido en monooctilo de una manera convencional como se detalla en la sección Experimental. El contenido de estaño se dirigió hacia un estabilizador LFMEE de alto monooctilestaño que contiene un contenido de estaño para permitir la comparación de estabilizadores dentro de un rango más estrecho de porcentajes en peso de estaño que permite comparar diferentes estabilizadores con contenidos de estaño iguales y, por lo tanto, niveles de carga similares. Este enfoque reduce o elimina cualquier efecto sobre el rendimiento de diferentes niveles de carga

del estabilizador térmico. Por tanto, se produjo una versión del sulfuro del LFMEE con alto contenido del monoctilestaño original mediante una metodología familiar para un experto en la técnica de la producción de estabilizadores mediante el uso de cloruro de alto contenido de monoctilestaño, LFMEE y sulfuro de sodio (véanse los ejemplos para obtener detalles). Este material se describe como sulfuro de LFMEE de alto contenido de monoctilo y se denominará estabilizador A. Inicialmente, estos estabilizadores se compararon sobre una base de estaño igual y se evaluaron en una prueba de estabilidad de molino de 2 rodillos. Estos resultados se resumen en la Tabla 8.

Descripción de la preparación del ESTABILIZADOR

THERMOLITE® 895 y el estabilizador A se prepararon mediante el siguiente proceso:

1.02 eq de éster que contiene azufre de Mercapto (para el THERMOLITE® 895 esto es 2-tioglicolato de etilhexil, para el estabilizador A es una combinación de LFMEE y sulfuro disódico) se hicieron reaccionar con una mezcla de tricloruro de estaño de monoctilo (95% en peso) y dicloruro de estaño de dioctilo (5% en peso) que representa 1,0 equivalentes de cloruro usando una solución acuosa de hidróxido de sodio acuoso para convertir el cloruro en el mercapturo. Esta mezcla se deja reposar durante 60 minutos para permitir que se dividan las fases orgánica y acuosa. Se elimina la capa acuosa del fondo y se seca con calor la fase orgánica restante al vacío. A continuación, se filtra para producir un líquido transparente. Se pueden utilizar equivalentes genéricos de THERMOLITE® 895. Se espera que ocurran resultados similares con un equivalente genérico de THERMOLITE® 895.

Estos estabilizadores se evaluaron por su efecto sobre el procesamiento del PVC, en particular su impacto en el desarrollo del color en función del calor y el tiempo.

Estos estabilizadores se combinaron en la formulación de PVC que se muestra en la Tabla 7.

Tabla 7: Formulaciones PVC con estabilizadores

Componente	PHR	
	Muestra1	Muestra 2
Resina Shintech® SE-750 PVC	100.0	100.0
THERMOLITE® 895	1.15	

Estabilizador A		1.16
Estearato de Calcio	0.2	0.2
Lubricante CS-2054	0.7	0.7
(Modificador polimérico)Arkema® P-530	1.0	1.0
(Modificador polimérico)Arkema® P-770	1.0	1.0
(Modificador polimérico)Arkema® C-859	8.0	8.0
Llenador de CaCO ₃ Omya® UFT	5.0	5.0
Pigmento de TiO ₂ Chemours® 960	0.5	0.5

Se pueden utilizar equivalentes genéricos de componentes de marca. Se espera que ocurran resultados similares con el uso de equivalentes genéricos de componentes de marca.

Tabla 8: Prueba de estabilidad para los estabilizadores

Tiempo (Min)	Valores de Color (Valor L)	
	Muestra 1	Muestra 2
2	90.30	91.94
4	90.63	91.56
6	88.70	92.11
8	88.28	92.95
10	84.03	93.09
12		87.86

MUESTRA	DESCRIPCIÓN	PHR	Porcentaje de Estaño	Estaño PHR
1	THERMOLITE® 895	1.15	13.6	
2	Estabilizador A	1.16	13.5	

Como se muestra en los valores de L en la Tabla 8, se puede ver claramente que el Estabilizador A proporciona un mejor color inicial, un mejor desarrollo del color y estabilidad en comparación con el control, T895, que es un estabilizador tradicional basado en EHMA.

Para comprender mejor si el rendimiento mejorado de los estabilizadores basados en LFMEE se puede extender a monoestabilizadores inferiores, se preparó un estabilizador basado en LFMEE a partir de un material de partida al 25% mono/75% di para compararlo con el T890F disponible comercialmente que tiene una relación mono/di similar. T895 y T890F se utilizan para una variedad de aplicaciones de PVC rígido, pero se utilizan particularmente en aplicaciones de películas y láminas. El rendimiento de estos materiales se comparó con el

mismo contenido de estaño en un molino de 2 rodillos para evaluar el desarrollo del color, la estabilidad y el olor relativo y la pegajosidad al rodillo y los resultados se resumen en la Tabla 10 y la Tabla 11.

Estos estabilizadores se evaluaron por su efecto sobre el procesamiento del PVC, en particular su impacto en el desarrollo del color en función del calor y el tiempo. Estos estabilizadores se combinaron en la formulación de PVC que se muestra en la Tabla 9.

Tabla 9: Composiciones de estabilizadores

COMPONENTE	PHR	
	Muestra 1	Muestra 2
Resina Shintech® SE-750 PVC	100.0	100.0
THERMOLITE® 890F	1.00	
Estabilizador B		1.05
Estearato de Calcio	0.2	0.2
Lubricante CS-2054	0.7	0.7
Modificador Polimérico Arkema® P-530	1.0	1.0
Modificador Polimérico Arkema® P-770	1.0	1.0
Modificador Polimérico Arkema® C-859	8.0	8.0
CaCO ₃ Omya® UFT	5.0	5.0
TiO ₂ Chemours® 960	0.5	0.5

Se pueden utilizar equivalentes genéricos de componentes de marca. Se espera que ocurran resultados similares con el uso de equivalentes genéricos de componentes de marca.

Tabla 10. Datos del valor L

Tiempo (Min)	Valores de Color (Valor L)	
	Muestra 1	Muestra 2
2	89.03	88.30
4	88.36	88.62
6	86.89	87.04
8	84.45	86.21
10	74.42	83.22

MUESTR A	DESCRIPCIÓN	PH R	Porcentaje de estaño	Estaño Phr
1	THERMOLITE® 890F	1.0		
2	Estabilizador	1.05		

Se pueden utilizar equivalentes genéricos de componentes de marca. Se espera que ocurran resultados similares con el uso de equivalentes genéricos de componentes de marca.

Como se puede ver en la Tabla 10, el rendimiento del estabilizador B supera al del Thermolite® 890F que es un estabilizador térmico utilizado en PVC y que está compuesto por una combinación específica de compuestos de di-n-octil estaño y mono-n-octil estaño en términos de desarrollo de color, lo que indica que el rendimiento mejorado de los estabilizadores basados en LFMEE se puede encontrar en una amplia gama de mono / di.

Tabla 11: Olor subjetivo relativo y pegajosidad del rodillo durante el procesamiento

	T890F	T895	Estabilizador A
Olor	Desagradable	Desagradable	Menos desagradable
Pegajosidad	Alta	Alta	Baja

Se pueden utilizar equivalentes genéricos de componentes de marca. Se espera que ocurran resultados similares con el uso de equivalentes genéricos de componentes de marca.

A niveles de carga similares, el estabilizador A proporcionó una estabilidad de color y una estabilidad en el tiempo mejoradas en relación con T890F y T895. Además, proporcionó una mejor adherencia a los rodillos y olor durante el procesamiento. Estas características de rendimiento son de importancia crítica para la película producida por calandrado, que es un proceso que requiere la liberación de la masa fundida de plástico caliente de los rodillos de procesamiento en caliente para producir una hoja o película. Se crea una gran superficie caliente durante el proceso de calandrado, por lo que una mejora en el olor también puede proporcionar beneficios para el entorno de producción.

El trabajo adicional se dirigió a explorar la eficiencia relativa del estabilizador A frente a su homólogo basado en EHMA, el T895. Las muestras se prepararon para el estudio con un molino de 2 rodillos en la prueba de estabilidad que utiliza la formulación de PVC descrita para producir datos en la Tabla 8 anterior. Los resultados se resumen en la Tabla 12.

Tabla 12: Valores de color (valor L) T895 y estabilizador A con carga reducida

Tiempo (Min)	Valores de Color (Valor L)			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
2	90.07	89.72	91.87	89.69
4	91.21	89.26	92.03	89.18
6	90.54	88.67	92.35	89.41
8	90.48	90.60	92.93	90.55
10	83.53	90.40	91.73	90.09
12		86.12		

Tabla 13: Descripciones de las muestras

MUESTRA	DESCRIPCIÓN	PHR
1	THERMOLITE® 895	1.15
2	ESTABILIZADOR A	1.16
3	ESTABILIZADOR A	1.08
4	ESTABILIZADOR A	1.00

Se pueden utilizar equivalentes genéricos de componentes de marca. Se espera que ocurran resultados similares con el uso de equivalentes genéricos de componentes de marca.

La Tabla 12 indica que, a niveles de carga más bajos, el estabilizador A proporciona un mejor desarrollo del color que el T895 con una estabilidad similar. En igualdad de condiciones, se puede concluir que el estabilizador A proporcionará una solución estabilizadora más rentable que su análogo basado en EHMA junto con un procesamiento mejorado.

El olor ofensivo del 2-mercaptoetanol también se puede solucionar haciéndolo reaccionar como ligando con un intermediario de haluro de alquil estaño. Esta conversión de 2-mercaptoetanol en un ligando de mercaptoetanol unido a estaño reduciría la volatilidad y mejoraría las características de olor. Sin embargo, esta ruta potencial adolece de la necesidad de un control

preciso de la estequiometría que, si no se controla, puede conducir a productos secundarios no deseados.

Un medio alternativo adicional, de hacer reaccionar no únicamente el 2-mercaptoetanol residual sino también cualquier otro grupo mercaptano activo, es el uso de añadir un óxido de alquil estaño que es capaz de eliminar el mercaptano mediante la reacción con el mercaptano para formar un mercapturo de alquil estaño. Los ejemplos del óxido de alquil estaño incluyen, pero no se limitan a, óxido de dioctil estaño, óxido de dibutilo estaño, ácido butil estannoico y ácido octil estannoico.

En la presente invención, un éster con bajo contenido o libre de 2-mercaptoetanol (LFMEE) que se obtiene mediante la eliminación de 2-mercaptoetil-etanol de un estándar de 2-mercaptoetanol éster, en el que, el LFMEE resultante tiene el 2-mercaptoetanol residual por debajo del 1,0% en peso.

En determinadas realizaciones, el LFMEE resultante puede tener un 2-mercaptoetanol residual por debajo del 0,7% en peso.

En determinadas realizaciones, el LFMEE resultante tiene 2-mercaptoetanol residual por debajo del 0,5% en peso.

La presente invención presenta un método para usar el LFMEE mencionado anteriormente para mejorar el rendimiento térmico de estabilizadores de éster de tioglicolato de alquil estaño.

La presente invención presenta un método para usar el LFMEE mencionado anteriormente para mejorar el rendimiento térmico de los estabilizadores del éster inverso de alquil estaño.

La presente invención presenta un método para usar el LFMEE mencionado anteriormente para mejorar el rendimiento térmico de los estabilizadores de mercapturos de alquil estaño.

En determinadas realizaciones, el mercapturo puede ser dodecilo de mercaptano o carboxilatos.

En determinadas realizaciones, el mercapturo puede ser maleatos.

En ciertas realizaciones de la presente invención, el estabilizador incluye además puentes de sulfuro para grupos alquilo que varían de C1-C8.

En determinadas realizaciones de la presente invención, los mono- y di- componentes de los grupos alquil estaño están en proporciones que oscilan entre 100% di y 100% mono y todas las combinaciones entre ellos.

En determinadas formas de realización de la presente invención, la cantidad de LFMEE puede oscilar entre el 5% en peso y el 75% en peso.

En determinadas formas de realización de la presente invención, la cantidad de LFMEE puede oscilar entre el 10% en peso y el 40% en peso.

En determinadas realizaciones de la presente invención, el estabilizador resultante incluye además reforzadores basados en Ca/Zn, estabilizadores basados en orgánicos y/u otros reforzadores del rendimiento tradicionales tales como BHT, polioles, sales metálicas u otros coestabilizadores.

La presente invención puede incluir una composición que comprende:

(a) un estabilizador de éster inverso de alquil estaño; y (b) una LFMEE de las reivindicaciones 1-3; en el que la relación de estabilizador de éster inverso de alquil estaño: LFMEE varía de 95% en peso: 5% en peso a 25% en peso: 75% en peso.

En la presente invención, la composición puede incluir una relación de estabilizador de éster inverso de alquil estaño: LFMEE que varía de 85% en peso: 15% en peso a 60% en peso: 40% en peso.

La presente invención puede comprender un método de uso del LFMEE que se obtiene mediante la eliminación del 2-mercaptoetil-etanol de un estándar de 2-mercapto-etanol éster, en el que, el LFMEE resultante tiene un 2-mercaptoetanol residual por debajo del 1,0% en peso, como ligando con 2-EHMA, carboxilatos, lauril mercaptano, 2-mercaptoetanol, ácido tioglicólico, alcóxidos o sulfuro.

La presente invención puede comprender un método en el que, el LFMEE antes mencionado se usa junto con otros ligandos en combinaciones con 2-EHMA, carboxilatos, lauril mercaptano, 2-mercaptoetanol, ácido tioglicólico, alcóxidos o sulfuro.

La presente invención puede comprender un método para preparar un estabilizador de PVC, comprendiendo el método:

(a) hacer reaccionar 1.02 eq del LFMEE que se obtiene mediante la eliminación de 2-mercaptoetil-etanol de un estándar de 2-mercapto-etanol éster, en el que el LFMEE resultante tiene un 2-mercaptoetanol residual por debajo del 1.0% en peso, y sulfuro de disodio, con una mezcla de Tricloruro de mono octil estaño (95% en peso) y dicloruro de dioctil estaño (5% en peso) que representan 1,0 equivalentes de cloruro usando una solución acuosa de hidróxido de sodio acuoso;

(b) dejar que la mezcla se decante;

(c) eliminar la capa acuosa del fondo;

(d) secar la fase orgánica restante; y

(e) filtrar la fase orgánica seca.

La presente invención puede comprender el método antes mencionado en el que la etapa de secado (d) se realiza bajo vacío.

La presente invención puede comprender el método antes mencionado en el que la etapa de secado (d) se realiza bajo calor.

La presente invención puede comprender el método antes mencionado en el que la etapa de secado (d) se realiza bajo vacío y calor.

La presente invención puede comprender el método antes mencionado en el que la etapa (e) se lleva a cabo hasta que se obtiene un líquido transparente.

Lista de acrónimos

2ME	2-mercaptoetanol
EHMA	Metacrilato de 2-etilhexilo
ESO	Aceite de soja epoxidado
LFMEE	Éster libre o con bajo contenido de 2-mercaptoetanol
PHR	Partes por cien de resina
PVC	Cloruro de polivinilo
RE	Éster inverso
RPM	Revoluciones por minuto
TGA	Ácido tioglicólico