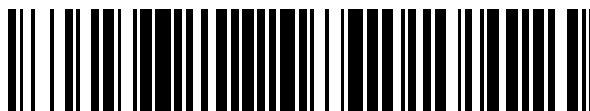


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 389 399**

51 Int. Cl.:
C09D 5/02 (2006.01)
C09D 7/00 (2006.01)
C09D 7/02 (2006.01)
C09D 7/12 (2006.01)
B01F 17/00 (2006.01)
C09D 167/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09746136 .2**
96 Fecha de presentación: **29.04.2009**
97 Número de publicación de la solicitud: **2276814**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **26.01.2011**

54 Título: **Uso de una pareja de dispersante acrílico/espesante asociativo en una pintura alquídica para la mejora de la retención del brillo**

30 Prioridad:
14.05.2008 FR 0802601

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.10.2012

73 Titular/es:
COATEX S.A.S. (100.0%)
35, rue Ampère Z.I. Lyon Nord
69730 Genay, FR

72 Inventor/es:
RUHLMANN, DENIS y
SUAU, JEAN-MARC

74 Agente/Representante:
MARTÍN SANTOS, Victoria Sofía

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 389 399 T3

DESCRIPCIÓN

Uso de una pareja de dispersante acrílico/espesante asociativo en una pintura alquídica para la mejora de la retención del brillo

5 En líneas generales, una pintura acuosa está compuesta de agua, un pigmento orgánico o mineral, y un aglutinante polimérico que asegura en última instancia la cohesión entre todos los componentes mencionados de la pintura. Se conoce bien que el brillo de la película final de la pintura seca resulta de una buena dispersión del pigmento: por esta razón, los expertos en la materia han desarrollado aditivos que se conocen como "agentes dispersantes" y cuya función es asegurar que el pigmento se dispersa de una forma apropiada. Al mismo tiempo, la pintura también contiene aditivos cuya función es proporcionar al medio una viscosidad adecuada para su estabilidad en el envase, su transporte, la carga en una herramienta, y su aplicación: estos se denominan modificadores reológicos o espesantes.

15 Entre estos espesantes, los expertos en la materia conocen desde hace varios años una categoría particular de espesantes denominados "asociativos", en el sentido de que tienen al menos un monómero hidrofóbico que puede desarrollar interacciones denominadas asociativas y de ese modo espesar el medio en el que se añaden. Estas estructuras se han descrito de forma extensa en la bibliografía, en particular por J.E. Glass et al.; por ejemplo (I) J. Oil, Color Chemists Assn. (1984), 67(10), 256; (II) *Ibid.* (1984), 67 (11), 279; (III) *Ibid.* (1986), 69(10), 263; (IV) *Ibid.* (1988), 71(10), 315; (V) Prog. Org. Coatings (1989), 17, 155- 173.).

25 Todavía desde un punto de vista general, se conoce bien que los agentes dispersantes y los espesantes (en particular los asociativos) pueden desarrollar interacciones complejas con la pintura (véase el documento de Patente WO 93 09187), así como dichos espesantes asociativos pueden interactuar con agentes tensioactivos, si los hubiera (véase el documento de Patente EP 0 905 1571), lo que podría conducir a la degradación de las propiedades de la pintura, incluyendo en particular su reología y su brillo.

30 Estas condiciones existentes plantean el problema general y convencional de la elección de un sistema agente dispersante-espesante (asociativo) por el experto en la materia, que desea que aumente el brillo de la pintura, mientras que al mismo tiempo ajusta su reología. Este problema se agrava en los casos muy particulares de las pinturas acuosas cubiertas por la presente Solicitud, y también a través de las propiedades muy específicas cubiertas por el problema técnico de la misma Solicitud.

35 De entre las diversas categorías de pinturas basadas en agua, existe una que en la actualidad tiene una importancia muy particular: las "pinturas alquídicas". Este término se refiere bien a los poliésteres que resultan de la reacción de ácidos orgánicos con polioles, o bien a los denominados uretanos alquídicos que resultan de la condensación de polioles con grupos funcionales isocianato. Históricamente, las pinturas alquídicas se han fabricado en presencia de disolventes orgánicos, que constituyen la mayoría de la fase en la que la resina alquídica se dispersa. En la actualidad, la legislación internacional relativa a los residuos de compuestos orgánicos volátiles (Sbornik Prispěvku – Mezinarodni Konference – Naterovich Homtach – 37" – República Checa, 22-24 de mayo de 2006, 92-104) obliga al experto en la materia a decantarse por las pinturas alquídicas en una fase acuosa.

45 Para conseguirlo, se usan agentes tensioactivos cuya función es dispersar dicha resina alquídica en presencia de agua; también se usan los disolventes orgánicos, pero en menor extensión que antes, también para facilitar la dispersión de la resina en la fase acuosa. Estos son por lo tanto sistemas complejos, en los que la presencia no sólo de agentes tensioactivos, sino de disolventes orgánicos, constituye un obstáculo inicial para la identificación de una pareja óptima de agente dispersante/espesante asociativo.

50 Además, en el contexto de estos sistemas alquídicos basados en agua, si la obtención de un alto nivel de brillo es una necesidad importante, el mantenimiento de este nivel a medida que la película envejece también es una necesidad que debe satisfacer el experto en la materia. Incluso de forma más restrictiva, el mantenimiento del nivel del brillo de la película, dependiendo de cuándo se aplicó la pintura, es lo que constituye la necesidad más importante para el experto en la materia. Esta restricción refleja la realidad de la implementación de una pintura a una escala industrial. Se formula la pintura, aunque sin pretenderse que se aplique de forma inmediata: sin embargo, tanto si la pintura se aplica de forma inmediata, como si lo hace después de varias semanas de almacenamiento, la película seca resultante debe exhibir el mismo nivel de brillo. Éste comportamiento se designa usando el término "retención del nivel de brillo".

60 Finalmente, la pintura alquídica basada en agua formulada de esta manera debe tener en cuenta el comportamiento reológico deseado por el experto en la materia. Este comportamiento se refleja mediante un valor de viscosidad Brookfield™, medido a 10 revoluciones por minuto y 25 °C, comprendido entre 4 000 mPa.s y 10 000 mPa.s. Este intervalo corresponde a un valor de compromiso que hace posible evitar la separación de fase, de sobrenadante o el fenómeno de sinéresis (a una viscosidad demasiado baja), mientras que se asegura que la mezcla de aplicación se carga de forma adecuada, y que la película se distribuye o se mantiene de forma adecuada (las propiedades podrían empeorar si la viscosidad fuera demasiado elevada).

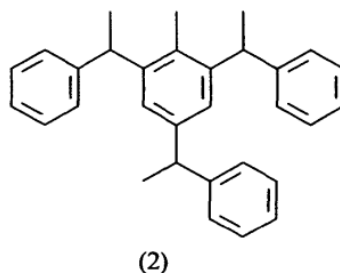
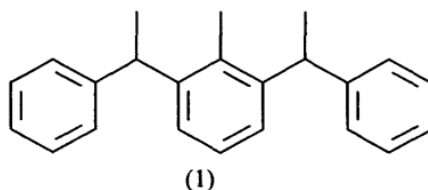
De esta manera, el problema técnico cubierto por la presente Solicitud se traduce en la investigación de una pareja agente dispersante/espesante, para sistemas complejos que usan agentes tensioactivos y disolventes orgánicos, en formulaciones alquídicas basadas en agua particulares, para mejorar la propiedad de retención del nivel de brillo. La obtención de un elevado nivel de brillo inmediatamente después de la aplicación, y el mantenimiento del nivel en la película de pintura seca a medida que envejece y a medida que la pintura propiamente dicha envejece, también forma parte del problema técnico de la presente invención. La propuesta de una formulación alquídica basada en agua cuya viscosidad Brookfield™, medida a 10 revoluciones por minuto y 25 °C, esté entre 4 000 mPa.s y 10 000 mPa.s, constituye la última parte de dicho problema técnico.

Buscando una solución a este problema, el Solicitante ha desarrollado el uso de una formulación de resina alquídica basada en agua, como agente para proporcionar la retención del nivel de brillo de la película seca que resulta de la aplicación de dicha formulación, de una pareja agente dispersante/espesante caracterizada por que:

- el agente dispersante es un copolímero del ácido (met)acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono,
- el espesante es un espesante asociativo que contiene al menos un grupo hidrofóbico que es un poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y las mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.

De forma completamente sorprendente, la combinación de este agente dispersante y este espesante conduce a una mejora en la retención del nivel de brillo de la película seca de la pintura, mientras confiere la reología deseada a la formulación de la pintura (no existe separación de fase, ni de sobrenadante, ni sinéresis, buena carga en herramientas, buena distribución y mantenimiento satisfactorio de la aplicación).

Como recordatorio, las siguientes estructuras (1) y (2) designan respectivamente el diestirilfenilo y el triestirilfenilo:



Los expertos en la materia ya conocen que tales estructuras se están incluyendo en espesantes asociativos, en el documento de Patente EP 1 425,325 para la mejora de la compatibilidad de pigmentos, en los documentos de Patente EP 0 705 852 y EP 0 705 854 para la fabricación de modificadores reológicos que son eficaces a dosis bajas, y en el documento de Patente EP 1 806 386 para el mantenimiento de una buena viscosidad en presencia de una gran cantidad de pigmentos (que ya se había desvelado en el documento de Patente EP 1 425 325).

Además, no existen referencias bibliográficas que desvelen que los espesantes asociativos, que incluyen los grupos mencionados anteriormente, y en asociación con agentes dispersantes que son copolímeros (met)acrílicos con un monómero oxialquilado, formen agentes que mejoren la retención del nivel de brillo. Uno de los méritos del Solicitante es que ha conseguido identificar, entre una multitud de agentes dispersantes y espesantes asociativos disponibles, aquellos cuya combinación conduce a una mejora de la reología y del nivel de retención de brillo de acuerdo con las especificaciones pretendidas. Este mérito es aún mayor dado que las formulaciones en cuestión son pinturas alquídicas basadas en agua, que contienen agentes tensioactivos y disolventes orgánicos, de los que se conocen las interacciones perjudiciales que pueden desarrollar con los espesantes asociativos.

De esta manera, un primer objeto de la presente invención es el uso, en una formulación de una resina alquídica en una fase acuosa, como un agente que mejora la retención del nivel de brillo de la película seca que resulta de la aplicación de dicha formulación, de una pareja agente dispersante/espesante, caracterizada por que:

- el agente dispersante es un copolímero del ácido (met)acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono,
- el espesante es un espesante asociativo que contiene al menos un grupo hidrofóbico que es un poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y las mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que dicho agente dispersante es un copolímero del ácido acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y que termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

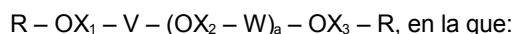
Este uso se caracteriza de forma adicional por que para dicho agente dispersante, el monómero oxialquilado posee de 5 a 150, preferentemente de 10 a 115 unidades de óxido de etileno y/o propileno.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que para dicho agente dispersante, el monómero oxialquilado termina en hidrógeno o el grupo metilo.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que para dicho agente dispersante, la función polimerizable del monómero oxialquilado es la función metacrilato.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que dicho agente dispersante exhibe un peso molecular entre 15 000 g/mol y 110 000 g/mol, preferentemente entre 20 000 g/mol y 60 000 g/mol.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que el espesante asociado contiene al menos un grupo hidrofóbico que es diestirilfenilo, triestirilfenilo o una mezcla de diestirilfenilo y triestirilfenilo, que tiene la fórmula (I):



- V y W designan un enlace de uretano,
- a designa un número real entre 1 y 5,
- OX_1 , OX_2 y OX_3 designan grupos oxialquilados basados en etileno y/o basados en propileno,
- R designa un grupo hidrofóbico que es poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que, para el espesante asociativo, el número de unidades de óxido de etileno y/o propileno en los grupos OX_1 y OX_3 está comprendido entre 2 y 100.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que, para el espesante asociativo, el número de unidades de óxido de etileno y/o propileno en los grupos OX_2 está comprendido entre 100 y 500.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que, para el espesante asociativo, R designa un grupo hidrofóbico que es triestirilfenilo.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que el espesante asociativo exhibe un peso molecular entre 5 000 g/mol y 80 000 g/mol, preferentemente entre 5 000 g/mol y 40 000 g/mol.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que, la resina alquídica se selecciona entre resinas de poliéster, poliuretanos, poliuretanos-poliésteres y las mezclas de las mismas.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que, la formulación de la resina alquídica en una fase acuosa exhibe una viscosidad Brookfield™, medida a 25 °C y a 10 revoluciones por minuto, entre 4 000 y 10 000 mPa.s.

Este uso se caracteriza de forma adicional por que la formulación de la resina alquídica en una fase acuosa es una pintura, una laca, un esmalte o un barniz.

Otro objeto de la presente invención consiste en una formulación de resina alquídica en una fase acuosa, que contiene, como agente que mejora la retención del nivel de brillo de la película seca que resulta de la aplicación de dicha formulación, una pareja agente dispersante/espesante, caracterizada por que:

- el agente dispersante es un copolímero del ácido (met)acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono,
- el espesante es un espesante asociativo que contiene al menos un grupo hidrofóbico que es un poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y las mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.

Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante se caracteriza de forma adicional por que dicho agente dispersante es un copolímero del ácido acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

5 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante se caracteriza de forma adicional por que para dicho agente dispersante, el monómero oxialquilado posee de 5 a 150, preferentemente de 10 a 115 unidades de óxido de etileno y/o propileno.

10 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante se caracteriza de forma adicional por que para dicho agente dispersante, el monómero oxialquilado termina en hidrógeno o el grupo metilo.

15 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante se caracteriza de forma adicional por que para dicho agente dispersante, la función polimerizable del monómero oxialquilado es la función metacrilato.

20 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante se caracteriza de forma adicional por que dicho agente dispersante exhibe un peso molecular entre 15 000 g/mol y 110 000 g/mol, preferentemente entre 20 000 g/mol y 60 000 g/mol.

Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante se caracteriza de forma adicional por que dicho espesante exhibe la fórmula (I):

25
$$R - OX_1 - V - (OX_2 - W)_a - OX_3 - R$$
, en la que:

- V y W designan un enlace de uretano,
- a designa un número real entre 1 y 5,
- OX_1 , OX_2 y OX_3 designan grupos oxialquilados basados en etileno y/o basados en propileno,
- 30 - R designa un grupo hidrofóbico que es poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y las mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.

35 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante se caracteriza de forma adicional por que, para el espesante asociativo, el número de unidades de óxido de etileno y/o propileno en los grupos OX_1 y OX_3 está comprendido entre 2 y 100.

40 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa se caracteriza de forma adicional por que, para el espesante asociativo, el número de unidades de óxido de etileno y/o propileno en el grupo OX_2 está comprendido entre 100 y 500.

45 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa se caracteriza de forma adicional por que, para el espesante asociativo, R designa un grupo hidrofóbico que es triestirilfenilo.

Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa se caracteriza de forma adicional por que el espesante asociativo exhibe un peso molecular entre 5 000 g/mol y 80 000 g/mol, preferentemente entre 5 000 g/mol y 40 000 g/mol.

50 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa se caracteriza de forma adicional por que la resina alquídica se selecciona entre resinas de poliéster, poliuretanos, poliuretanos-poliésteres y las mezclas de las mismas.

Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa se caracteriza de forma adicional por que exhibe una viscosidad Brookfield™, medida a 25 °C y 10 revoluciones por minuto entre 4 000 y 10 000 mPa.s.

55 Esta formulación de resina alquídica en una fase acuosa se caracteriza de forma adicional por que es una pintura, una laca, un esmalte o un barniz.

Ejemplos

60 Cada uno de los siguientes ensayos se comenzaron creando una pintura mediante la mezcla, en base al conocimiento de un experto en la materia, de diferentes componentes en las proporciones que se presentan en la tabla 1.

Componentes	Función (productor)	Cantidad (g)
Agua	-	54,4
Acticide MBS	Bactericida (THOR™)	2
Tego Foamex 815 N	Agente antiespumante (TEGO CHEMIE™)	2
AMP 90	Agente neutralizante (ANGUS™)	0,5
Tiona 595	Dióxido de titanio (MILLENIUM™)	265
Synaqua 2080	Aglutinante (CRAY VALLEY™)	630
Durham Cobalt 10WM	Desecante (ELEMENTIS™)	3,1

Tabla 1

5 Para cada una de las pinturas correspondientes a los ensayos nº 1 a 19, se ha usado un determinado sistema agente dispersante/espesante asociativo.

Ensayo nº 1

10 Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos de un agente dispersante acrílico D1, que es un homopolímero del ácido acrílico cuyo peso molecular es aproximadamente 11 000 g/mol, completamente neutralizado con hidróxido sódico,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 11 000 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 8 unidades de óxido de etileno, a es igual a 1,1,
 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa un grupo alquilo ramificado hidrofóbico que tiene 8 átomos de carbono.

Ensayo nº 2

25 Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D1,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 24 300 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 25 unidades de óxido de etileno, a es igual a 2,1,
 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa un grupo triestirilfenilo.

Ensayo nº 3

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos de un agente dispersante acrílico denominado D2, que es un copolímero del ácido acrílico y acrilato de butilo (relación de masa 70:30) cuyo peso molecular es aproximadamente 9 500 g/mol y que está completamente neutralizado con hidróxido potásico,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 11 000 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 8 unidades de óxido de etileno, a es igual a 1,1,

- OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
- R designa un grupo alquilo ramificado hidrofóbico que tiene 8 átomos de carbono.

Ensayo nº 4

5

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos de un agente dispersante acrílico denominado D2,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 24 300 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 25 unidades de óxido de etileno, a es igual a 2,1,
 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa un grupo triestirilfenilo.

15

Ensayo nº 5

20 Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos de un agente dispersante acrílico denominado D3, cuyo peso molecular es aproximadamente 38 500 g/mol y que está compuesto de, expresado en % en peso:
 - 13,75% de ácido acrílico,
 - 4,75% de ácido acrílico,
 - 81,5% de metacrilato de metoxi polietilenglicol, con un peso molecular de aproximadamente 2000 g/mol.
- 30 gramos de un espesante asociativo comercializado por la compañía AQUALON™ con el nombre comercial Aquaflow™ NHS-300.

25

30

Ensayo nº 6

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

35

- 8 gramos de un agente dispersante acrílico denominado D3,
- 30 gramos de un espesante asociativo comercializado por la compañía AQUALON™ con el nombre comercial Aquaflow™ NHS-300 y 3 gramos de un espesante asociativo comercializado por la compañía AQUALON™ con el nombre comercial Aquaflow™ NLS-205.

40

Ensayo nº 7

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D3,
- 30 gramos de un espesante asociativo como el utilizado en el ensayo nº 1.

45

Ensayo nº 8

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D3,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 12 000 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 25 unidades de óxido de etileno, a es igual a 2,1,
 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa un grupo alquilo ramificado hidrofóbico que tiene 12 átomos de carbono.

55

60

Ensayo nº 9

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D3,
- 5 - 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 11 500 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 6 unidades de óxido de etileno,
 - 10 - a es igual a 1,1,
 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa una mezcla de grupos alquilo hidrofóbicos que tienen de 8 a 16 átomos de carbono.

Ensayo nº 10

15 Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D3,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 24 000 g/mol y cuya
- 20 fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 25 unidades de óxido de etileno,
 - a es igual a 2,1,
 - 25 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa un grupo alquilo ramificado hidrofóbico que tiene 20 átomos de carbono.

Ensayo nº 11

30 Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D3,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 23 000 g/mol y cuya
- 35 fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 25 unidades de óxido de etileno,
 - a es igual a 2,1,
 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - 40 - R designa un grupo alquilo ramificado hidrofóbico que tiene 22 átomos de carbono.

Ensayo nº 12

45 Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D3,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 24 000 g/mol y cuya
- fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 25 unidades de óxido de etileno,
 - a es igual a 2,1,
 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - 50 - R designa un grupo alquilo ramificado hidrofóbico que tiene 28 átomos de carbono.

Ensayo nº 13

Este ensayo ilustra la presente invención, e incluye:

- 60 - 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D3,
- 30 gramos de un espesante asociativo como el descrito en el ensayo nº 2.

Ensayo nº 14

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D4 cuyo peso molecular es aproximadamente 28 000 g/mol, y que está compuesto de, expresado en % en gramos:
 - 13,88 % de ácido acrílico,
 - 1,70 % de ácido acrílico,
 - 84,42 % de metacrilato de metoxi polietilenglicol, con un peso molecular de aproximadamente 2 000 g/mol.
- 30 gramos de un espesante asociativo comercializado por la compañía AQUALON™ con el nombre comercial Aquaflo™ NHS-300 y 3 gramos de un espesante asociativo comercializado por la compañía AQUALON™ con el nombre comercial Aquaflo™ NLS-205.

Ensayo nº 15

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D4,
- 30 gramos de un espesante asociativo como el utilizado en el ensayo nº 8.

Ensayo nº 16

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante que no cubre la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D4,
- 30 gramos de un espesante asociativo como el utilizado en el ensayo nº 12.

Ensayo nº 17

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante de acuerdo con la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D4,
- 30 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 26 000 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX_1 y OX_3 designan un grupo compuesto de 60 unidades de óxido de etileno, a es igual a 2,2,
 - OX_2 designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa un grupo triestirilfenilo.

Ensayo nº 18

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante de acuerdo con la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D4,
- 60 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 26 000 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
 - OX_1 y OX_3 designan un grupo compuesto de 60 unidades de óxido de etileno, a es igual a 2,2,
 - OX_2 designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa un grupo triestirilfenilo.

Ensayo nº 19

Este ensayo ilustra una pareja agente dispersante/agente espesante de acuerdo con la presente invención, y utiliza:

- 8 gramos del agente dispersante acrílico denominado D4,

ES 2 389 399 T3

- 70 gramos de un espesante asociativo cuyo peso molecular es aproximadamente 26 000 g/mol y cuya fórmula es (I), en la que:
 - V y W designan un enlace de uretano,
- 5 - OX₁ y OX₃ designan un grupo compuesto de 60 unidades de óxido de etileno,
 - a es igual a 2,2,
 - OX₂ designa un grupo compuesto de 225 unidades de óxido de etileno,
 - R designa un grupo triestirilfenilo.
- 10 Para cada uno de los ensayos nº 1 a 19, se midieron los valores de viscosidad Brookfield™, a 10 revoluciones por minuto y 25 °C, 24 horas, 10 días, 1 mes, y 3 meses después de la formulación de la pintura (véase tabla 1).

- También se determinó el brillo a 20° (con un refractómetro Micro-Tri-Gloss™ comercializado por la empresa BYK GARDNER™ de acuerdo con el estándar NF T 30-064), 1 día, 1 mes, y 3 meses después de la aplicación de la pintura, habiéndose aplicado esta pintura 1 semana, 1 mes, o 3 meses después de haberse formulado (véase tabla 2 en la página siguiente).

Ensayo	PA/IN	Agente Disp.	Espesante		Viscosidad (mPa.s)		
			R	OX1	24H	10D	1M
1	PA	D1	C8	8 EO	15200	16000	16200
2	PA	D1	TSP	25 EO	11200	11800	12100
3	PA	D2	C8 ramificado	8 EO	15200	15800	16200
4	PA	D2	TSP	25 EO	10200	11000	11200
5	PA	D3	Aquaflow NHS 300		1900	1700	1400
6	PA	D3	Aquaflow NHS 300		2700	2500	2100
			Aquaflow NLS 205				
7	PA	D3	C8	8 EO	10400	11700	11600
8	PA	D3	C12	25 EO	32000	31500	32500
9	PA	D3	C8-C16	6 EO	34200	34300	33900
10	PA	D3	C20	25 EO	51400	52000	52500
11	PA	D3	C22	25 EO	55500	56000	57200
12	PA	D3	C28	25 EO	-	-	-
13	IN	D3	TSP	25 EO	9000	9700	9300
14	PA	D4	Aquaflow NHS 300		2200	1900	1500
			Aquaflow NLS 205				
15	PA	D4	C12	25 EO	32500	33500	32400
16	PA	D4	C28	25 EO	-	-	-
17	IN	D4	TSP	60 EO	7000	6200	5500
18	IN	D4	TSP	60 EO	7100	6300	5600
19	IN	D4	TSP	60 EO	7200	6400	5600

Tabla 1

- 20 La tabla demuestra claramente que solamente las parejas que corresponden a los ensayos nº 13 y 17 a 19 tienen una viscosidad Brookfield™, medida a 25 °C y a 10 revoluciones/minuto, entre 4 000 y 10 000 mPa.s, que en realidad es el objetivo buscado por los expertos en la materia. Además, los valores de viscosidad no se pudieron determinar para los ensayos nº 12 y nº 16, debido a lo espesas de que eran las formulaciones.

25

Ensayo	PA	Brillo 20 °									
		/	Después de 1D			Después de 1M			Después de 3M		
			m 1D	m 1M	m 3M	m 1D	m 1M	m 3M	m 1D	m 1M	m 3M
1	PA	83	80	76	82	75	73	80	74	72	
2	PA	83	82	80	82	80	78	81	78	76	
3	PA	82	79	76	82	75	73	80	74	72	
4	PA	83	82	80	82	80	78	81	79	77	
5	PA	83	81	76	82	75	74	80	74	73	
6	PA	83	80	76	81	74	76	80	74	75	
7	PA	75	68	58	73	60	56	71	59	51	
8	PA	82	77	75	81	77	74	80	76	73	
9	PA	85	79	78	84	79	77	82	77	75	
10	PA	85	78	78	84	78	77	82	76	75	
11	PA	85	78	77	84	78	77	82	77	75	
12	PA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
13	IN	86	84	80	86	84	80	86	84	80	
14	PA	83	79	77	81	78	75	80	75	74	
15	PA	82	78	75	81	77	73	80	76	73	
16	PA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
17	IN	88	84	82	90	85	82	88	85	82	
18	IN	88	84	82	90	85	82	90	85	83	
19	IN	88	83	84	88	84	84	88	84	84	

"Después de 1D" significa que la pintura se aplicó 1 día después de haberse formulado.
 "m 1D" significa que la medida se tomó 1 día después de aplicarse la pintura.

Tabla 2

- 5 Se debería observar que solamente los ensayos que corresponden a la presente invención hicieron posible mantener el nivel de brillo de la película de pintura, sin tener en consideración cuándo se aplicó la pintura, siendo especialmente significativo después de un tiempo de almacenamiento de 3 meses.

REIVINDICACIONES

1. El uso, en una formulación de resina alquídica en una fase acuosa, como agente para mejorar la retención del nivel de brillo de la película seca que resulta de la aplicación de dicha formulación, de una pareja agente dispersante/espesante, **caracterizada por que:**
- el agente dispersante es un copolímero del ácido (met)acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono,
 - el espesante es un espesante asociativo que contiene al menos un grupo hidrofóbico que es un poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y las mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.
2. El uso de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** dicho agente dispersante es un copolímero del ácido acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.
3. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** para dicho agente dispersante, el monómero oxialquilado posee de 5 a 150, preferentemente de 10 a 115 unidades de óxido de etileno y/o propileno.
4. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** para dicho agente dispersante, el monómero oxialquilado termina en hidrógeno o el grupo metilo.
5. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** para dicho agente dispersante, la función polimerizable del monómero oxialquilado es la función metacrilato.
6. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** dicho agente dispersante exhibe un peso molecular entre 15 000 g/mol y 110 000 g/mol, preferentemente entre 20 000 g/mol y 60 000 g/mol.
7. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** el espesante asociativo que contiene al menos un grupo hidrofóbico que es diestirilfenilo, triestirilfenilo o una mezcla de diestirilfenilo y triestirilfenilo, tiene la fórmula (I):
- $$R - OX_1 - V - (OX_2 - W)_a - OX_3 - R, \text{ en la que:}$$
- V y W designan un enlace uretano,
 - a designa un número real entre 1 y 5,
 - OX_1 , OX_2 y OX_3 designan grupos oxialquilados basados en etileno y/o basados en propileno,
 - R designa un grupo hidrofóbico que es poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y las mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.
8. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por que**, para el espesante asociativo, el número de unidades de óxido de etileno y/o propileno en los grupos OX_1 y OX_3 está comprendido entre 2 y 100.
9. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado por que**, para el espesante asociativo, el número de unidades de óxido de etileno y/o propileno en los grupos OX_2 está comprendido entre 100 y 500.
10. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado por que**, para el espesante asociativo, R designa un grupo hidrofóbico que es triestirilfenilo.
11. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado por que** el espesante asociativo exhibe un peso molecular entre 5 000 g/mol y 80 000 g/mol, preferentemente entre 5 000 g/mol y 40 000 g/mol.
12. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado por que** la resina alquídica se selecciona entre resinas de poliéster, poliuretanos, poliuretanos-poliéster y las mezclas de las mismas.
13. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado por que** la formulación de la resina alquídica en una fase acuosa exhibe una viscosidad Brookfield™, medida a 25 °C y a 10 revoluciones/minuto, entre 4 000 y 10 000 mPa.s.
14. El uso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado por que** la formulación de la resina alquídica en una fase acuosa es una pintura, una laca, un esmalte o un barniz.
15. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa, que contiene, como agente para mejorar la retención del nivel de brillo de la película seca que resulta de la aplicación de dicha formulación, una pareja agente dispersante/espesante, **caracterizada por que:**

- el agente dispersante es un copolímero del ácido (met)acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono,

- el espesante es un espesante asociativo que contiene al menos un grupo hidrofóbico que es un poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y las mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.

16. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con la reivindicación 15, **caracterizada por que** dicho agente dispersante es un copolímero del ácido acrílico con un monómero oxialquilado que posee una función polimerizable y termina en hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

17. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 o 16, **caracterizada por que** para dicho agente dispersante, el monómero oxialquilado posee de 5 a 150, preferentemente de 10 a 115 unidades de óxido de etileno y/o propileno.

18. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 17, **caracterizada por que** para dicho agente dispersante, el monómero oxialquilado termina en hidrógeno o el grupo metilo.

19. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 18, **caracterizada por que** para dicho agente dispersante, la función polimerizable del monómero oxialquilado es la función metacrilato.

20. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 19, **caracterizada por que** dicho agente dispersante exhibe un peso molecular entre 15 000 g/mol y 110 000 g/mol, preferentemente entre 20 000 g/mol y 60 000 g/mol.

21. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 20, **caracterizada por que** dicho espesante exhibe la fórmula (I):



- V y W designan un enlace de uretano,
- a designa un número real entre 1 y 5,
- OX_1 , OX_2 y OX_3 designan grupos oxialquilados basados en etileno y/o basados en propileno,
- R designa un grupo hidrofóbico que es poliestirilfenilo, seleccionado preferentemente entre diestirilfenilo, triestirilfenilo, y las mezclas de los mismos, y que es muy preferentemente triestirilfenilo.

22. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 21, **caracterizada por que**, para el espesante asociativo, el número de unidades de óxido de etileno y/o propileno en los grupos OX_1 y OX_3 está comprendido entre 2 y 100.

23. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 22, **caracterizada por que**, para el espesante asociativo, el número de unidades de óxido de etileno y/o propileno en el grupo OX_2 está comprendido entre 100 y 500.

24. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 23, **caracterizada por que**, para el espesante asociativo, R designa un grupo hidrofóbico que es triestirilfenilo.

25. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 24, **caracterizada por que** el espesante asociativo exhibe un peso molecular entre 5 000 g/mol y 80 000 g/mol, preferentemente entre 5 000 g/mol y 40 000 g/mol.

26. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 25, **caracterizada por que** la resina alquídica se selecciona entre resinas de poliéster, poliuretanos, poliuretanos-poliésteres y las mezclas de las mismas.

27. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 26, **caracterizada por que** exhibe una viscosidad Brookfield™, medida a 25 °C y 10 revoluciones/minuto entre 4 000 y 10 000 mPa.s.

28. Una formulación de resina alquídica en una fase acuosa que contiene una pareja agente dispersante/espesante de acuerdo con una de las reivindicaciones 15 a 27, **caracterizada por que** es una pintura, una laca, un esmalte o un barniz.