(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 395 754**

(51) Int. CI.:

C09D 191/06 (2006.01)
C09D 133/08 (2006.01)
C09D 123/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.05.2009 E 09759105 (1)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.10.2012 EP 2283094**

(54) Título: **Nuevas formulaciones de dispersiones de cera, método para producirlas , y usos**

(30) Prioridad:

02.06.2008 US 58027 P
26.05.2009 US 471966

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.02.2013

(73) Titular/es:

HONEYWELL INTERNATIONAL INC. (100.0%)
101 Columbia Road
Morristown, NJ 07962, US

(72) Inventor/es:

LEOTSAKOS, GEORGE;
GRAVATT, WAYNE, M.;
SMITH, CHRISTOPHER, P. y
KOCUR, MICHAEL, A.

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

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

DESCRIPCIÓN

Nuevas formulaciones de dispersiones de cera, método para producirlas, y usos

REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUD RELACIONADA

Esta solicitud reivindica el beneficio de la solicitud de patente provisional U.S. nº 61/058.027, presentada el 2 de junio 2008, que se incorpora aquí como referencia en su totalidad.

CAMPO DE LA INVENCIÓN

La invención se refiere a dispersiones de cera acuosas útiles como modificadores de la superficie para imprimaciones, pinturas, tintas y revestimientos, lubricantes, liberación del molde y otras aplicaciones. Más particularmente, la invención se refiere a dispersiones de cera acuosas en partículas útiles como modificadores de la superficie para proporcionar propiedades mejoradas en formulaciones de imprimación, pinturas, tintas y otras formulaciones de revestimiento.

DESCRIPCIÓN DE LA TÉCNICA RELACIONADA

En las industrias de pintura y de revestimiento, los aditivos naturales y sintéticos desempeñan un papel importante en la calidad de comportamiento de un producto, contribuyendo a propiedades de superficie deseables, integridad mejorada del revestimiento y aspecto de la superficie de un producto de revestimiento final, así como ayudando al procesamiento aguas abajo de productos revestidos y extendiendo su vida útil. Aunque constituye sólo una pequeña parte de una formulación, un aditivo puede lograr una mejora significativa en las propiedades de la formulación global a una dosis y coste bajos, proporcionando un comportamiento y valor mejorados del producto. Puesto que continúan creciendo las exigencias de comportamiento en los modificadores de la superficie, los usuarios finales en estas industrias también continúan esperando costes más bajos, que han conducido a películas aplicadas más finas y velocidades de línea más rápidas. Adicionalmente, a medida que evoluciona la industria de aditivos global de 4 mil millones de dólares, existe una creciente demanda de dispersiones de aditivos a base de agua que estén libres de tensoactivos medioambientalmente perjudiciales, tengan un contenido cero o bajo de compuestos orgánicos volátiles (VOC), y estén libres de antiespumantes y desespumantes.

Entre los muchos aditivos disponibles actualmente, las ceras naturales y sintéticas son capaces de satisfacer tales necesidades en estas industrias, proporcionando propiedades modificadoras de la superficie mejoradas a pinturas y revestimientos en forma de dispersiones acuosas de cera medioambientalmente amigables. Las dispersiones acuosas de cera en partículas micronizadas son particularmente útiles puesto que el tamaño de partículas muy pequeño permite que las partículas se distribuyan a conciencia a través de la base acuosa, mejorando la eficacia y eficiencia de la cera. Las dispersiones acuosas de ceras en partículas micronizadas se pueden producir usando tecnología de microfluidos, que emplea dispositivos que son capaces de manipular volúmenes muy pequeños de líquido, es decir, en el intervalo de microlitro/nanolitro, haciendo pasar los fluidos a través de canales con dimensiones de alrededor de 1 μm a 500 μm. A esta escala de tamaño, los factores que influyen sobre el comportamiento de los fluidos son diferentes de aquellos a escalas mayores. Por ejemplo, las fuerzas de superficie se hacen un factor cada vez más dominante para sistemas de microescala en comparación con sistemas de macroescala. Las grandes fuerzas de superficie, y las elevadas velocidades de cizallamiento y de extensión (por ejemplo, número bajo de Reynolds y número elevado de Weissenberg, respectivamente), que surgen entre el fluido y los microcanales, pueden convertir a los enfoques y estructuras a gran escala, de otro modo útiles, en inútiles o inoperables a las escalas microfluídicas. En la técnica se conocen muchos métodos y aparatos útiles para la reducción del tamaño de partículas, incluyendo homogeneizadores, rotatores/estatores, y molinos de medios, aunque algunas técnicas son mejores que otras. A medida que disminuye el tamaño de los conductos del fluido, se hace más difícil controlar la humectabilidad de la superficie de las partículas, que es importante en dispersiones acuosas de cera.

Se sabe que las ceras en partículas micronizadas proporcionan propiedades de superficie deseables, tales como niveles elevados de resistencia a la fricción, a la erosión, al arañazo y a la abrasión, así como propiedades mejoradas de deslizamiento, control del brillo y antibloqueo/compensación en formulaciones de imprimación, pintura, tinta y otras formulaciones de revestimiento. Como se usa aquí, “micronización” es el proceso de reducción del diámetro medio promedio de las partículas de cera, típicamente mediante fricción o colisiones de partícula con partícula y fractura, y una cera “micronizada” en las dispersiones de la inversión son ceras en partículas que tienen un tamaño de partículas medio promedio (Mv) que se ha reducido a solo unos pocos micrómetros de diámetro, que se describe más específicamente a continuación.

La capacidad de un aditivo de cera en partículas para proteger y mejorar las pinturas y revestimientos de la superficie está directamente relacionada con las características de la cera. Por ejemplo, la durabilidad de un revestimiento se puede determinar mediante el coeficiente de fricción (COF), dureza y tenacidad de la cera, tipo de cera, peso molecular de la cera y dosificación de la cera en la dispersión de revestimiento. La tenacidad de una cera aumenta al aumentar el peso molecular, la densidad y la cristalinidad de la cera. La densidad de la cera afecta a la estabilidad de la dispersión en una composición de revestimiento, ya que cuanto más cerca esté la densidad de la cera a la densidad del material de revestimiento en el que se mezcla la cera, mejor es la estabilidad. Las

propiedades de solubilidad de una cera también son factores relevantes. Las ceras en partículas micronizadas usadas más habitualmente en aplicaciones de tintas, revestimientos y pinturas deben permanecer insolubles en la formulación de tinta, de revestimiento o de pintura a temperatura ambiente (25ºC), para evitar el hinchamiento de la cera. Cuanto mayor es el peso molecular y la densidad, mayor es la insolubilidad. Adicionalmente, cuando se añaden a un material de revestimiento, estas ceras tienen tamaños de partículas en el intervalo de alrededor de 0,1 μm a alrededor de 50 μm. Para proteger la integridad de una película de revestimiento, la cera debería permanecer insoluble para mantener su tamaño original de partículas y la distribución original de tamaños de partículas durante el almacenamiento del producto. Esto evitará la formación de defectos en películas de revestimiento aplicadas, defectos los cuales se pueden producir si la cera migra a la superficie de la película durante la aplicación y/o el proceso de curado de la composición de revestimiento sobre una superficie.

El tamaño de las partículas de cera en las dispersiones de cera en partículas es otra consideración importante que está influida por el grosor del revestimiento, los parámetros de aplicación y el calendario de curado del material de revestimiento. En general, cuanto más pequeño es el tamaño de las partículas, menor potencial para los defectos. Particularmente, los defectos de la película se pueden evitar cuando las partículas de cera tienen un tamaño menor que el grosor de la película húmeda de un revestimiento. También, cuanto más pequeñas son las partículas de cera, mayor es el número de partículas por peso unitario y mayor es su área superficial total, incrementando de ese modo el comportamiento de un revestimiento a medida que las partículas florecen hacia la superficie del revestimiento. Por el contrario, las grandes partículas pueden provocar defectos de película o fallo del producto. El tamaño de partículas, la distribución de tamaños de partículas, la morfología de las partículas y el índice de refracción de la cera también afectan a las propiedades de brillo y oscurecimiento de una película.

La eficacia de una cera como un modificador de la superficie también depende de la humectabilidad de la cera en la pintura, tinta u otros materiales de revestimiento seleccionados. Específicamente, la eficacia de un aditivo de cera micronizada en pinturas a base de agua, tintas a base de agua y otros revestimientos a base de agua es complicada por la humectabilidad inadecuada de las ceras que son insolubles en agua. Para compensar este problema, se sabe cómo incorporar un agente dispersante, tal como un tensoactivo, en una dispersión acuosa de cera para mejorar la humectabilidad de las partículas de cera. Por ejemplo, la patente U.S. 5.743.949 muestra dispersiones acuosas de cera que incluyen agentes dispersantes de tipo carbohidratos poliméricos tales como éteres de celulosa alquilados o hidroxialquilados solubles en agua, tales como metilcelulosa o hidroxietilcelulosa, o celulosas de metales alcalinos, tales como carboximetilcelulosa sódica. Los tensoactivos también son útiles con dispersiones de polímeros no céreos en agua. Por ejemplo, las publicaciones de solicitudes de patentes U.S. 2005/0100754 y 2007/0292705 muestran dispersiones de resinas poliolefínicas no céreas en agua que incorporan un agente dispersante tal como un ácido carboxílico, una sal de ácido carboxílico, un tensoactivo, y otros. Las dispersiones de resinas descritas en estas publicaciones son útiles para el revestimiento sobre sustratos para proporcionar a los sustratos una resistencia al agua, a aceites o a compuestos químicos, o como un aglutinante para una tinta o para una composición de revestimiento. Tanto la patente U.S. 7.307.042 como la publicación de solicitud de patente europea EP1806237 muestran emulsiones de resinas no céreas que sirven como capas protectoras para materiales de registro térmico, en los que las emulsiones de resinas pueden incorporar un tensoactivo como agente emulsionante.

No obstante, en el actual estado de la técnica, las dispersiones acuosas de cera conocidas sufren ventajas indeseables significativas, y continúa existiendo una necesidad constante en la técnica de una mejora. Por ejemplo, las dispersiones de la patente U.S. 5.743.949 comprenden una mezcla de una cera micronizada, agua y un agente dispersante viscoso a base de celulosa. El agente dispersante viscoso a base de celulosa actúa como una red que suspende las partículas de cera en el agua y eleva la viscosidad de la dispersión. Esto se ilustra particularmente en el Ejemplo 20, en el que se describe la dispersión de viscosidad más baja que tiene una concentración de cera de 44,4% con una viscosidad de 670 mPas (670 centipoise). Sería deseable proporcionar dispersiones con concentraciones comparables de cera pero con viscosidades significativamente menores, que tuviesen un impacto mínimo sobre la viscosidad del material de revestimiento tras la adición. Otra deficiencia en la patente U.S. 5.743.949 implica el medio mediante el cual se forman las dispersiones. Específicamente, al introducir ceras en agua en forma de polvo micronizado, es decir, después de micronizar la cera, las partículas se aglomeran o se agrupan juntas, y no producen una humectación completa o sustancialmente completa de todas las partículas dispersas con los agentes dispersantes, y de este modo producen una dispersión de mala calidad, con una baja estabilidad a lo largo del tiempo. La humectación completa o sustancialmente completa de las partículas de cera es deseable debido a que una cera, aunque insoluble en agua, puede ser humectable por el agua en aras de una fácil incorporación en formulaciones y para evitar la separación de la cera a partir del medio acuoso.

La aglomeración de las partículas y la humectación insuficiente de las partículas también son un problema con emulsiones de resinas no céreas poliméricas, tales como las descritas en las publicaciones de solicitudes de patentes U.S. 2005/0100754 y 2007/0292705, la patente U.S. 7.307.042 y la publicación de solicitud de patente europea EP1806237, todas las cuales enseñan la formación de dispersiones mezclando resinas termoplásticas no céreas fundidas en un medio acuoso con un agente dispersante. Estas dispersiones de resinas tienen propiedades significativamente diferentes de las ceras, que las hacen inadecuadas como aditivos eficientes para materiales de revestimiento tales como pinturas y tintas. Por ejemplo, las ceras se funden o reblandecen sin descomponerse a temperaturas por encima de alrededor de 40ºC, habitualmente convirtiéndose en un estado fundido de baja viscosidad entre alrededor de 50ºC y 150ºC y estando virtualmente libres de compuestos formadores de cenizas, lo

que las distingue de aceites y resinas. De forma importante, las ceras tampoco forman cadenas y generalmente no forman películas individuales, a diferencia de las resinas y los plásticos. Por el contrario, al aplicarlas sobre un sustrato, las partículas de resina de una dispersión de resina coalescerán o se curarán y formarán una película individual o una película sobre un sustrato adecuado, a diferencia de los aditivos céreos. Las ceras sólo modifican las propiedades de superficie de una película, y no degradan las propiedades mecánicas de las películas formadas a partir de composiciones de revestimiento, tales como composiciones de pintura o de tinta, que incluyen las partículas de cera. Las resinas también se mezclarán o reticularán con materiales de revestimiento tales como pinturas, tintas u otros materiales de revestimiento, alterando las propiedades físicas de la composición de revestimiento final, tales como la capacidad de adhesión de una película a un sustrato. De este modo, aunque las dispersiones de resinas son útiles como aglutinantes para tintas o materiales de revestimiento, no están calificadas como aditivos de acondicionamiento de una superficie para los mismos materiales de revestimiento. Los aditivos de acondicionamiento de la superficie, tales como ceras, no alteran las propiedades formadoras de película del material de revestimiento base, y de ese modo existen en una composición de revestimiento como partículas de cera independientes y autónomas durante el ciclo de vida del revestimiento. En el ciclo de vida de la composición de revestimiento, la cera se suspende en primer lugar al azar en la composición de revestimiento húmeda, después se dispersa a lo largo de la película durante el secado o curado y, preferiblemente, con la mayoría de las partículas de cera en la superficie de la película seca final. Por lo tanto, las partículas de cera se añaden al material de revestimiento base (por ejemplo tinta o pintura) con el fin de modificar las propiedades de superficie de las películas de revestimiento, a diferencia de aceites y resinas.

En consecuencia, es deseable proporcionar dispersiones acuosas de ceras en partículas, de baja viscosidad, con concentraciones elevadas de sólidos y sin aglomeración sustancial de las partículas de cera, y/o en las que las superficies de sustancialmente todas las partículas de cera están sustancialmente revestidas de forma completa (es decir, humedecidas) con un agente dispersante para potenciar la calidad y estabilidad a largo plazo de la dispersión. También es deseable tener homogeneidad sustancial, en la que la dispersión no se separe, manteniendo de ese modo la homogeneidad de las partículas de cera y presentando una estabilidad del producto durante el almacenamiento antes del uso. Es deseable además que una dispersión de cera cumpla las normativas aplicables de la Food and Drug Administration (FDA) de los Estados Unidos de América para uso en aplicaciones de envasado de alimentos. Con sólo una cantidad mínima de un agente dispersante, la presente invención proporciona una solución a estas necesidades en la técnica, y logra una humectación excepcional de las partículas de cera.

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

La invención proporciona una dispersión acuosa de cera, que comprende:

a) agua;

b) al menos una cera en partículas dispersa en el agua, en la que la cera en partículas comprende partículas que tienen un tamaño medio de partículas de alrededor 0,1 μm a alrededor de 6 μm, en la que sustancialmente todas las partículas de cera tienen un tamaño de partículas de alrededor de 20 μm o menos, y en la que la cera en partículas comprende de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión; y

c) desde más de 0% hasta alrededor de 5% en peso de un agente dispersante basado en el peso de la cera en partículas; agente dispersante que reviste las superficies de al menos algunas de las partículas de cera; y en la que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 45% en peso de la dispersión, y en la que no hay aglomeración sustancial de las partículas de cera.

Además, la presente invención proporciona una composición de revestimiento que comprende la dispersión acuosa de cera descrita anteriormente combinada con al menos un material de revestimiento. La presente invención también proporciona un revestimiento formado a partir de esta composición de revestimiento.

La invención también proporciona un método para producir una dispersión acuosa de cera, que comprende:

a) combinar al menos una cera en partículas que comprende una pluralidad de partículas de cera que tienen un tamaño medio de partículas mayor que alrededor de 6 μm, con agua y con al menos un agente dispersante para formar una mezcla; y

b) someter la mezcla a condiciones suficientes para dispersar las partículas de cera en el agua y revestir las superficies de al menos algunas de las partículas con el agente dispersante; y para reducir el tamaño de las partículas de cera de tal manera que el tamaño medio de las partículas de cera sea de alrededor de 0,1 μm a alrededor de 6 μm, y de tal manera que sustancialmente todas las partículas de cera tengan un tamaño de partículas de alrededor de 20 μm o menos; y producir de ese modo una dispersión acuosa de cera en la que la cera en partículas comprende de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión; en el que el agente dispersante comprende de más de 0% a alrededor de 5% en peso basado en el peso de la cera en partículas; y en el que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración

de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 45% en peso de la dispersión.

La presente invención también proporciona un método para preparar una composición de revestimiento, que comprende combinar la dispersión acuosa de cera producida mediante el método descrito anteriormente con al menos un material de revestimiento para formar de ese modo una composición de revestimiento. Además, la presente invención proporciona un método para preparar un revestimiento, que comprende aplicar la composición de revestimiento formada como se describe anteriormente sobre un sustrato.

La invención proporciona además una dispersión acuosa de cera producida mediante un procedimiento que comprende:

a) combinar al menos una cera en partículas que comprende una pluralidad de partículas de cera que tienen un tamaño medio de partículas mayor que alrededor de 6 μm, con agua y con al menos un agente dispersante para formar una mezcla, teniendo la cera un peso molecular medio ponderal de hasta alrededor de 13.000; y

b) separar la mezcla en una pluralidad de corrientes de mezcla;

c) hacer que las corrientes de mezcla choquen continuamente entre sí, haciendo de ese modo que las partículas de cera choquen continuamente entre sí, a una presión y velocidad suficientes para generar calor y dar como resultado una reducción del tamaño de las partículas de cera;

d) eliminar continuamente el calor generado por las colisiones de las partículas, y enfriar la mezcla hasta alrededor de 5ºC o menos; y

e) permitir que continúen las colisiones de las corrientes de mezcla y de las partículas de cera para reducir el tamaño medio de las partículas de cera hasta alrededor de 0,1 μm a alrededor de 6 μm y de manera que sustancialmente todas las partículas de cera tengan un tamaño de partículas de alrededor de 20 μm; y también para dispersar de forma homogénea las partículas de cera en el agua; y producir de ese modo una dispersión acuosa de cera en la que la cera en partículas comprende de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión; en el que el agente dispersante comprende de más de 0% a alrededor de 5% en peso basado en el peso de la cera en partículas; y en el que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 45% en peso de la dispersión; y en el que no existe sustancialmente aglomeración de las partículas de cera.

La invención también proporciona un método para producir una dispersión, que comprende:

a) combinar al menos un material en partículas, que comprende una pluralidad de partículas, con un disolvente y con al menos un agente dispersante para formar una mezcla; y

b) someter la mezcla a condiciones suficientes para dispersar las partículas en el disolvente y revestir las superficies de al menos algunas de las partículas con el agente dispersante; y para reducir al menos parcialmente el tamaño de las partículas y producir de ese modo una dispersión en la que el material en partículas comprende de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión; en el que el agente dispersante comprende de más de 0% a alrededor de 5% en peso basado en el peso del material en partículas; y en el que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración del material en partículas de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración del material en partículas de alrededor de 45% en peso de la dispersión.

BREVE DESCRIPCIÓN DEL DIBUJO

La Fig.1 es una representación esquemática del procedimiento según la invención.

La Fig. 2 es una gráfica de los valores de viscosidad medidos en los Ejemplos 16-18.

La Fig. 3 es un sumario del análisis del tamaño de partículas llevado a cabo en la dispersión del Ejemplo 12.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

Las formulaciones de dispersiones acuosas de cera de la presente invención son medioambientalmente seguras, tienen un contenido de VOC nulo o bajo, y también cumplen las normativas aplicables de la FDA bajo el Título 21 del Código de Regulaciones Federales para uso en aplicaciones de envasado de alimentos. Están disponibles como aditivos para agitar para pinturas, tintas y otros materiales de revestimiento, son estables en estanterías durante el almacenamiento antes del uso, y tienen un impacto mínimo sobre la viscosidad del material de revestimiento tras la adición. Las dispersiones incluyen una cantidad baja de tensoactivo con relación a los sólidos de cera, están libres de antiespumantes y desespumantes, y proporcionan un balance mejorado en las propiedades de deslizamiento, fricción, antibloqueo, retención del brillo y resistencia a la abrasión a superficies de revestimiento. Las dispersiones también ayudan al procesamiento aguas abajo de productos revestidos, prolongan la vida útil del producto final, y

mejoran el aspecto del producto final.

Una dispersión acuosa es una dispersión en la que el medio líquido continuo es agua. Se prefiere agua desionizada, ya que el agua con dureza excesiva puede afectar a la formación de una dispersión adecuada. Como se usa aquí, una "dispersión acuosa de cera" se refiere a una distribución de partículas de cera en agua. También, el agua es preferiblemente el único medio líquido continuo usado, y constituye el resto de la dispersión que no es cera ni el agente dispersante.

Como se señala anteriormente, las ceras se definen generalmente como materiales que son sólidos a temperatura ambiente, pero funden o se reblandecen sin descomponerse a temperaturas por encima de alrededor de 40ºC. Generalmente son orgánicas e insolubles en agua a temperatura ambiente, pero pueden ser humectables en agua y pueden formar cremas, geles y/o pastas en algunos disolventes, tales como disolventes orgánicos no polares. Las ceras pueden ser ramificadas o lineales, y pueden tener una baja cristalinidad o una cristalinidad elevada. Una cera con "baja" cristalinidad tiene una cristalinidad por debajo de alrededor de 20%, preferiblemente de alredor de 9% a alrededor de 20% de cristalinidad. Una cera con cristalinidad "moderada" tiene una cristalinidad de alrededor de 20% a alrededor de 40%. Una cera con cristalinidad "elevada" tiene una cristalinidad por encima del 40%, preferiblemente de alrededor de 70% a alrededor de 95%. En realizaciones preferidas de la invención, la cristalinidad de la cera es de alrededor de 20% a alrededor de 90%.

Las ceras también tienen una polaridad relativamente baja. Sus pesos moleculares medios ponderales pueden oscilar desde alrededor de 400 hasta alrededor de 25.000, y tienen puntos de fusión que oscilan desde alrededor de 40ºC hasta alrededor de 150ºC. Las ceras preferidas tienen un peso molecular medio ponderal de alrededor de 400 a alrededor de 13.000, más preferiblemente de alrededor de 400 a alrededor de 10.000, y lo más preferible menor que 10.000. Las ceras útiles también tienen un índice de polidispersidad (Pd) preferido de alrededor de 1,0 a alrededor de 4,0, más preferiblemente de alrededor de 1,0 a alrededor de 2,5, y lo más preferible de alrededor de 1,0 a alrededor de 1,5.

Generalmente, las ceras no forman películas individuales como polímeros/resinas de orden superior, y generalmente son hidrocarburos alifáticos que contienen más átomos de carbono que los aceites y las grasas. Otra propiedad definitoria de una cera es su viscosidad. La viscosidad mide la resistencia interna de un material a fluir, en el que un material con una viscosidad elevada se considera "más espeso" y menos fluido que un material con una viscosidad baja. La viscosidad en fundido de las ceras puede oscilar desde baja a elevada, y depende típicamente del peso molecular de la cera, de la cristalinidad, y de si la cera está o no oxidada o copolimerizada. El aumento del peso molecular y de la densidad de la cera aumenta la viscosidad en fundido de la cera, y el aumento de la cristalinidad de la cera disminuye la viscosidad del fundido. La friabilidad de una cera, es decir, su afinidad para ser reducida en tamaño de partículas mediante fuerzas mecánicas, aumenta con una mayor cristalinidad y disminuye al aumentar la densidad y el peso molecular de una cera. Las ceras oxidadas tienden a crear viscosidades más elevadas de la dispersión en agua (por ejemplo alrededor de 300 centipoise (cps) a alrededor de 400 cps a temperatura ambiente (~25ºC)) que las ceras no oxidadas (alrededor de 30 cps a alrededor de 150 cps a temperatura ambiente) en una dispersión acuosa. Se piensa que esto es debido a los grupos polares intrínsecos en la química de ceras oxidadas, o unidos a la superficie de la cera a partir del proceso de oxidación y la afinidad de los grupos polares por el enlace de hidrógeno con el agua, lo que incrementa la resistencia a la fluidez de la mezcla, provocando un incremento en la viscosidad de las dispersiones acuosas. La viscosidad en fundido de las ceras por encima de su punto de fusión es típicamente baja. En realizaciones preferidas de la invención, las ceras preferidas tienen una viscosidad en fundido a 140ºC de alrededor de 5 cps a alrededor de 10.000 cps, más preferiblemente de alrededor de 5 cps a alrededor de 100 cps, y lo más preferible de alrededor de 5 cps a alrededor de 80 cps.

Los valores de la viscosidad se miden usando técnicas bien conocidas en la técnica, y se pueden medir, por ejemplo, usando reómetros capilares, rotacionales o de cuerpo móvil. Una herramienta de medida preferida es un viscosímetro rotacional de Brookfield, comercialmente disponible de Engineering Laboratories, Inc. de Middleboro, Massachusetts. La viscosidad de las dispersiones acuosas de cera y el comportamiento tixotrópico, seudoplástico y/o reológico newtoniano de las dispersiones acuosas de cera se miden típicamente con un viscosímetro rotacional de Brookfield.

Las ceras adecuadas incluyen ceras tanto naturales como sintéticas. Las ceras adecuadas incluyen de forma no exclusiva ceras animales, tales como cera de abejas, cera china, cera de laca, cera de blanco de ballena y de lana (lanolina); ceras vegetales, tales como cera de mirica cerifera, cera de candelilla, cera de carnauba, cera de ricino, cera de esparto, cera de Japón, cera de aceite de jojoba, cera de ouricuri, cera de salvado de arroz y cera de soja; ceras minerales, tales como ceras de ceresina, cera de montana, cera de ozocerita y ceras de turba; ceras de petróleo, tales como cera de parafina y ceras microcristalinas; y ceras sintéticas, incluyendo ceras de poliolefinas, incluyendo ceras de polietileno y polipropileno, ceras de politetrafluoroetileno de grado cera (grados semejantes a cera de PTFE), ceras de Fischer-Tropsch, ceras de estearamida (incluyendo ceras de etileno bisestearamida, ceras de α-olefinas polimerizadas, ceras de amidas sustituidas (por ejemplo ceras de amidas sustituidas esterificadas o saponificadas) y otras ceras químicamente modificadas, tales como cera de polietileno modificada con PTFE, así como combinaciones de las anteriores. De éstas, las ceras preferidas incluyen ceras de parafina, ceras microcristalinas, ceras de Fischer-Tropsch, ceras de polietileno lineales y ramificadas, ceras de polipropileno, ceras de carnauba, ceras de etileno bis-estearamida (EBS), y sus combinaciones. La Tabla 1 perfila las propiedades de

estas ceras preferidas:

TABLA 1

Cera	Peso molecular (Mw)	Cristalinidad	Densidad	Punto de fusión (ºC)	Dureza a la penetración (dmm)	Viscosidad típica (cps) por encima del punto de fusión
Parafina	~400	48	0,9	50-70	10-20	<20
Microcristalina	~650	75	0,96	60-90	5-30	<20
Fischer-Tropsch	~600	64	0,94	95-100	1-2	<20
Polietileno ramificado	1000-10,000	48-62	0,91-0,94	90-140	1-100	>20-8000
Polietileno lineal	1000-10,000	55-90	0,93-0,97	90-140	<0.5-5	>10-1000
Polipropileno	2000-10,000	> 80	0,9	140-165	<0.5	>20-3000
Carnauba	Mezcla de materiales de bajo MW	>60	0,97	78-85	2-3	<20
EBS	593	No disponible	0,97	135-146	<5	<20

El tipo apropiado de cera a usar en una dispersión para una aplicación particular dependerá de lo que el formulador desee lograr. Por ejemplo, las ceras que tienen un índice de acidez y/o un índice de saponificación ("sap") mayor que cero tienen hidrofobia reducida. Cuanto mayor es el índice de acidez o de sap, más hidrófila es la cera. Las ceras preferidas para uso en la invención tienen un índice de acidez de 40 o menos, más preferiblemente tienen un índice de acidez de alrededor de 30 o menos, y lo más preferible tienen un índice de acidez de cero. Las ceras preferidas para uso en la invención tienen un índice de saponificación de alrededor de 80 o menos, más preferiblemente tienen un índice de saponificación de alrededor de 50 o menos, y lo más preferible tienen un índice de saponificación de cero. En la realización más preferida de la invención, tanto el índice de acidez como el índice de saponificación son cero. Los polímeros de hidrocarburos y homopolímeros poliolefínicos sintéticos se obtienen típicamente de forma intencionada para que no tengan ningún índice de acidez o de sap, y de este modo son las más hidrófobas de todas las ceras. Si se desea, los homopolímeros poliolefínicos sintéticos se pueden modificar para unir grupos hidrófilos a la cadena polimérica, por ejemplo mediante oxidación, o copolimerización con grupos hidrófilos, por ejemplo uniendo grupos funcionales polares colgantes, tales como grupos carboxi o hidroxi, para inducir hidrofilia e incrementar la capacidad del polímero para ser humectable y dispersable en agua. Adicionalmente, no existen emulsiones para homopolímeros polietilénicos sin modificar que tengan un peso molecular medio ponderal de alrededor de 800 a alrededor de 15.000.

En general, la hidrofilia se desea en una cera para mejorar la humectabilidad en agua, para hacer más fácil la dispersión de cera en agua, y para mejorar la estabilidad de la dispersión en la estantería. Sin embargo, una vez en un revestimiento, la hidrofilia no es deseable debido a que la cera es compatible con resinas polares, puesto que la mayoría de las resinas tienen los mismos grupos colgantes para reactividad y reticulación, similares a los mismos grupos en ceras hidrófilas, tales como grupos carboxi, grupos hidroxi, cetonas y aldehídos. Puesto que las ceras hidrófilas son compatibles con resinas polares, serán parte de la película y no migrarán a la superficie durante el ciclo de curado para comportarse como modificadores de la superficie. También pueden funcionar como aglutinantes de película minoritarios, puesto que tienen pesos moleculares bajos y afectan de forma adversa a las propiedades mecánicas de la película curada. Por ejemplo, en el actual estado de la técnica, se conocen emulsiones que incluyen ceras hidrófilas que tienen un índice de acidez de 16 o superior y/o un índice de sap de 16 o superior debido a que son compatibles con el agua, fáciles de emulsionar, fáciles de añadir a agua, y proporcionan revestimientos con buena retención del brillo. Sin embargo, no se prefieren como modificadores de la superficie para los fines descritos aquí. Particularmente, las partículas de cera permanecen atrapadas y mezcladas a lo largo de las películas curadas, no proporcionando de este modo una protección adecuada de la superficie, y teniendo sólo un impacto minoritario sobre la durabilidad de la superficie independientemente de la dosis de cera en los revestimientos. Tales emulsiones tampoco mejoran significativamente la durabilidad, deslizamiento, fricción y resistencia a la abrasión de los revestimientos, tales como tintas y pinturas. Esto es debido parcialmente a la hidrofilia de la cera. En consecuencia, existe la necesidad de dispersiones acuosas de partículas de cera mejoradas, particularmente aquellas que tienen un tamaño de partículas de la cera de alrededor de 0,1 μm a 6 μm, en las que la dispersión acuosa es fácil de añadir a materiales de revestimiento, tales como tintas y pinturas, en las que las partículas de cera muestran estabilidad al dejarlas reposar y permanecen compatibles con sus materiales de revestimiento en un almacenamiento al dejarlas reposar, pero migran a la superficie al curar el material debido a su incompatibilidad física con el material hidrófilo

polar.

Factores importantes a considerar incluyen la propiedad de comportamiento principal requerida, cualesquiera propiedades adicionales o secundarias deseadas, la química de la fórmula incluyendo los medios, el método de aplicación y el entorno del curado, y los grosores de la película húmeda y seca, así como el coste. Las propiedades de la cera que influirán el comportamiento de una dispersión acuosa de cera incluyen la química intrínseca de la cera, el peso molecular y la distribución de pesos moleculares de la cera, el grado de ramificación de la cera, y la morfología de las partículas de cera, incluyendo el tamaño de las partículas de cera y la distribución de tamaños de partículas de cera. Otras consideraciones son la cristalinidad de la cera, la densidad, el coeficiente de fricción, la dureza, el punto de fusión, la viscosidad, la hidrofobia y la insolubilidad en disolventes a temperatura ambiente. Una o más de estas propiedades de la cera influirán en las propiedades del producto, tales como tenacidad, resistencia a la abrasión, resistencia al desgaste, resistencia a la fricción, deslizamiento/no deslizamiento, el control del brillo u opacidad y el antibloqueo/compensación, así como la facilidad de la incorporación de la formulación y la compatibilidad con un material de revestimiento. Por ejemplo, como se señala anteriormente, la densidad de la cera afecta a la estabilidad de la dispersión en una composición de revestimiento, puesto que cuanto más cercana esté la densidad de la cera a la densidad del material de revestimiento en el que se mezcla la cera, mejor es la estabilidad. En realizaciones preferidas de la invención, la cera tiene una densidad (según se determina mediante ASTM D-1505) de alrededor de 0,5 gramos por centímetro cúbico (g/cm^3) a alrededor de 1,5 g/cm^3, más preferiblemente de alrededor de 0,8 g/cm^3 a alrededor de 1,0 g/cm^3, y lo más preferible de alrededor de 0,95 g/cm^3 a alrededor 1,0 g/cm^3. La insolubilidad de una cera en un material de revestimiento, ya sea basado en agua o basado en disolventes, puede evitar el hinchamiento de la cera, y cuanto mayor sea el peso molecular y la densidad, mayor es la insolubilidad. El coeficiente de fricción de una cera, o más particularmente de un revestimiento céreo sobre una superficie, es un valor comparativo que indica la capacidad de una superficie de película para moverse contra ella misma u otra superficie. Cuanto mayor es el coeficiente de fricción, más difícil es para un objeto deslizarse o moverse en la superficie. El coeficiente de fricción deseado de una superficie puede variar dependiendo de las exigencias del formulador o usuario final para una aplicación particular, de manera que la selección de una cera con fines de COF es específica de la aplicación. Sin embargo, en las aplicaciones típicas anticipadas de la presente invención, las ceras más preferidas de la invención proporcionarán una superficie de revestimiento seca y/o curada con un bajo coeficiente de fricción, de manera que los revestimientos mostrarán de ese modo un deslizamiento elevado que mejora el comportamiento de la superficie de la película, tal como las propiedades de liberación y antibloqueo, y la durabilidad de una película de producto, haciendo que los abrasivos se deslicen de la superficie de la película. La mayoría de las ceras descritas aquí reducirán el coeficiente de fricción de una superficie, incluyendo cera de polietileno, PTFE de grado cera, cera de parafina y ceras de Fischer-Tropsch. Por el contrario, las ceras de polipropileno incrementarán el coeficiente de fricción de una superficie.

Las ceras útiles de la invención tienen preferiblemente una dureza de alrededor de 0,01 dmm a alrededor de 10 dmm, más preferiblemente de alrededor de 0,5 dmm a alrededor de 5 dmm, más preferiblemente de alrededor de 0,5 dmm a alrededor de 2 dmm, y lo más preferible por debajo de 2,0 dmm, como se determina mediante ASTM D-5. La dureza de una cera es la capacidad de la superficie de la cera a resistir el corte, la indentación o la penetración. Una cera con una dureza elevada mejora la durabilidad de la película del producto, evitando que los objetos penetren la película. Las ceras útiles de la invención tienen preferiblemente una dureza de alrededor de 0,01 dmm a alrededor de 10 dmm, más preferiblemente de alrededor de 0,5 dmm a alrededor de 5 dmm, más preferiblemente de alrededor de 0,5 dmm a alrededor de 2 dmm, y lo más preferible por debajo de 2,0 dmm, como se determina mediante ASTM D-5. La tenacidad de la cera, o la capacidad de una cera para absorber energía sin degradarse o fracturarse, está directamente relacionada con sus propiedades físicas, tales como peso molecular, dureza y densidad. Las ceras con mayor tenacidad mostrarán menor daño y desgaste debido a la penetración de objetos. La tenacidad aumenta al aumentar el peso molecular, la densidad y la dureza. Las ceras preferidas también tendrán un punto de fusión de alrededor de 40ºC a alrededor de 150ºC, más preferiblemente de alrededor de 80ºC a alrededor de 150ºC, y lo más preferible de alrededor de 100ºC a alrededor de 150ºC, como se determina mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) o mediante ASTM D-3954.

Comparadas con las ceras hidrófobas, las ceras hidrófilas pueden ser más fáciles de estabilizar en agua debido a su humectabilidad por agua. Sin embargo, debido a su mayor afinidad por el agua, las ceras hidrófilas pueden no ser más fáciles de micronizar debido a que los grupos hidrófilos afectan de forma adversa a la cristalinidad del polímero, disminuyendo su friabilidad y capacidad para micronizarlas y estabilizarlas en dispersiones acuosas. La hidrofobia de una cera es importante para que la cera permanezca en forma de partículas en el medio acuoso, para evitar el hinchamiento de la cera, y para evitar un incremento en la viscosidad de una dispersión de cera debido al enlazamiento de hidrógeno de los grupos hidrófilos con el agua. Esto permite que la cera se comporte eficazmente como un modificador de la superficie.

Las ceras preferidas son ceras poliolefínicas no oxidadas. Son más preferidas las ceras de homopolímeros de poliolefinas. Las ceras particularmente preferidas incluyen ceras de homopolímeros y copolímeros de poliolefinas A-C®, y las ceras ACUMIST®, que están comercialmente disponibles de Honeywell International Inc. de Morristown, NJ. Las ceras no poliolefínicas y mezclas de ceras preferidas incluyen de forma no exclusiva ceras de carnauba, ceras amídicas, ceras de montana, y sus combinaciones. Las más preferidas son ceras de homopolímeros de polietileno, particularmente una cera de homopolímero de polietileno que tiene un peso molecular medio ponderal de alrededor de 400 a alrededor de 10.000, más preferiblemente de alrededor de 800 a alrededor de 4.000. Las ceras

de homopolímeros de polietileno son las más preferidas por sus propiedades atractivas que incluyen una excelente tenacidad, resistencia química, bajo coeficiente de fricción, absorción casi nula de humedad, y buena facilidad de procesamiento. Adicionalmente, los homopolímeros son más cristalinos que los copolímeros, como se explica anteriormente, y de este modo son más deseables. Véase la Tabla 2, que compara propiedades típicas de las ceras de polietileno preferidas ACUMIST® y A-C®, disponibles de Honeywell International Inc., con una cera de polipropileno típica, cera de polietileno modificada con politetrafluoroetileno (PTFE) típica, y cera de Fischer-Tropsch típica:

TABLA 2

Cera de poliolefina	Punto de goteo de Mettler (ASTM D-3954)	Dureza (dmm) (ASTM D-5)	Densidad (g/cc) (ASTM D-1505)	Índice de acidez (mg de KOH/g) (ASTM D-1386)	Cumplimiento de la FDA
Cera de Polietileno Oxidad Serie ACUMIST® "A"	137ºC (279ºF)	<0,5	0,99	26-40	21 CFR 175.180
Cera de Polietileno Serie ACUMIST® "B"	126ºC (259ºF)	<0,5	0,96	N/A	21 CFR 175.300 21 CFR 176.170 21 CFR 175.180
Cera de Polietileno Serie ACUMIST® "C"	121ºC (250ºF)	1,0	0,95	N/A	21 CFR 175.300 21 CFR 176.170 21 CFR 175.180
Cera de Polietileno Serie ACUMIST® "D"	118ºC (244ºF)	2,0	0,94	N/A	21 CFR 175.300 21 CFR 176.170 21 CFR 175.180
Cera de Polietileno A-C® 1591	109ºC (228ºF)	2,5	0,93	N/A	21 CFR 175.300 21 CFR 176.170 21 CFR 175.180
Cera de Polietileno A-C® 1571	106ºC (223ºF)	4,0	0,92	N/A	21 CFR 175.300 21 CFR 176.170 21 CFR 175.180
Cera de Polipropileno	145ºC (293ºF)	<0,5	0,91	N/A	-
Cera de Polietileno Modificada con PTFE	126ºC (259ºF)	<0,5	0,98-1,10	N/A	21 CFR 175.300 21 CFR 176.170 21 CFR 175.180
Cera de Fischer-Tropsch	114ºC (237ºF)	1,0	0,94	N/A	-

Las partículas de cera y el agua se mezclan juntas junto con uno o más agentes dispersantes que ayudan a dispersar las partículas de cera en el agua, y forman de ese modo una mezcla de cera. Como se usa aquí, la expresión "agente dispersante" es un material que reviste las partículas de cera para mejorar la humectabilidad con el agua y la estabilidad de las partículas en el agua. Estos incluyen agentes tensioactivos, también denominados surfactantes, que reducen la tensión interfacial entre dos materiales inmiscibles.

Se puede usar cualquier agente dispersante adecuado, como determinará el experto en la técnica, incluyendo uno o más ácidos carboxílicos, tales como un ácido graso tal como ácido montánico, una sal de ácido carboxílico, un éster de ácido carboxílico, una sal de un éster de ácido carboxílico, alquiletercarboxilatos, sulfonatos de petróleo, alcohol polioxietilenado sulfonado, alcoholes polioxietilenados sulfatados o fosfatados, agentes dispersantes poliméricos de óxido de etileno/óxido de propileno/óxido de etileno, etoxilatos de alcoholes primarios y secundarios, alquilglucósidos, alquilglicéridos, así como tensioactivos, incluyendo tensioactivos aniónicos, no iónicos o catiónicos, así como combinaciones de cualquiera de los anteriores. Generalmente, se puede usar aquí cualquier tensioactivo para ayudar a la humectación de las partículas de cera, pero los tensioactivos catiónicos se usan menos en formulaciones de tintas y revestimientos debido a las interacciones con la naturaleza aniónica de las resinas de revestimiento. Los tensioactivos preferidos para uso aquí son tensioactivos aniónicos y no iónicos. Lo más preferible, el agente dispersante comprende un tensioactivo aniónico. También son adecuadas las combinaciones de estos agentes dispersantes, tales como una combinación de uno o más tensioactivos aniónicos y uno o más tensioactivos no iónicos. Sin embargo, las dispersiones están preferiblemente libres de cualesquiera tensioactivos medioambientalmente dañinos, tales como tensioactivos de alquilfenoletoxilano. También pueden ser útiles otros agentes dispersantes no descritos específicamente aquí. Sin embargo, se prefiere que los agentes dispersantes útiles no incrementen la viscosidad de la dispersión fuera de los parámetros especificados aquí. En consecuencia, los agentes dispersantes de derivados de hidratos de carbono poliméricos, y otros agentes dispersantes a base de celulosa que se describen en la patente U.S. 5.743.949, se excluyen explícitamente de esta invención.

La selección del tensioactivo o mezcla de tensioactivos más apropiado depende directamente de la hidrofobia o hidrofilia de la cera que reviste, así como de la solubilidad del tensioactivo en agua. Un parámetro útil en la selección de un tensioactivo no iónico es el valor del balance hidrófilo-lipófilo (HLB) de un tensioactivo. El valor de HLB es una medida empírica, como se determina mediante el método bien conocido de Griffin (para tensioactivos no iónicos) o el método de Davies (para otros tensioactivos), del grado en el que el tensioactivo es hidrófilo o lipófilo. En general, los tensioactivos con valores más bajos de HLB son más hidrófobos y tienen una mayor solubilidad en aceites, mientras que los materiales con valores más elevados de HLB son más hidrófilos y tienen una mayor solubilidad en disoluciones acuosas. Más específicamente, los tensioactivos hidrófilos se consideran generalmente compuestos que tienen un valor de HLB mayor que alrededor de 10, mientras que generalmente se considera que los tensioactivos hidrófobos son compuestos que tienen un valor de HLB menor que alrededor de 10. Para ceras más hidrófilas, se prefiere un tensioactivo con un valor más bajo de HLB. Para ceras más hidrófobas, se prefiere un tensioactivo con un valor más elevado de HLB. La cantidad de tensioactivo necesaria también dependerá de la concentración de la cera en la dispersión, del tamaño de partículas de la cera, y del área superficial total de las partículas de cera dispersas en agua. En conjunto, los tensioactivos preferidos aquí tienen un valor de HLB de alrededor de 9 a alrededor de 15, más preferiblemente de alrededor de 12 a alrededor de 15, y lo más preferible de alrededor de 13 a alrededor de 15, según se determina mediante los métodos de Griffin o Davies.

Los agentes dispersantes no iónicos útiles incluyen aquellos con valores de HLB entre alrededor de 9 y alrededor de 15, tales como TRITON® X-100, un tensioactivo de polioxietilen octil fenil éter comercialmente disponible de The Dow Chemical Company de Midland, Michigan, que tiene un valor de HLB de 13,5. Sin embargo, este tensioactivo contiene una estructura alquilfenólica, y es menos deseable por razones medioambientales. Los tensioactivos aniónicos preferidos incluyen de forma no exclusiva tensioactivos de sulfosuccinatos, tales como dioctilsulfosuccinato de sodio (DSS). Igualmente pueden ser útiles otros tensioactivos aniónicos, tales como alcanosulfonato de sodio, olefinasulfonato de sodio, alcohol lauril éter sulfonato de sodio, metiltaurida de ácido oleico de sodio, isotiocianato de ácido oleico de sodio, sarcosida de ácido oleico de sodio. Para agentes dispersantes aniónicos para uso con ceras de homopolímeros de polietileno hidrófobas, los más preferidos son tensioactivos de sulfosuccinatos aniónicos, particularmente un DSS. Se prefieren particularmente los tensioactivos de sulfosuccinatos aniónicos comercialmente disponibles de Cytec Industries de West Paterson, NJ con su marca AEROSOL®, incluyendo AEROSOL® OT-100, que es un tensioactivo de DSS sólido al 100%. El dioctilsulfosuccinato de sodio es útil debido a que, aunque muestra una afinidad muy baja por el agua y sólo una solubilidad del 2% en agua, reduce la tensión superficial del agua a una concentración de 1% por debajo de 30 dinas/cm. Además, una mezcla al 1% de DSS en agua muestra una tensión interfacial con aceite mineral por debajo de 2,0 dinas/cm. Puesto que las superficies de aceites minerales son similares en hidrofobia a las ceras de homopolímeros de polietileno, el uso de tensioactivos de DSS producirá dispersiones con baja espuma, baja viscosidad y excelente estabilidad de la dispersión. También son útiles las mezclas acuosas de tensioactivo de DSS sólido al 100% en AEROSOL® OT con alcohol, tal como 2-etilhexanol, que se usa como un componente para producir Cytec OT-NV (un antiestático), o etanol, que se usa como un componente para producir Cytec OT-75 (una mezcla con 20% de agua y 5% de etanol). Sin embargo, el alcohol puede provocar cierta inestabilidad de la cera dispersada en el agua, de manera que lo más preferible son las mezclas libres de alcohol. Se prefieren tensioactivos con niveles bajos de alcohol (iguales a o menores que 1% en el tensioactivo, tal como Cytec OT-NV), o Aerosol OT-100% sólido, a fin de producir dispersiones con VOC nulo, como se determina mediante el método #24 de ASTM.

A fin de mejorar eficazmente la humectabilidad al agua y la estabilidad de las partículas de cera en el agua, es importante que la mezcla de cera se procese de manera que las superficies de sustancialmente todas las partículas de cera estén sustancialmente revestidas de forma completa con el agente dispersante. Como se usa aquí, “sustancialmente toda” y “sustancialmente de forma completa” significa al menos alrededor de 90%, más preferiblemente al menos alrededor de 95%, y lo más preferible al menos alrededor de 99% de las partículas de cera

y área superficial de las partículas de cera, respectivamente. Según el procedimiento de la invención, esto se logra con sólo una pequeña cantidad de agente dispersante con relación al peso de la cera en partículas. De forma particular, el agente o agentes dispersantes están presentes en las dispersiones acuosas de cera en una cantidad de más de 0% a alrededor de 5% en peso con relación al peso de la cera. Se puede usar más de un agente dispersante, pero las dispersiones incluyen preferiblemente solamente una, y la cantidad total combinada de todos los agentes dispersantes es preferiblemente no mayor que 5% en peso.

Como se usa aquí, una "mezcla de cera" se define como una mezcla que no se ha procesado en un homogeneizador según la invención, y que comprende agua, un agente dispersante y una pluralidad de partículas de cera. Las partículas de cera tienen preferiblemente un tamaño medio de partículas inicial mayor que alrededor de 6 μm, y en las que una pluralidad de las partículas está preferiblemente por debajo de 1000 μm, y más preferiblemente tienen un "tamaño superior" (máximo) de alrededor de 50 μm o menos. El tamaño máximo de las partículas se puede restringir por las capacidades del aparato procesador empleado. Por ejemplo, si se emplea un procesador de microfluidos que incorpora microcanales de 200 μm de diámetro, las partículas de cera deberían tener un tamaño superior menor que 200 μm. La cera tampoco tiene preferiblemente ninguna historia térmica de forma sustancial. La historia térmica de un polímero es la cantidad acumulada de calor a la que se ha expuesto el polímero durante las operaciones de procesamiento, que afecta a la estructura molecular del polímero. Un polímero que tiene una historia térmica ha sufrido al menos algún deterioro y/o reordenamiento molecular, afectando a sus propiedades, y dando como resultado un comportamiento impredecible. Un polímero que nunca se ha expuesto al calor no tiene historia térmica, y tiene un comportamiento más predecible.

Una "dispersión acuosa de cera" se define aquí como una dispersión que comprende agua, un agente dispersante y partículas de cera micronizadas que se han micronizado en un homogeneizador según la invención, preferiblemente para tener un tamaño medio de partículas de alrededor de 0,1 μm a alrededor de 6 μm, y preferiblemente en la que sustancialmente todas las partículas (95% o más, preferiblemente 99% o más) tienen un diámetro de partículas menor que alrededor de 20 μm. El tamaño de las partículas de cera en una dispersión acuosa de cera es un factor importante que tiene un impacto sobre las propiedades de una composición de revestimiento y del producto final de revestimiento. Para evitar defectos de la película, las partículas de cera deberían tener un tamaño más pequeño que el grosor de la película húmeda de un revestimiento, y cuanto más pequeño es el tamaño de las partículas menor es el potencial para que aparezcan defectos. Cuanto más pequeñas son las partículas de cera, mayor es el número de partículas por unidad de peso y mayor es su área superficial total. En realizaciones preferidas de la invención, tras la micronización, las partículas de cera de las dispersiones acuosas tienen un tamaño medio de partículas de alrededor de 0,1 μm a alrededor de 6 μm, más preferiblemente de alrededor de 1 μm a 6 μm, e incluso más preferiblemente de alrededor de 1 μm a alrededor de 3 μm. Sin embargo, se debería entender que el procedimiento de la invención, en el que las ceras en partículas se procesan en un homogeneizador junto con agua y un agente dispersante para reducir el tamaño de las partículas de cera, mientras se enfría continuamente la mezcla de cera-agua-agente dispersante hasta una temperatura por debajo de 50ºC (preferiblemente 2ºC a alrededor de 50ºC), también se puede usar de forma más amplia para formar dispersiones que tienen tamaños más grandes de partículas. Como tal, según un procedimiento de la invención, se pueden producir dispersiones acuosas de ceras en las que sustancialmente todas las partículas de cera (95% o más, preferiblemente 99% o más) se reducen preferiblemente para tener un tamaño medio promedio de partículas por debajo de 20 μm, más preferiblemente de alrededor de 0,1 μm a alrededor de 20 μm, todavía más preferiblemente de alrededor de 0,1 μm a alrededor de 12 μm, todavía más preferiblemente de alrededor de 0,1 μm a alrededor de 6 μm, incluso más preferiblemente de alrededor de 1 μm a alrededor de 6 μm, y lo más preferible de alrededor de 1 μm a alrededor de 3 μm. En tales realizaciones, dichas ceras no necesariamente tienen que ser consideradas "micronizadas", y la única limitación a un tamaño aceptable de partículas sería las limitaciones físicas y mecánicas del aparato homogeneizador. En consecuencia, la invención engloba todas las dispersiones acuosas de ceras que incluyen 0% a alrededor de 5% en peso de al menos un agente dispersante y una cera en partículas de cualquier tamaño de partículas, en las que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 45% en peso de la dispersión, y en las que no hay aglomeración sustancial de las partículas de cera. El procedimiento de la invención, que permite el enfriamiento continuo del homogeneizador, también puede ser útil para partículas resinosas (poliméricas) no céreas sin limitaciones de peso molecular, en tanto que sean capaces de ser procesadas por el aparato homogeneizador.

Con la aplicación de un revestimiento, que contiene partículas de cera como componente minoritario, sobre un sustrato, las partículas de cera se mueven y "flotan" hasta la superficie del revestimiento en aplicaciones de revestimiento secadas por aire. Durante un ciclo de curado a temperatura elevada, es decir, un curado por encima del punto de fusión de la cera, fluorescerán hacia la superficie de la película. En cualquier caso, la cera modificará las propiedades de la superficie de la película y el aspecto de la película. Los tamaños de partículas del componente del aditivo de ceras se pueden medir en un difractómetro de láser MICROTRAC® 3500, comercialmente disponible de Microtrac Inc. de Montgomeryville, PA, u otro dispositivo adecuado.

Las dispersiones acuosas de ceras se pueden producir procesando una mezcla de agua, el agente dispersante y una pluralidad de partículas de cera que tienen un tamaño medio promedio (Mv) de partículas (es decir, diámetro medio) por encima de 6 μm en un aparato homogeneizador que es capaz de pulverizar partículas en condiciones

suficientes para reducir el tamaño medio promedio de las partículas por debajo de 6 μm, a medida que se mezclan con el agua. El agua, el agente dispersante y las partículas de cera se pueden mezclar previamente antes de transferirlos al aparato homogeneizador y se efectúa la micronización de las partículas de cera en el homogeneizador, permitiendo que las partículas se humedezcan por el agente dispersante. El homogeneizador se puede poner entonces en marcha para micronizar las partículas.

Se ha encontrado aquí que la humectabilidad excepcional de las partículas de cera se puede lograr usando homogeneizadores microfluídicos de alta presión, en vez de otros dispositivos. Los homogeneizadores microfluídicos se fabrican de forma muy precisa para incluir cámaras que contienen "microcanales" muy pequeños, que tienen tamaños de diámetros de los canales de alrededor de 75 μm a alrededor de 200 μm, que están hechos típicamente de diamante o materiales de porcelana de grado elevado. Los homogeneizadores útiles aquí deberían incluir microcanales que son adecuados para permitir que las mezclas acuosas de cera fluyan a través de dichos canales sin obturación debido a las partículas de cera. Se puede usar aquí cualquier homogeneizador de alta presión comercialmente disponible, tal como los homogeneizadores MICROFLUIDIZER®, comercialmente disponibles de Microfluidics Corp. de Newton, MA; los homogeneizadores NANOMIZER™ comercialmente disponibles de Nanomizer, Inc. de Tokio, Japón, y los homogeneizadores ULTIMIZER™ comercialmente disponibles de Sugino Machine Ltd. de Toyama, Japón; los homogeneizadores SONIFIER® comercialmente disponibles de Branson Ultrasonics Corp. de Danbury, CT; la familia de homogeneizadores DeBEE™ comercialmente disponible de Bee International, Inc. de South Easton, MA, u otros.

Muy preferiblemente, el procedimiento de la invención se lleva a cabo utilizando el procesador M-110EH-30 MICROFLUIDIZER® de Microfluidics Corp., que puede lograr presiones continuas de funcionamiento de hasta 40.000 psi (275,8 MPa). El procesador M-110EH-30 MICROFLUIDIZER® dirige la mezcla a través de dos o más (típicamente dos) cámaras que contienen microcanales definidos de forma precisa a presión elevada vía una bomba intensificadora, separando la mezcla en una pluralidad de corrientes de mezcla (típicamente dos) y haciendo que las corrientes de mezcla choquen entre sí en la cámara de interacción. La colisión de las corrientes de mezcla hace que las partículas de cera en la mezcla choquen entre sí. Las corrientes también chocan con las paredes de los canales en la cámara de interacción. Estas colisiones de las partículas se producen a presión elevada y a velocidad elevada, de manera que las partículas de cera se rompen con el impacto, dando como resultado una reducción del tamaño de las partículas de cera, es decir, la micronización de las partículas de cera. El procesador M-110EH-30 MICROFLUIDIZER® es capaz de funcionar a una presión de al menos alrededor de 96,5 MPa (4.000 psi), más preferiblemente 172,3 MPa (25.000 psi), y lo más preferible a su presión máxima de alrededor de 206,8 MPa (30.000 psi), dando como resultado colisiones de alta velocidad en las corrientes de mezcla. Un efecto secundario indeseable de las velocidades elevadas es la generación de calor, que provoca la fusión de las partículas de cera, reduciendo de ese modo la friabilidad de las partículas de cera e inhibiendo la reducción del tamaño de las partículas de cera. A fin de resolver este problema, el calor generado se debería de eliminar de forma continua. La eliminación del calor generado de la reacción evita la fusión de las partículas de cera, reduce o elimina la pegajosidad de la superficie de las partículas de cera fracturadas, evita la aglomeración de las partículas, mantiene la cristalinidad de la cera y la friabilidad de las partículas de cera a lo largo del procedimiento, permitiendo de este modo que continúe la reducción del tamaño de las partículas. En consecuencia, se prefiere el procesamiento frío de la dispersión. Preferiblemente, las corrientes de mezcla se enfrían inmediata y continuamente hasta una temperatura por encima de 0ºC y por debajo de alrededor de 50ºC, más preferiblemente hasta una temperatura de alrededor de 2ºC a alrededor de 50ºC, más preferiblemente hasta una temperatura por encima de 0ºC hasta alrededor de 5ºC, y lo más preferible a una temperatura de alrededor de 2ºC hasta alrededor de 5ºC, usando cualquier medio de enfriamiento suficiente, incluyendo intercambiadores de calor internos y/o externos que se colocan apropiadamente para eliminar el calor, tal como entre las intercámaras del procesador, u otra localización en la que se genera específicamente calor en el aparato, como sería fácilmente determinable por el usuario. Si la temperatura se eleva por encima de 50ºC, la viscosidad de la dispersión puede aumentar hasta en el momento en el que se convierte en geles, cremas y/o pastas, lo que no es deseable aquí debido a que las corrientes ya no permanecerán líquidas para permitir el procesamiento posterior. Las partículas no son capaces de colisionar entre sí, provocando el cese de la reducción del tamaño de las partículas de cera, y provocando que el producto final muestre grandes tamaños de partículas de cera y viscosidades indeseables semejantes a pastas. Tal sustancia no posee las propiedades deseadas modificadoras de la superficie como se describen aquí. Se prefieren dispersiones que se formulan como líquidos lechosos, no gelificados, como se describe en los Ejemplos.

Un intercambiador de calor puede ser un componente estándar del procesador seleccionado. Tal intercambiador de calor se puede conectar a un enfriador de baja temperatura, de capacidad elevada, externo, para enfriar la corriente de dispersión acuosa después de que ha vuelto a presiones atmosféricas ambientales. Los enfriadores adecuados, tales como enfriadores refrigerados por líquidos, están comercialmente disponibles, por ejemplo, de Budzar Industries de Willoughby, Ohio. Adicionalmente, los intercambiadores de calor internos (por ejemplo, un intercambiador de calor de interbucle) no pueden típicamente soportar el procesamiento a presiones elevadas, de manera que se deben de diseñar típicamente para soportar una presión elevada. En consecuencia, se deben usar otros medios para eliminar el calor mientras se encuentra a o por encima de tales temperaturas elevadas, tal como un intercambiador de calor suplementario. Por ejemplo, el procesador M-110EH-30 MICROFLUIDIZER® no incorpora intercambiadores de calor estándar adecuados, y se debe proporcionar uno o más intercambiadores de calor suplementarios. En consecuencia, se coloca preferiblemente entre las intercámaras del procesador un

intercambiador de calor suplementario que es capaz de soportar presiones de hasta alrededor de 206,8 MPa (30.000 psi), y preferiblemente diseñado con una clasificación para soportar 413,9 MPa (60.000 psi) de presión aplicada por el vapor líquido que se hace pasar a través de dicho intercambiador de calor (por necesidades de seguridad). Este intercambiador de calor suplementario se puede conectar a un enfriador de capacidad elevada si la dispersión ha salido del bucle de alta presión del procesador MICROFLUIDIZER® y ha vuelto a presiones de líquido ambientales. En la Fig. 1 se ilustra un diagrama del montaje preferido del sistema y del procedimiento de la invención.

Se permite que las colisiones de las corrientes de mezcla y de las partículas de cera continúen preferiblemente hasta que el tamaño medio de las partículas de cera se reduce (micronizа) hasta alrededor de 0,1 μm a alrededor de 6 μm, más preferiblemente de alrededor de 1 μm a alrededor de 6 μm, más preferiblemente de alrededor de 1 μm a alrededor de 3 μm, y de manera que sustancialmente todas las partículas de cera tengan un tamaño de partículas de alrededor de 20 μm o menos. Más particularmente, sustancialmente todas las partículas de cera se reducen para que tengan un tamaño de partículas de alrededor de 1 μm a alrededor de 20 μm, más preferiblemente de alrededor de 1 μm a alrededor de 12 μm, todavía más preferiblemente de alrededor de 1 μm a alrededor de 6 μm, y lo más preferible de alrededor de 1 μm a alrededor de 3 μm. Este procedimiento dispersa preferiblemente las partículas de cera en el agua de manera que el agente dispersante se reviste de forma sustancialmente completa sobre las superficies de sustancialmente todas las partículas de cera. Las dispersiones acuosas resultantes comprenden de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión, más preferiblemente de alrededor de 10% a alrededor de 45% en peso de la dispersión, todavía más preferiblemente de alrededor de 20% a alrededor de 45% en peso de la dispersión, todavía más preferiblemente de alrededor de 30% a alrededor de 45%, y lo más preferible de alrededor de 30% a alrededor de 40% en peso de las dispersiones. El agente o agentes dispersantes están presentes en las dispersiones acuosas de ceras en una cantidad de más de 0% a alrededor de 5% en peso con respecto al peso de la cera, más preferiblemente de alrededor de 2% a alrededor de 5%, y lo más preferible de alrededor de 4% a alrededor de 5%. El balance de la dispersión es preferiblemente agua, lo más preferible agua desionizada. Las dispersiones acuosas tendrán una baja viscosidad a temperatura ambiente, particularmente una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión, más preferiblemente alrededor de 50 cps o menos, y lo más preferible 20 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión. Las viscosidades bajas de la dispersión también se logran a concentraciones elevadas de cera. Particularmente, una dispersión de la invención que tiene una concentración de cera de alrededor de 45% a alrededor de 25ºC tiene una viscosidad preferida de alrededor de 200 cps o menos, más preferiblemente 100 cps o menos, y lo más preferible 50 cps o menos, cada una de las cuales son mejoras significativas con respecto a las dispersiones de la técnica relacionada. En consecuencia, para todas las dispersiones que incluyen alrededor de 5% a alrededor de 45% de sólidos de cera, las viscosidades son todas newtonianas estables, y tienen viscosidades por debajo de 100 cps. Lo más preferible, la cera en partículas se dispersa sustancialmente de forma homogénea en el agua, y la dispersión homogénea se logra fácilmente cuando se usa uno de los homogeneizadores descritos aquí.

Las dispersiones acuosas de ceras se pueden combinar con materiales de revestimiento tales como pinturas, imprimaciones, barnices, tales como barnices cubrepinturas, y tintas, tales como tintas flexográficas, para formar composiciones de revestimiento que se pueden aplicar sobre sustratos para formar revestimientos. Las dispersiones acuosas de ceras también se pueden combinar con otras dispersiones, dentro o fuera del alcance de esta invención (incluyendo dispersiones no acuosas), sin limitación, o con cualquier otro material como se pueda desear por un formulador. Por ejemplo, se pueden producir una o más dispersiones diferentes de ceras dentro del alcance de la invención, y después se pueden mezclar juntas para producir un nuevo material. Como alternativa, una dispersión acuosa de la invención se puede combinar con una dispersión de PTFE de grado no cera. En realizaciones preferidas, una composición de revestimiento comprende preferiblemente de alrededor de 30% a alrededor de 45% de la dispersión acuosa de cera, más preferiblemente de alrededor de 30% a alrededor de 40%, y lo más preferible de alrededor de 35% a alrededor de 40% de la dispersión acuosa de cera, basado en el peso de la composición de revestimiento (es decir, la dispersión acuosa más el material de revestimiento). De forma óptima, la dispersión acuosa comprenderá 40% en peso de la composición de revestimiento, basado en el peso de la composición de revestimiento. La composición de revestimiento se puede aplicar sobre cualquier sustrato adecuado, incluyendo sustratos de papel de calidad elevada tales como brillo centura 80#, sustratos flexibles tales como papel, cartón, fibras y tejidos, o sustratos rígidos tales como estaño electrolítico reducido o plancha de TFS (Acero Libre de Estaño) para recipientes de comida rígidos.

Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar, pero no limitar, la presente invención:

EJEMPLOS

Se produjeron y se ensayaron catorce dispersiones de ceras de homopolímeros de polietileno en agua según los siguientes procedimientos:

Muestras de dispersiones acuosas de ceras:

EJEMPLOS 1-3

Cada una de las muestras de los Ejemplos1-3 incorporó partículas de cera de homopolímero de polietileno A-C® 820A, comercialmente disponible de Honeywell International Inc., que tiene un peso molecular medio ponderal (M_w) de 2.930, un peso molecular medio numérico (M_n) de 1.300 y un índice de polidispersidad de 2,25. Estos ejemplos incorporaron 1% en peso de tensoactivo de DSS Cytec OT-75%, basado en el peso de la dispersión, es decir, el peso combinado de la cera más el agua y el tensoactivo.

EJEMPLOS 4 Y 5

Cada una de las muestras de los Ejemplos 4 y 5 incorporó partículas de cera de homopolímero de polietileno ACUMIST® B-18, comercialmente disponible de Honeywell International Inc., que tiene un peso molecular medio ponderal (M_w) de 2930, un peso molecular medio numérico (M_n) de 1300 y una polidispersidad de 2,25. Estos ejemplos incorporaron 2% en peso de tensoactivo OT-75, basado en el peso de la dispersión, es decir, el peso combinado de la cera más el agua y el tensoactivo.

EJEMPLOS 6 Y 7

Cada una de las muestras de los Ejemplos 6 y 7 incorporó cera de homopolímero de polietileno ACUMIST® B-12, comercialmente disponible de Honeywell International Inc., que tiene los mismos M_w, M_n y Pd de ACUMIST® B-18, difiriendo en B-18 sólo en el tamaño de partículas de la cera seca. Estos ejemplos incorporaron 2,5% en peso de tensoactivo OT-75, basado en el peso de la dispersión, es decir, el peso combinado de la cera más el agua y el tensoactivo.

EJEMPLOS 8 Y 9

Cada una de las muestras de los Ejemplos 8 y 9 incorporó cera de homopolímero de polietileno ACUMIST® B-12. Estos ejemplos incorporaron 2,0% en peso de tensoactivo Triton X-100 (polioxietilen octil fenil éter), basado en el peso de la dispersión, es decir, el peso combinado de la cera más el agua y el tensoactivo.

EJEMPLOS 10-12

Cada una de las muestras de los Ejemplos 10-12 incorporó cera de homopolímero de polietileno ACUMIST® B-12. Estos ejemplos incorporaron 2,0% en peso de tensoactivo Cytec OT-NV, basado en el peso de la dispersión, es decir, el peso combinado de la cera más el agua y el tensoactivo.

EJEMPLOS 13 Y 14

Cada una de las muestras de los Ejemplos 13 y 14 incorporó cera de homopolímero de polietileno ACUMIST® B-12. Estos ejemplos incorporaron 2,0% en peso de tensoactivo Cytec OT-100, basado en el peso de la dispersión, es decir, el peso combinado de la cera más el agua y el tensoactivo.

EJEMPLOS 15

La muestra del Ejemplo 15 incorporó cera de homopolímero de polimetileno ACUMIST® 1204 (cera de Fischer Tropsch), comercialmente disponible de Honeywell International Inc., que tiene un peso molecular medio ponderal de 990, un peso molecular medio numérico de 850 y un índice de polidispersidad de 1,2. Este ejemplo incorporó 2,0% en peso de tensoactivo Cytec OT-100, basado en el peso de la dispersión, es decir, el peso combinado de la cera más el agua y el tensoactivo.

Para cada uno de los Ejemplos 1-15, las Tablas 3A y 3B dan el valor medio inicial (Mv) y los tamaños superiores de partículas, la cantidad (%) de agua en cada muestra de dispersión, la cantidad (%) de cera activa en cada muestra, la presión de procesamiento en el homogeneizador, el tiempo de recirculación o número de pasadas individuales a través de los canales del homogeneizador. En el contexto del aparato homogeneizador usado, que se describe con detalle más abajo, “una pasada” significa que la dispersión de cera se ha hecho pasar una vez a través del procesador microfluidizador, sometiéndose una vez a la presión aplicada y haciéndose pasar una vez a través de las dos cámaras de microcanales en el procesador, y que ha salido y se ha recogido en una vasija a presión atmosférica antes de volver a entrar en el bucle para una segunda pasada. El valor medio el tamaño de las partículas y el tamaño superior de las partículas de las partículas de cera tras el procesamiento a través del homogeneizador a la presión especificada durante la duración especificada, y la viscosidad resultante de cada muestra después del procesamiento. Los tamaños más pequeños de partículas de cera iniciales, que oscilan de 12 μm Mv a 250 μm Mv, se lograron reduciendo mecánicamente las partículas de 250 μm de diámetro en un micronizador de chorro de aire usando un molino de chorro opuesto de lecho fluidizado modelo AFG 630 comercialmente disponible de Hosokawa Micron Group de Japón.

Aparato:

Las dispersiones acuosas de cera se prepararon utilizando un procesador modelo M-110EH-30 MICROFLUIDIZER®, comercialmente disponible de Microfluidics Corp., que estaba equipado con un bucle de recirculación así como con microcanales que tienen tamaños de diámetro de microcanales de 200 μm (modelo de

cámara nº H30Z) y 75 μm (modelo de cámara nº F20Y), que están conectados y situados en tándem para el procesamiento posterior. Un intercambiador de calor integrado, construido por el fabricante Microfluidics Corp., está situado después de la segunda cámara de microcanales, y está diseñado para enfriar el vapor después de que la corriente de cera-agua ha salido de la segunda cámara. Se colocó un segundo intercambiador de calor entre las cámaras de microcanales primera y segunda, y se diseñó para enfriar la corriente de cera-agua después de salir de la primera cámara de microcanales, pero antes de entrar a la segunda cámara de microcanales. El procesador se conectó a un enfriador enfriado por líquido, de baja temperatura (modelo LTW-05-CCB-SP, comercialmente disponible de Budzar Industries de Willoughby, Ohio), que funciona a un intervalo de temperatura de alrededor de -10ºF (-23,33ºC) a alrededor de 30ºF (-1,1ºC), para eliminar el calor producido por e procesador MICROFLUIDIZER®. El enfriador se conectó a un enfriador de servicios domésticos para eliminar cualquier calor generado por el propio enfriador.

Etapas del proceso:

Se prepararon mezclas cargando agua, tensoactivo y partículas de cera secas, en ese orden, en una vasija de predispersión de acero inoxidable, encamisada, de un litro, con una mezcladora de pala propulsora interna. Los componentes se amasaron con la pala propulsora con agitación moderada. La mezcla resultante se dejó enfriar subsiguientemente en un refrigerador hasta 5ºC, y después se introdujo en el procesador MICROFLUIDIZER®. La mezcla se hizo pasar entonces a través del bucle de recirculación del microfluidizador, de manera que 1) se hizo recircular durante un período de tiempo (por ejemplo alrededor de 30 minutos por una cantidad de un litro); o 2) se hizo pasar a través del bucle una sola vez, se recogió en un recipiente adecuado, y se hizo pasar nuevamente a través del bucle, hasta que se logró la reducción deseada del tamaño de las partículas y los valores de viscosidad deseados. Se prefieren pasadas individuales que se repiten, para asegurarse de que todo el material se ha expuesto a las mismas condiciones de procesamiento, ya que la recirculación puede hacer que parte del material sea tratado diferentemente de otra parte. La viscosidad no está relacionada con el número de pasadas, pero está determinada por la temperatura del proceso. Debe de estar por debajo de 50ºC cuando sale de las cámaras, y la viscosidad y la reducción del tamaño de las partículas se determina mediante cuán eficientemente se maneja la temperatura del proceso. Cuanta más fría, mejor, pero no se desea la congelación de las líneas, de manera que se prefiere la entrada a la cámara a una temperatura de alrededor de 2ºC, y la temperatura se controla preferiblemente para que esté a alrededor de 2ºC, de manera que la mezcla no salga del bucle a más de 50ºC. La mezcla pasará de 2ºC a 50ºC en alrededor de un segundo cuando se aplica 206,8 MPa (30.000 psi) y cuando el caudal de la corriente de mezclas se restrinja a través de canales de 75 micrómetros de diámetro. Si la temperatura está por encima de 50ºC, las viscosidades son elevadas, e incluso se producen geles, cremas y/o pastas. Estos productos son más útiles para aplicaciones de cuidado personal que para revestimientos de tintas y pinturas. En la Fig. 1 se ilustra un diagrama de este montaje y el proceso.

Durante el procesamiento, el calor generado por el procesador de microfluidos se eliminó tanto por el intercambiador de calor integrado del fabricante como por el enfriador enfriado por líquido, de baja temperatura, así como con un intercambiador de calor refrigerante intercámaras situado entre las intercámaras del procesador. Los dos intercambiadores de calor fueron de los tipos de tubo y tanque, y se construyeron para soportar hasta 413,9 MPa (60.000 psi). El tipo y la duración de la circulación para cada uno de los Ejemplos 1-15 se especifican en las Tablas 3A y 3B. Tras el procesamiento, la dispersión se transfirió a un tanque de dispersión de acero inoxidable, encamisado, de un litro, con una mezcladora de pala propulsora interna, y después a un tanque de almacenamiento con el tanque equipado también con una mezcladora.

Las medidas de los tamaños de partículas se determinaron mediante el uso de un analizador de tamaños de partículas modelo 3500 MICROTRAC® en un medio acuoso. Las viscosidades se midieron según técnicas convencionales usando un viscosímetro rotacional de Brookfield.

TABLA 3A

Ejemplo	Tipo de cera	Tamaño inicial de partículas Mv (μm)	Tamaño inicial superior de partículas (μm)	% de cera	Tamaño final de partículas Mv (μm)	Tamaño final superior de partículas (μm)
1	A-C® 820A	250	1000	20%	-	-
2	A-C® 820A	250	1000	20%	4,21	26,16
3	A-C® 820A	250	1000	20%	3,02	22,00
4	ACUMIST® B-18	18	62	40%	9,87	25,22
5	ACUMST® B-18	18	62	40%	4,06	18,5
6	ACUMIST® B-12	13	44	45%	10,65	-

Ejemplo	Tipo de cera	Tamaño inicial de partículas Mv (μm)	Tamaño inicial superior de partículas (μm)	% de cera	Tamaño final de partículas Mv (μm)	Tamaño final superior de partículas (μm)
7	ACUMIST® B-12	13	44	45%	7,03	37,00
8	ACUMIST® B-12	13	44	40%	9,02	37,00
9	ACUMIST® B-12	13	44	40%	4,2	22,00
10	ACUMIST® B-12	13	44	40%	5,26	31,11
11	ACUMIST® B-12	13	44	40%	3,61	22,00
12	ACUMIST® B-12	13	44	40%	2,81	11,00
13	ACUMIST® B-12	13	44	40%	6,06	18,5
14	ACUMIST® B-12	13	44	40%	4,81	18,5
15	ACUMIST® 1204	7,7	37	30%	4,98	31,11

TABLA 3B

Ejemplo	Tensioactivo	% de agua	Presión del proceso (psi)	Tiempo de recirculación / Número de pasadas	Viscosidad de la dispersión (cps)
1	1% OT-75	79%	10000 (68,95 MPa)	10 min	Líquido lechoso, no gelificado
2	1% OT-75	79%	20000 (137,9 MPa)	20 min	Líquido lechoso, no gelificado
3	1% OT-75	79%	24000 (165,5 MPa)	30 min	Líquido lechoso, no gelificado
4	2% OT-75	58%	15000 (103,4 MPa)	1 pasada	Líquido lechoso, no gelificado
5	2% OT-75	58%	25000 (172,4 MPa)	5 pasadas	100 cps (100 mPas)
6	2,5% OT-75	52.5%	25000 (172,4 MPa)	2 pasadas	Líquido lechoso, no gelificado
7	2,5% OT-75	52.5%	23000 (158,6 MPa)	7 pasadas	155 cps (155 mPa-s)
8	2% Triton X-100	58%	30000 (206,8 MPa)	7 pasadas	Líquido lechoso, no gelificado
9	2% Triton X-100	58%	30000 (206,8 MPa)	17 pasadas	39,5 cps (39,5 mPa- s)
10	2% OTNV	58%	30000 (206,8 MPa)	7 pasadas	Líquido lechoso, no gelificado
11	2% OTNV	58%	30000 (206,8 MPa)	17 pasadas	Líquido lechoso, no gelificado
12	2% OTNV	58%	30000 (206,8 MPa)	24 pasadas	17,5 cps (17,5 mPa- s)
13	2% OT-100	58%	30000 (206,8 MPa)	2 pasadas	820 cps (820 mPa-s)
14	2% OT-100	58%	30000 (206,8 MPa)	5 pasadas	375 cps (375 mPa-s)
15	2% OT-100	68%	30000 (206,8 MPa)	2 pasadas	37 cps (37 mPa-s)

Conclusiones:

Combinando una cera que tiene un tamaño más pequeño de partículas inicial con agua y un agente dispersante, se encontró que se podía obtener una mayor concentración inicial de polímero, hasta alrededor de 45%. A esto le siguió una reducción adicional del tamaño de las partículas en la mezcla en el homogeneizador, con un menor número de pasadas de procesamiento o de tiempo gastado en el microfluidizador, reduciendo el tiempo requerido de procesamiento y las necesidades de energía. Los mejores resultados se presentan en la muestra número 12. Después de 24 pasadas, se logró el tamaño más bajo de partículas de 2,81 Mv y un tamaño superior máximo por debajo de 11 μm con una baja viscosidad de 17,5 cps a una concentración de cera sólida de 40%. En la Fig. 3 se presenta un resumen del análisis del tamaño de partículas llevado a cabo en la dispersión del Ejemplo 12.

EJEMPLO 16 Y EJEMPLOS COMPARATIVOS 17 Y 18

Se produjo una muestra de tinta flexográfica a base de agua según el siguiente procedimiento:

Se obtuvo una muestra de tinta que comprende 35% en peso de una dispersión de pigmento azul de ftalo y 65% en peso de un vehículo de acabado, basado en su peso combinando. La composición de la dispersión del pigmento azul de ftalo se detalla en la Tabla 4, y comprende una dispersión acuosa de cera de la invención combinada con un pigmento azul de ftalo, con una relación de pigmento/aglutinante de 4,676175 (gramos de pigmento seco a gramos de polímero aglutinante seco (sólidos HPD 296)). La composición del vehículo de acabado se detalla en la Tabla 5, y estaba libre de cera pero con brillo elevado.

TABLA 4

FORMULACIÓN DE DISPERSIÓN AZUL DE FTALO		
Ingrediente	Cantidad en peso (g)	Cantidad en porcentaje
Disolución de resina acrílica de estireno JONCRYL® HPD 296	195,52	29,19%
Tensioactivo de alcohol etoxilado con 70 moles	6,16	0,92%
Pigmento azul de ftalocinanina BW 1531	320,00	47,77%
Desespumante a base de silicona BYK-022	7,00	1,05%
AGUA	141,17	21,07%

JONCRYL® HPD 296 es una disolución de resina acrílica de estireno comercialmente disponible de BASF Corp. de Parsippany, NJ.

BW 1531 es un pigmento azul de ftalocianina comercialmente disponible de Pacific Coast Enterprises de Houston, Texas.

BYK-022 es un desespumante a base de silicona comercialmente disponible de Byk Chemie GmbH de Wesel, Alemania.

TABLA 5

FORMULACIÓN DE DISPERSIÓN AZUL DE FTALO		
Ingrediente	Cantidad en peso (g)	Cantidad en porcentaje
MORCRYL® 410	120,00	40%
LUCIDENE® 604	69,00	23%
LUCIDENE® 615	90,00	30%
Tensioactivo no iónico AEQUENOL™ 1700-70	6,00	2%
DYNOL™ 604	3,00	1%
Agua	12,00	4%

MORCRYL® 410 es una resina de copolímero acrílica (34% de sólidos), comercialmente disponible de Rohm and Haas Chemicals, L.L.C. de Philadelphia, PA.

LUCIDENE® 604 es una emulsión de copolímero acrílica comercialmente disponible de Rohm and Haas Chemicals, L.L.C.

LUCIDENE® 615 es una emulsión de copolímero acrílica comercialmente disponible de Rohm and Haas Chemicals, L.L.C.

AEQUENOL™ 1700-70 es un tensoactivo no iónico de etoxilato de alquilfenol comercialmente disponible de Palmer International, Inc. de Skippack, PA.

DYNOL™ 604 es un agente reductor de la tensión superficial, comercialmente disponible de Air Products and Chemicals, Inc. de Allentown, PA.

Las dispersiones de cera de las ceras de homopolímero de polietileno se produjeron según las técnicas descritas en los Ejemplos 1-15 anteriores. Para el Ejemplo 16, la dispersión de cera fue la misma que la usada en el Ejemplo 12, y el valor medio del tamaño de las partículas de cera fue 2,81 μm. Para los Ejemplos Comparativos 17 y 18, se prepararon dos tintas azules de ftalo con dispersiones de ceras de homopolímero de polietileno para el ensayo comparativo usando dispersiones de cera comerciales 1) LIQUITRON® 250 comercialmente disponible de The Lubrizol Corporation de Wickliffe, Ohio, y descrita por el fabricante como una dispersión de homopolímero de etileno en agua que tiene un tamaño medio de partículas de 6 a 8 micrómetros a una concentración de sólidos de 25%, y 2) MICROSPERSION® MPP 611XF, una dispersión de cera de polietileno finalmente micronizada comercialmente disponible de Micro Powders, Inc. de Tarrytown, NY. Estas dispersiones de cera se usan convencionalmente para aplicaciones de tinta flexográficas. La cera de homopolímero de polietileno en cada dispersión tuvo un valor medio del tamaño de las partículas de cera de 6 μm. Para cada uno de los Ejemplos 16-18, las dispersiones de cera se añadieron a las formulaciones de tinta a 1% de sólidos de cera a sólidos de tinta en peso con respecto a la formulación de tinta, y la cantidad de dispersiones de cera añadida se ajustó basándose en la diferencia relativa en % de sólidos de cada producto, de manera que se añadió un peso total de 1% de cera seca.

Cada muestra de tinta (con cera añadida) se probó sobre un sustrato de brillo Centura 80# usando un rodillo de pintar anilox de cerámica grabado por láser 550. La capacidad portadora del anilox cerámico es de 2,7 billones de micrómetros cúbicos por 2,5 cm^2 (pulgada cuadrada) (BCM). Además, se aplicó una segunda cantidad de tinta más espesa sobre el mismo sustrato usando un rodillo de pintar anilox de cromo 360 P 113 que tiene una capacidad portadora de 3,7 BCM. De este modo, cada muestra de tinta se aplicó y se ensayó a grosores de película de 2,7 BCM y 3,7 BCM.

Se realizaron ensayos de fricción usando un aparato medidor de la fricción Sutherland con un bloque 4# según los procedimientos de ASTM F- 1571-95. Los ensayos se llevaron a cabo durante un total de 80 frotamientos para cada tinta. Se realizaron medidas de densidad óptica de la tinta eliminada por frotamiento de la prueba para determinar el grado de eliminación por frotamiento de una muestra dada. Se llevaron a cabo ensayos de coeficiente estático de fricción usando un dispositivo de ángulo de deslizamiento estático según los procedimientos de ASTM D-4918-97, y se anotó el ángulo resultante al que comenzó el deslizamiento. Se realizaron medidas de brillo usando un medidor del brillo Byk Tri y un ángulo de 60º de incidencia, según los procedimientos de ASTM D2457. Las medidas de la viscosidad de la tinta se tomaron en un viscosímetro de Brookfield LVF Digital DVII Pro con un husillo SC4-31 a 45,16 revoluciones por minuto (RPMs), según los métodos de ASTM D-2196. Los resultados de los ensayos respectivos se presentan en la Tabla 6, en la que a) cuanto mayor es el índice de brillo del 60%, más lustrosa es la tinta; b) cuanto menor es el ángulo de deslizamiento, mejor es el deslizamiento; c) cuanto menor es el número para 80 frotamientos, mejor es la capacidad de eliminación por frotamiento, o se elimina por frotamiento menos tinta; d) cuanto menor es la viscosidad de la tinta, mejor es la aplicación desde los rodillos de pintar anilox; y e) cuanto menor es la viscosidad de la dispersión de cera, menor es el impacto sobre la viscosidad de la aplicación de la tinta.

TABLA 6

Ensayo del comportamiento de tinta flexográfica azul de ftalo con cera añadida								
EJEMPLO	Dispersión de cera añadida	Brillo de 60% a 2,7 BCM	Brillo de 60% a 3,7 BCM	Ángulo de deslizamiento a 2,7 BCM	Ángulo de deslizamiento a 3,7 BCM	80 Frotamientos a 2,7 BCM	Viscosidad de la tinta con cera	Viscosidad de la dispersión de cera
16	Véase el Ejemplo 12	42,48	43,72	16,0	17,0	0,073	314,81 cps	27,5 cps
17 (Comp.)	LIQUITRON® 250	41,14	38,34	16,3	17,0	0,076	491,48 cps	504,1 cps
18 (Comp.)	MPP 611XF	40,8	39,86	17,3	17,0	0,076	323,45 cps	101,6 cps

TABLA 7

MUESTRA:	LIQUITRON® 250	MPP 611XF	Muestra del Ej. 12
RPM	Viscosidad (cps)	Viscosidad (cps)	Viscosidad (cps)
63,87	435,79	121,63	23,95
57,63	455,39	105,65	14,57
51,39	477,42	100,39	15,17
45,16	504,10	101,62	17,27
38,92	541,77	108,66	19,27
32,68	593,81	110,14	17,44
26,45	673,58	107,73	18,14
20,21	793,99	111,31	13,36
13,97	989,77	115,94	17,18
7,74	1457,05	116,25	15,50
1,5	4399,06	499,89	15,0

La Tabla 7 resume las medidas de viscosidad tomadas con un viscosímetro de Brookfield LVF Digital DVII Pro con un husillo SC4-31 a diversas RPMs. Los resultados de las medidas de viscosidad a partir de la Tabla 7 se ilustran gráficamente en la Fig. 2.

Conclusiones:

Estos resultados ilustran que la muestra del Ejemplo 12, que incorpora 40% en peso de cera de homopolímero de polietileno ACUMIST® B-12, 2,0% en peso de tensoactivo OTNV, y 58% en peso de agua desionizada; tamaño de partículas Mv = 2,81) mejoró el comportamiento de la tinta flexográfica con relación a los controles comerciales LIQUITRON® 250 y MPP 611XF. El superior comportamiento se atribuye al menor tamaño de partículas de la dispersión de cera de la invención, que previamente no estaba disponible, a su compatibilidad con tintas a base de agua, a su baja viscosidad de la dispersión y a su bajo impacto sobre la viscosidad de la aplicación de tinta.

Aunque la presente invención se ha mostrado y descrito particularmente con referencia a realizaciones preferidas, se apreciará fácilmente por los expertos normales en la técnica que se pueden realizar diversos cambios y modificaciones sin separarse del espíritu y alcance de la invención. Se pretende que las reivindicaciones se interpreten para cubrir la realización descrita, aquellas alternativas que se han explicado anteriormente, y todos los equivalentes a ellas.

REIVINDICACIONES

1. Una dispersión acuosa de cera, que comprende:

a) agua;

b) al menos una cera en partículas dispersa en el agua, en la que la cera en partículas comprende partículas que tienen un tamaño medio de partículas de alrededor 0,1 μm a alrededor de 6 μm, en la que sustancialmente todas las partículas de cera tienen un tamaño de partículas de alrededor de 20 μm o menos, y en la que la cera en partículas comprende de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión; y

c) desde más de 0% hasta alrededor de 5% en peso de un agente dispersante basado en el peso de la cera en partículas; agente dispersante el cual reviste las superficies de al menos algunas de las partículas de cera; y en la que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 45% en peso de la dispersión, y en la que no hay aglomeración sustancial de las partículas de cera.

2. La dispersión acuosa de cera de la reivindicación 1, en la que la cera es hidrófoba.

3. La dispersión acuosa de cera de la reivindicación 1 o reivindicación 2, en la que el agente dispersante comprende uno o más tensioactivos aniónicos, uno o más tensioactivos no iónicos o una combinación de los mismos.

4. Una composición de revestimiento que comprende la dispersión acuosa de cera de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, combinada con al menos un material de revestimiento.

5. Un revestimiento formado a partir de la composición de revestimiento de la reivindicación 4.

6. Un método para producir una dispersión acuosa de cera, que comprende:

a) combinar al menos una cera en partículas que comprende una pluralidad de partículas de cera que tienen un tamaño medio de partículas mayor que alrededor de 6 μm, con agua y con al menos un agente dispersante para formar una mezcla; y

b) someter la mezcla a condiciones suficientes para dispersar las partículas de cera en el agua y revestir las superficies de al menos algunas de las partículas con el agente dispersante; y para reducir el tamaño de las partículas de cera de tal manera que el tamaño medio de las partículas de cera sea de alrededor de 0,1 μm a alrededor de 6 μm, y de tal manera que sustancialmente todas las partículas de cera tengan un tamaño de partículas de alrededor de 20 μm o menos; y producir de ese modo una dispersión acuosa de cera en la que la cera en partículas comprende de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión; en el que el agente dispersante comprende de más de 0% a alrededor de 5% en peso basado en el peso de la cera en partículas; y en el que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 45% en peso de la dispersión.

7. El método de la reivindicación 6, en el que la etapa b) se lleva a cabo:

i) separando la mezcla en una pluralidad de corrientes de mezcla;

ii) haciendo que las corrientes de mezcla choquen continuamente entre sí, haciendo de ese modo que las partículas de cera choquen continuamente entre sí, a una presión y velocidad suficientes para generar calor y dar como resultado una reducción del tamaño de las partículas de cera; y

iii) eliminando continuamente el calor generado por las colisiones de las partículas, y enfriando la mezcla.

8. El método de la reivindicación 6, en el que la mezcla se mantiene continuamente a una temperatura de alrededor de 2ºC a alrededor de 50ºC durante la etapa b).

9. El método de la reivindicación 6, en el que la cera en partículas comprende partículas que tienen un tamaño medio inicial de partículas mayor que alrededor de 20 μm y un tamaño medio reducido de partículas de alrededor de 1 μm a alrededor de 6 μm.

10. Un método para preparar una composición de revestimiento, que comprende combinar la dispersión acuosa de cera producida según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 9 con al menos un material de revestimiento para formar de ese modo una composición de revestimiento.

11. Un método para preparar un revestimiento, que comprende aplicar la composición de revestimiento formada según la reivindicación 10 sobre un sustrato.

12. Una dispersión acuosa de cera producida mediante un procedimiento, que comprende:

a) combinar al menos una cera en partículas que comprende una pluralidad de partículas de cera que tienen un tamaño medio de partículas mayor que alrededor de 6 μm, con agua y con al menos un agente dispersante para formar una mezcla, teniendo la cera un peso molecular medio ponderal de hasta alrededor de 13.000; y

b) separar la mezcla en una pluralidad de corrientes de mezcla;

c) hacer que las corrientes de mezcla choquen continuamente entre sí, haciendo de ese modo que las partículas de cera choquen continuamente entre sí, a una presión y velocidad suficientes para generar calor y dar como resultado una reducción del tamaño de las partículas de cera;

d) eliminar continuamente el calor generado por las colisiones de las partículas, y enfriar la mezcla hasta alrededor de 5ºC o menos; y

e) permitir que continúen las colisiones de las corrientes de mezcla y de las partículas de cera para reducir el tamaño medio de las partículas de cera hasta alrededor de 0,1 μm a alrededor de 6 μm y de manera que sustancialmente todas las partículas de cera tengan un tamaño de partículas de alrededor de 20 μm o menos; y también para dispersar de forma homogénea las partículas de cera en el agua; y producir de ese modo una dispersión acuosa de cera en la que la cera en partículas comprende de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión; en el que el agente dispersante comprende de más de 0% a alrededor de 5% en peso basado en el peso de la cera en partículas; y en el que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración de cera de alrededor de 45% en peso de la dispersión; y en el que no existe sustancialmente aglomeración de las partículas de cera.

13. Un método para producir una dispersión, que comprende:

a) combinar al menos un material en partículas, que comprende una pluralidad de partículas, con un disolvente y con al menos un agente dispersante para formar una mezcla; y

b) someter la mezcla a condiciones suficientes para dispersar las partículas en el disolvente y revestir las superficies de al menos algunas de las partículas con el agente dispersante; y para reducir al menos parcialmente el tamaño de las partículas y producir de ese modo una dispersión en la que el material en partículas comprende de alrededor de 5% a alrededor de 45% en peso de la dispersión; en el que el agente dispersante comprende de más de 0% a alrededor de 5% en peso basado en el peso del material en partículas; y en el que la dispersión tiene una viscosidad de alrededor de 100 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración del material en partículas de alrededor de 10% en peso de la dispersión, y una viscosidad de alrededor de 200 cps o menos a alrededor de 25ºC a una concentración del material en partículas de alrededor de 45% en peso de la dispersión.

14. El método de la reivindicación 13, en el que el material en partículas es una cera o una resina.

15. El método de la reivindicación 13, en el que la etapa b) se lleva a cabo:

i) separando la mezcla en una pluralidad de corrientes de mezcla;

ii) haciendo que las corrientes de mezcla choquen continuamente entre sí, haciendo de ese modo que las partículas choquen continuamente entre sí, a una presión y velocidad suficientes para generar calor y dar como resultado una reducción del tamaño de las partículas; y

iii) eliminando continuamente el calor generado por las colisiones de las partículas, y enfriando la mezcla.

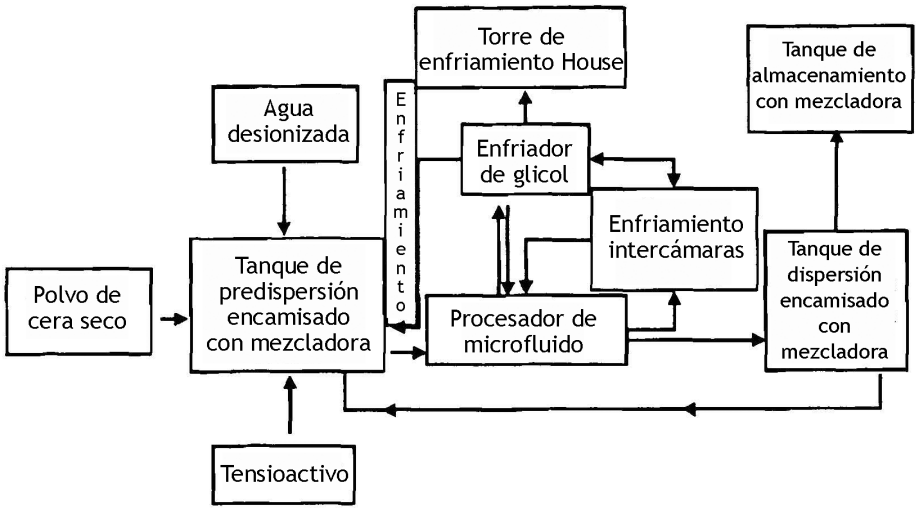

Torre de enfriamiento House
Tanque de almacenamiento con mezcladora
Agua desionizada
Enfriamiento
Enfriador de glicol
Enfriamiento intercámaras
Polvo de cera seco
Tanque de predispersión encamisado con mezcladora
Procesador de microfluido
Tanque de dispersión encamisado con mezcladora
Tensioactivo

FIG. 1

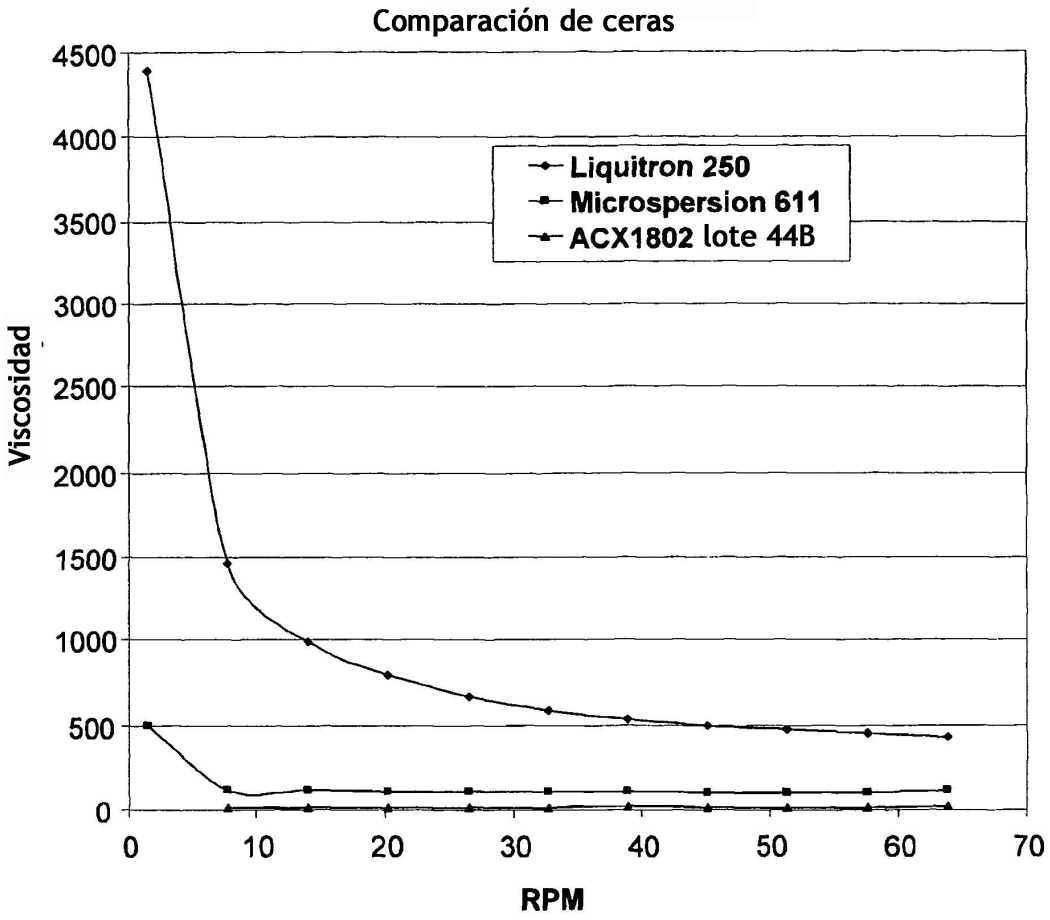

Comparación de ceras
Viscosidad
4500
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
0
0
10
20
30
40
50
60
70
RPM
Liquitron 250
Microspersion 611
ACX1802 lote 44B

FIG. 2

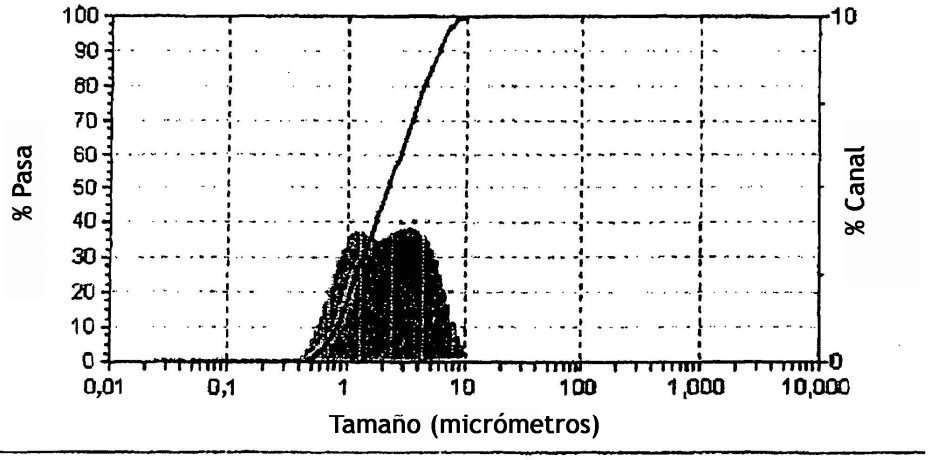
Distribución:	Volumen	Tiempo del experimento:	30 s	Fluido:	AGUA		
Progresión:	Geom 8 Root	Num. de exp.:	Media de 3	Índice de Ref. de Fluido:	1,333	Factor de carga:	0,008
Borde Superior (um):	1408	Partícula:	ACUMIST® B	Por encima de Residual:	0	Transmisión:	0,95
Borde inferior (um):	0,0215	Transparencia:	Transparente	Por debajo de Residual:	0	RMS Residual:	4,743%
Residuales:	Inhabilitado	Índice de Ref. de Part.:	1,55			Caudal:	30%
Num. de canal:	128	Forma de la Part.:	Irregular	ID de la Celda:	0226	Potencia Usónica:	40 Vatios
Modo de Análisis:	S3000					Tiempo Usónico:	120 s
Filtro:	Habilitado	Registro DB:	Estado Recalc. 553:		Original	Num. de Serie:	S3293
Ganancia de Análisis:	Defecto	Base de Datos: C:\Program Files\Microtrac FLEX 103.7\Databases\Micronized.MDB					

FIG. 3A

Tamaño	% de cambio	% Pasada	Tamaño (μm)	% de cambio	% Pasada	Tamaño (μm)	% de cambio	% Pasada	Tamaño (μm)	% de cambio	% Pasada
1408	0,00	100	74,00	0,00	100	3,89	3,79	74,44	0,2040	0,00	0,00
1291	0,00	100	67,86	0,00	100	3,57	3,83	70,65	0,1870	0,00	0,00
1184	0,00	100	62,23	0,00	100	3,27	3,82	66,82	0,1720	0,00	0,00
1086	0,00	100	57,06	0,00	100	2,999	3,80	63,00	0,1580	0,00	0,00
995,6	0,00	100	52,33	0,00	100	2,750	3,76	59,20	0,1450	0,00	0,00
913,0	0,00	100	47,98	0,00	100	2,522	3,68	55,44	0,1330	0,00	0,00
837,2	0,00	100	44,00	0,00	100	2,312	3,58	51,76	0,1220	0,00	0,00
767,7	0,00	100	40,35	0,00	100	2,121	3,52	48,18	0,1110	0,00	0,00
704,0	0,00	100	37,00	0,00	100	1,945	3,48	44,66	0,1020	0,00	0,00
645,6	0,00	100	33,93	0,00	100	1,783	3,50	41,18	0,0940	0,00	0,00
592,0	0,00	100	31,11	0,00	100	1,635	3,57	37,68	0,0860	0,00	0,00
542,9	0,00	100	28,53	0,00	100	1,499	3,64	34,11	0,0790	0,00	0,00
497,8	0,00	100	26,16	0,00	100	1,375	3,73	30,47	0,0720	0,00	0,00
456,5	0,00	100	23,99	0,00	100	1,261	3,75	26,74	0,0660	0,00	0,00
418,6	0,00	100	22,00	0,00	100	1,156	3,70	22,99	0,0610	0,00	0,00
383,9	0,00	100	20,17	0,00	100	1,060	3,53	19,29	0,0560	0,00	0,00
352,0	0,00	100	18,50	0,00	100	0,972	3,26	15,76	0,0510	0,00	0,00
322 8	0,00	100	16,96	0,00	100	0,892	2,93	12,50	0,0470	0,00	0,00
296,0	0,00	100	15,56	0,00	100	0,818	2,53	9,57	0,0430	0,00	0,00
271,4	0,00	100	14,27	0,00	100	0,750	2,10	7,04	0,0390	0,00	0,00
248,9	0,00	100	13,08	0,00	100	0,688	1,67	4,94	0,0360	0,00	0,00
228,2	0,00	100	12,00	0,00	100	0,630	1,27	3,27	0,0330	0,00	0,00
209,3	0,00	100	11,00	0,20	100	0,578	0,88	2,00	0,0300	0,00	0,00
191,9	0,00	100	10,09	0,43	99,80	0,530	0,59	1,12	0,0279	0,00	0,00
176,0	0,00	100	9,25	0,75	9931	0,486	035	0,53	0,0255	0,00	0,00
161,4	0,00	100	8,48	1,14	98,62	0,446	0,18	0,18	0,0234	0,00	0,00
148,0	0,00	100	7,78	1,61	97,48	0,409	0,00	0,00			
135,7	0,00	100	7,13	2,07	95,87	0,375	0,00	0,00			
124,5	0,00	100	6,54	2,51	93,80	0,344	0,00	0,00			
114,1	0,00	100	6,00	2,89	91,29	0,315	0,00	0,00			
104,7	0,00	100	5,50	3,19	88,40	0,289	0,00	0,00			
95,96	0,00	100	5,04	3,44	85,21	0,265	0,00	0,00			
88,00	0,00	100	4,62	3,61	81,77	0,243	0,00	0,00			
80,70	0,00	100	4,24	3,72	78,16	0,223	0,00	0,00			

FIG. 3B

- Análisis del tamaño de las partículas -						
ACUMIST® B12 en agua						
Apartado de datos	Valor	% Acumulación	Tamaño (μm)	Dia (μm)	Vol %	Anchura
MV (μm):	2,813	10%	0,829	3,02	73,3	3,81
MN (μm):	0,854	20%	1,078	0,913	26,7	0.48
MA (μm):	1,699	30%	1,360			
CS:	3,53	40%	1,732			
SD:	1,956	50%	2,216			
Mz:	2,695	60%	2,802			
SDg:	1,914	70%	3,52	Nombre UDef		Dato UDef
Ski:	0,436	80%	4,43			
Kg:	1,047	90%	5,76			
		95%	6,86			



40%B12/2%OTNV/agua

muestra de 0,5 ml, 60ml 1%OTNV/agua

Advertencias = NINGUNA

FIG. 3C