

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 424 968**

51 Int. Cl.:

C08F 265/00 (2006.01)
C08F 265/04 (2006.01)
C08F 265/06 (2006.01)
C08F 265/02 (2006.01)
C08F 257/02 (2006.01)
C08F 283/10 (2006.01)
C09D 151/00 (2006.01)
C08L 51/00 (2006.01)
C08F 2/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.04.2007 E 07007149 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.05.2013 EP 1978043**

54 Título: **Procedimiento para la producción de dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.10.2013

73 Titular/es:

**COATINGS FOREIGN IP CO. LLC (100.0%)
The Corporation Trust Company, Corporation
Trust Center, 1209 Orange Street
Wilmington, DE 19801, US**

72 Inventor/es:

**RENKES, TANJA;
TESSARI, FRANK y
BARRERE, MATTHIEU**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 424 968 T3

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

Procedimiento para la producción de dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere al uso de una composición acuosa de revestimiento como capa base, de soporte acuoso, en un procedimiento para la producción de revestimientos de dos capas, capa base/capa transparente, en el que dicha composición acuosa de revestimiento se produce usando como aglomerante una dispersión acuosa aglomerante de látex, y a un procedimiento para la producción de dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex.

Antecedentes de invención

10 El documento WO 2006/118974 describe dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex que son particularmente adecuadas como aglomerantes en capas base de soporte acuoso. Las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex se producen mediante polimerización en emulsión, en múltiples etapas; se copolimerizan monómeros olefinicamente poliinsaturados en todas las etapas de la polimerización en emulsión, y monómeros olefinicamente monoinsaturados con grupos ácido se copolimerizan en la primera etapa de la polimerización en emulsión. Después de la conclusión de la primera etapa de polimerización en emulsión, los grupos ácido se neutralizan.

20 Sorprendentemente, se puede mejorar la pureza del color de las composiciones de revestimiento pigmentadas, formuladas con las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex descritas en el documento WO 2006/118974, y de los revestimientos aplicados a partir de dichas composiciones de revestimiento si, como comonomeros, se usan monómeros con funcionalidad epoxidica, olefinicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres, en al menos una de las mezclas de monómeros empleada durante la preparación de las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex. Por ejemplo, en el caso de tonalidades de colores no cromáticos, tales como blanco o como tonalidades de color metálico-plateado, una pureza de color mejorada significa que las tonalidades de color muestran menos matices. El efecto de mostrar menos matices puede ser percibido por el ojo humano y también puede ser determinado colorimétricamente; los colores están más próximos al eje L*, es decir los valores absolutos de a* y/o b* son más pequeños (luminosidad L*, valor a* de la posición rojo-verde, y valor b* de la posición amarillo-azul, según el sistema CIELab, véase DIN 6174). En el caso de colores negros sólidos (tonalidades de color con un único tono de negro), así como con los colores de efecto negro (tonalidades de color negro que tienen un contenido de pigmento que comprende al menos un pigmento que imparte un efecto especial), pureza de color mejorada significa que esas tonalidades de color muestran menos tonalidad amarillenta o un denominado grado de oscuridad (grado de negrura) superior. Además, en el caso de tonalidades coloreadas, en particular tonalidades de efecto coloreado, tales como tonalidades de efecto coloreado que tienen contenidos de pigmentos que comprenden pigmentos con efectos especiales (pigmentos metálicos, pigmentos de mica, etc.), pureza de color mejorada significa una superior cromacidad C* (cromacidad C* según el sistema CIELab, véase DIN 6174), que también puede ser percibida por el ojo humano.

35 El documento EP 1431324 describe composiciones de revestimiento que comprenden polímeros en emulsión acuosa en múltiples etapas y su procedimiento de preparación.

40 La capacidad de colorear se puede mejorar con las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex, según la invención. En otras palabras, si se usan las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex según la invención, se hace posible un mejor acceso a las tonalidades de color que eran difíciles o incluso imposible de conseguir al formular composiciones acuosas de revestimiento con las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex descritas en el documento WO 2006/118974.

Resumen de la invención

45 La invención se refiere al uso de una composición acuosa de revestimiento como capa base de soporte acuoso en un procedimiento para la producción de revestimientos de dos capas, capa base/capa transparente, en la que dicha composición acuosa de revestimiento se produce usando una dispersión acuosa aglomerante de látex, y un procedimiento para la producción de dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex mediante polimerización en emulsión en múltiples etapas, en fase acuosa, que comprende los sucesivos pasos:

50 1) polimerización por radicales libres de una mezcla A de monómeros olefinicamente insaturados, polimerizables por radicales libres, que comprenden al menos un monómero olefinicamente monoinsaturado, con al menos un grupo ácido en una proporción que corresponde a un índice de acidez de la mezcla A de 10 a 100 mg de KOH/g y 0,5 a 5% en peso de al menos un monómero olefinicamente poliinsaturado, en la fase acuosa,

2) neutralización de los grupos ácido del polímero formado en el paso 1) del procedimiento, y

55 3) polimerización por radicales libres de al menos una mezcla B de monómeros olefinicamente insaturados, polimerizables por radicales libres, que comprenden al menos un monómero olefinicamente monoinsaturado,

5 con al menos un grupo ácido en una proporción que corresponde a un índice de acidez de la mezcla B, o de cada una de las mezclas B, de 0 a por debajo de 5 mg de KOH/g; al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado, con al menos un grupo hidroxilo en una proporción que corresponde a un índice de hidroxilo de la mezcla B, o de cada una de las mezclas B, de 0 a por debajo de 5 mg de KOH/g, y al menos un monómero olefínicamente poliinsaturado, en una proporción de 0,5 a 5% en peso con respecto a la mezcla B, o cada una de las mezclas B, en presencia del producto obtenido en el paso 2) del procedimiento,

10 en la que la mezcla A y/o al menos una mezcla B comprenden al menos un monómero con funcionalidad epoxídica, olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, en una proporción total de 2 a 20% en peso, con respecto a la suma de los pesos de las mezclas A y B, en las que la relación en peso de la mezcla A respecto a al menos una mezcla B es de 15:85 a 85:15, y en la que la neutralización en el paso 2) del procedimiento no comienza hasta que al menos el 90% en peso de los monómeros de la mezcla A se ha polimerizado hasta el final.

15 Por "dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex", se entiende polímeros en emulsiones dispersas en agua, es decir partículas de polímeros dispersas en agua, preparadas polimerizando en emulsión de monómeros olefínicamente insaturados, polimerizables por radicales libres, pudiendo usarse dichos polímeros en emulsión como aglomerantes formadores de películas en composiciones de revestimiento con soporte acuoso, en particular capas base de soporte acuoso para acabados del tipo capa base/capa transparente.

Descripción detallada de las realizaciones

20 En la descripción y en las reivindicaciones se usa el término "temperatura de transición vítrea calculada". Se refiere a la temperatura (T_g) de transición vítrea calculada según la bien conocida ecuación de Fox (véase, por ejemplo, T. Brock, M. Grotklaes y P. Mischke, European Coatings Handbook, 2000, Curt R. Vincentz Verlag, Hannover, páginas 43 – 44; véanse los valores T_g para homopolímeros en, por ejemplo, Polymer Handbook, 3ª Edición, 1989, J. Wiley & Sons, New York, página VI-209 y las siguientes).

25 Las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex se producen mediante polimerización en emulsión en múltiples etapas, preferiblemente en dos etapas, es decir, las mezclas A y B de monómeros olefínicamente insaturados que se van a polimerizar por radicales libres, se polimerizan bajo polimerización por radicales libres realizada en una emulsión acuosa, es decir usando uno o más agentes emulsionantes y con la adición de uno o más iniciadores que son disociables térmicamente en radicales libres. Con el fin de asegurar la formación de una estructura reticulada, o incluso en forma de gel, en los productos poliméricos formados en cada etapa de la polimerización en emulsión, los monómeros olefínicamente poliinsaturados se usan y se copolimerizan en cada etapa de la polimerización en emulsión. La duración de la polimerización en emulsión (tiempo empleado en la aportación de mezclas A y B en la carga acuosa inicial más la duración de la operación de neutralización del paso 2) del procedimiento, más la duración de la fase posterior a la polimerización es, por ejemplo, de 1 a 10 horas. La temperatura de polimerización en la fase acuosa es, por ejemplo, de 50 a 90°C.

35 Los agentes emulsionantes se usan en una cantidad total de, por ejemplo, 0,1 a 3% en peso, respecto a la suma de los pesos de las mezclas A y B, y se pueden introducir inicialmente y/o añadirse como un componente de las mezclas A y B y/o añadirse en paralelo a la distribución de las mezclas A y B. Ejemplos de agentes emulsionantes que se pueden usar son los agentes emulsionantes catiónicos, aniónicos y no iónicos convencionales que se pueden usar en el contexto de la polimerización en emulsión, tal como, por ejemplo, cloruro de cetiltrimetilamonio, bromuro de bencildodecildimetilamonio, dodecil-sulfato de sodio, dodecibencenosulfonato de sodio, polietilenglicol-monolauril-éter. Se debe tener cuidado en asegurar que los agentes emulsionantes catiónicos y aniónicos no se usan uno con el otro.

45 El iniciador, o iniciadores, que son disociables térmicamente en radicales libres (iniciadores de radicales libres) se usan en una cantidad total de, por ejemplo, 0,02 a 2% en peso, respecto a la suma de los pesos de las mezclas A y B, y se pueden añadir al mismo tiempo de la distribución de las mezclas A y B. El iniciador, o iniciadores, de radicales libres solubles en agua, se pueden añadir como tales, como un componente de las mezclas A y B, pero en particular como una solución acuosa. Una proporción de los iniciadores de radicales libres puede, sin embargo, introducirse inicialmente y/o añadirse una vez que se ha completado la adición de los monómeros. También es posible añadir los iniciadores completamente, antes de la distribución de las mezclas A y B. Los iniciadores de radicales libres son, preferiblemente, solubles en agua. Ejemplos de iniciadores libres que se pueden usar son el peróxido de hidrógeno, peroxodisulfatos tales como peroxodisulfato de sodio, de potasio y de amonio, sales de amonio de 4,4'-azobis(ácido 4-cianopentanoico); 2,2'-azobis(2-metil-N-1,1-bis(hidroximetil)etil)propionamida, 2,2'-azobis(2-metil-N-2-hidroxietil)propionamida, así como sistemas iniciadores redox conocidos por los expertos en la técnica, tales como peróxido de hidrógeno/ácido ascórbico opcionalmente junto con sales metálicas catalíticas tales como sales de hierro, de cobre o de cromo.

55 Las mezclas A y B de monómeros que se van a polimerizar por radicales libres según los pasos 1) y 3) del procedimiento se distribuyen, es decir se añaden, como es habitual en las polimerizaciones en emulsión, en una carga acuosa inicial, que ya se ha ajustado a la temperatura de polimerización. Los pasos 1) y 3) del procedimiento comprenden consecutivamente la distribución de las mezclas A y B, y empiezan al comenzar distribución particular. Las mezclas A y B se distribuyen una después de la otra según los pasos sucesivos 1) y 3) del procedimiento, en el

que la distribución de una o más mezclas B empieza con el paso 3) del procedimiento, pero en los primeros momentos después de la conclusión del paso 2) de procedimiento, es decir, en los primeros momentos una vez que al menos el 90% en peso de los monómeros de la mezcla A se ha polimerizado hasta el final y se ha realizado la neutralización según el paso 2) del procedimiento. Se puede determinar fácilmente la cantidad de polimerización que se ha producido hasta su conclusión, determinando el contenido de sólidos. La distribución de al menos una mezcla B en la carga acuosa inicial puede, de ese modo, comenzar en los primeros momentos después de la distribución del 80% de la mezcla A y la posterior adición del agente neutralizante en el paso 2) del procedimiento, que corresponde al caso de una tasa muy alta de polimerización con una conversión de polimerización del 100% virtualmente instantánea. En general, sin embargo, la mezcla A) se distribuye inicialmente en su totalidad durante el paso 1) del procedimiento, después de lo cual se añade el agente neutralizante en el paso 2) del procedimiento, una vez que los monómeros de la mezcla A) se han polimerizado al menos en el 90%, preferiblemente de forma completa, y únicamente después de eso, durante el paso 3) del procedimiento, se distribuye al menos una mezcla B.

Los grupos ácido del polímero obtenidos en el paso del procedimiento, se neutralizan usando agentes neutralizantes básicos, tales como amoníaco y, en particular, aminas y/o aminoalcoholes tales como, por ejemplo, trietilamina, dimetilisopropilamina, dimetiletanolamina, dimetilisopropanolamina y 2-amino-2-metil-1-propanol.

Los agentes neutralizantes básicos se añaden según un grado de neutralización de, por ejemplo, el 10 al 100%. Un grado de neutralización del 100% corresponde aquí a una neutralización estequiométrica de cada grupo ácido en el polímero que surge de la mezcla A. Por ejemplo, el grado de neutralización se selecciona dependiendo del contenido de sólidos de la dispersión acuosa aglomerante de látex obtenido después de la conclusión del procedimiento según la invención y también es dependiente del índice de acidez de la mezcla A. Se selecciona un bajo grado de neutralización en el caso índices de acidez elevados y un contenido elevado de sólidos y viceversa.

El término "mezcla" usado en relación con las mezclas A y B no excluye distribuciones por separado de los monómeros concretos, es decir los monómeros se pueden distribuir también individualmente o como dos o más mezclas diferentes de únicamente algunos de los monómeros. Se prefiere, sin embargo, distribuir mezclas reales de A y B. Las mezclas A y B también se pueden distribuir en forma de pre-emulsiones.

La relación en peso de la mezcla A respecto a, al menos, una mezcla B es de 15:85 a 85:15.

La mezcla A comprende al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con al menos un grupo ácido en una proporción que corresponde a un índice de acidez de la mezcla A de 10 a 100 mg de KOH/g, por ejemplo una proporción, en % en peso, por encima del 1 al 20% en peso, en particular por encima del 1 al 10% en peso de, al menos un, monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con, al menos, un grupo ácido.

Ejemplos de monómeros olefínicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres, con al menos un grupo ácido son, en particular, monómeros olefínicamente monoinsaturados que contienen grupos carboxilo, tales como, por ejemplo, los ácidos (met)acrílico, itacónico, crotónico, isocrotónico, aconítico, maleico y fumárico, semiésteres del ácido maleico y del ácido fumárico y ésteres carboxialquílicos del ácido (met)acrílico, por ejemplo, acrilato de beta-carboxietilo y aductos de (met)acrilatos de hidroxialquilo con anhídridos carboxílicos tales como, por ejemplo, el éster mono-2-(met)acriloiloxietílico del ácido ftálico. Se prefiere el ácido (met)acrílico.

El término "(met)acrílico" se usa en la presente descripción y en las reivindicaciones. Esto significa acrílico y/o metacrílico.

La mezcla A comprende además 0,5 a 5% en peso, preferiblemente 0,5 a 3% en peso de al menos un monómero olefínicamente poliinsaturado, polimerizable por radicales libres.

Ejemplos de monómeros olefínicamente poliinsaturados, polimerizables por radicales libres, son divinilbenceno, di(met)acrilato de hexanodiol, di(met)acrilato de etilen- y propilenglicol, di(met)acrilato de 1,3- y 1,4-butanodiol, (met)acrilato de vinilo, (met)acrilato de alilo, ftalato de dialilo, tri(met)acrilato de glicerol, tri(met)acrilato de trimetilolpropano, tetra(met)acrilato de pentaeritritol, di(met)acrilato de di- y tripropilenglicol, hexametileno-bis(met)acrilamida. Ejemplos adicionales son compuestos que se pueden producir mediante una condensación o, preferiblemente, mediante una reacción de adición de compuestos complementarios que, en cada caso, además de uno o más dobles enlaces olefínicos, comprenden uno más grupos funcionales adicionales por molécula. Los grupos adicionales de los compuestos complementarios individuales comprenden pares de grupos reactivos mutuamente complementarios, en particular grupos que son capaces de reaccionar uno con el otro con el fin de una posible reacción de condensación o de adición.

Ejemplos de monómeros olefínicamente poliinsaturados, polimerizables por radicales libres, producidos por una reacción de condensación, son productos de reacción formados a partir de monómeros (met)acrílicos con funcionalidad de alcoxisilano, después de una hidrólisis con eliminación de alcohol y formación de puentes de siloxano. Los ejemplos adicionales son productos de reacción formados a partir de (met)acrilatos de hidroxialquilo e isocianatos olefínicamente insaturados bloqueados sobre el grupo isocianato, tal como (met)acrilato de isocianatoalquilo o isocianato de m-isopropenil-alfa,alfa-dimetilbencilo con eliminación del agente de bloqueo y formación de grupos uretano.

Ejemplos de monómeros olefinicamente poliinsaturados, polimerizables por radicales libres, producidos por una reacción de adición, son productos de reacción formados a partir de (met)acrilatos de hidroxialquilo y de isocianatos olefinicamente insaturados, tales como (met)acrilato de isocianatoalquilo o isocianato de m-isopropenil-alfa,alfadimetilbencilo con formación de un grupo uretano o productos de reacción formados por la adición, con apertura de anillo, del grupo epoxidico de compuestos epoxidicos insaturados al grupo carboxílico de un ácido insaturado con formación de un grupo éster y un grupo hidroxilo, tal como, por ejemplo, el producto de adición formado a partir de (met)acrilato de glicidilo y ácido (met)acrílico.

Aparte del al menos un monómero olefinicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con al menos un grupo ácido, y del al menos un monómero olefinicamente poliinsaturado, polimerizable por radicales libres, la mezcla comprende también uno o más monómeros adicionales olefinicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres. Estos pueden comprender grupos funcionales o pueden no tener grupos funcionales, y también se pueden usar en combinación.

Ejemplos de monómeros olefinicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres, sin grupos funcionales que se puedan usar en la mezcla A, son compuestos aromáticos monovinílicos, tales como estireno, viniltolueno; éteres vinílicos y ésteres vinílicos, tales como acetato de vinilo, versatato de vinilo; ésteres de dialquilo de los ácidos maleico, fumárico, tetrahidroftálico; pero en particular (met)acrilatos de (ciclo)alquilo, tales como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de propilo, (met)acrilato de butilo, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de terc-butilo, (met)acrilato de hexilo, (met)acrilato de ciclohexilo, (met)acrilato de etilhexilo, (met)acrilato de decilo, (met)acrilato de dodecilo, (met)acrilato de hexadecilo, (met)acrilato de laurilo, (met)acrilato de isobornilo.

Ejemplos de monómeros olefinicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres, con grupos funcionales que se puedan usar en la mezcla A son, en particular, monómeros olefinicamente monoinsaturados con al menos un grupo hidroxilo, tal como el alcohol alílico, pero en particular (met)acrilatos de hidroxialquilo tales como, por ejemplo, (met)acrilato de hidroxietilo, y los (met)acrilatos de hidroxipropilo y (met)acrilatos de hidroxibutilo isómeros con respecto a la posición de grupo hidroxilo. Más ejemplos son el mono(met)acrilato de glicerol, aductos del ácido (met)acrílico sobre monoepóxidos, tales como, por ejemplo, éster glicídico del ácido versático y aductos de (met)acrilato de glicidilo sobre ácidos monocarboxílicos tales como, por ejemplo, ácido acético o ácido propiónico.

Si una mezcla A comprende al menos un monómero olefinicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con al menos un grupo hidroxilo, lo cual puede ser ventajoso, su proporción en la mezcla A se encuentra en el intervalo que corresponde a un índice de hidroxilo de la mezcla A por debajo de 60 mg de KOH/g, en particular de 5 a 30 mg de KOH/g.

La descripción y las reivindicaciones hacen mención de al menos una mezcla B. Si se usa más de una mezcla B, estas se pueden distribuir simultáneamente o de forma sucesiva. Preferiblemente, se usa solamente una única mezcla B, en cuyo caso el procedimiento según la invención es una polimerización en emulsión, en dos etapas, en la que la mezcla A se polimeriza en el paso 1) del procedimiento, y la mezcla B se polimeriza en el paso 3) del procedimiento.

Preferiblemente, sólo una, o en el caso de dos o más mezclas B, cada una de las mezclas B comprende al menos un monómero olefinicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con al menos un grupo ácido en una proporción que corresponde a un índice de acidez de la mezcla de 0 a por debajo de 5 mg de KOH/g, al menos un monómero olefinicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con al menos un grupo hidroxilo en una proporción que corresponde a un índice de hidroxilo de la mezcla de 0 a por debajo de 5 mg de KOH/g, y 0,5 a 5% en peso, preferiblemente 0,5 a 3% en peso, de al menos un monómero olefinicamente poliinsaturado, polimerizable por radicales libres. La mezcla B, o las mezclas B, preferiblemente no comprenden ni monómeros olefinicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres, con al menos un grupo ácido, ni monómeros olefinicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres, con al menos un grupo hidroxilo.

Ejemplos de monómeros olefinicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres, con al menos un grupo ácido, o con al menos un grupo hidroxilo, y de monómeros olefinicamente poliinsaturados, polimerizables por radicales libres, son los mismos que los descritos en relación con la mezcla A.

Aparte del, al menos un, monómero olefinicamente poliinsaturado, polimerizable por radicales libres, y el posible, pero preferiblemente ausente, monómero olefinicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con al menos un grupo ácido o con al menos un grupo hidroxilo, la, al menos una, mezcla B comprende al menos un monómero olefinicamente monoinsaturado adicional, polimerizable por radicales libres, sin grupos funcionales. Ejemplos de tales monómeros olefinicamente monoinsaturados, sin grupos funcionales, polimerizables por radicales libres, son los mismos que los descritos en relación con la mezcla A.

La mezcla A o la, al menos una, mezcla B, o la mezcla A y la, al menos una, mezcla B, comprenden al menos un monómero olefinicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con funcionalidad epoxidica, en una proporción total del 2 al 20% en peso, respecto a la suma de los pesos de las mezclas A y B. Ejemplos de monómeros olefinicamente monoinsaturados, polimerizables por radicales libres, con al menos un grupo epóxido

son (met)acrilato de glicidilo, metalil-glicidil-éter, 3,4-epoxi-1-vinilciclohexano, (met)acrilato de epoxiciclohexilo, vinilglicidil-éter. Se prefiere el (met)acrilato de glicidilo.

5 En una realización preferida según la invención, la mezcla A o la, al menos una, mezcla B, o la mezcla A y la, al menos una, mezcla B comprenden un monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, que tiene al menos un resto de hidrocarburo aromático en la molécula (de aquí en adelante denominado también "monómero aromático" a efectos de brevedad). El, al menos un, monómero aromático constituye del 10 al 50% en peso de la suma de los pesos de las mezclas A y B. Ejemplos de monómeros aromáticos que se pueden usar comprenden (met)acrilato de bencilo, (met)acrilato de 2-benciletilo y monómeros aromáticos monovinílicos tales como alfa-metil-estireno, t-butil-estireno, vinil-tolueno y estireno. Se prefiere el estireno.

10 En una segunda realización preferida según la invención, la composición del monómero de las mezclas A y B se selecciona de manera tal que la temperatura de transición vítrea (T_g) calculada de un copolímero compuesto de una combinación de únicamente los monómeros olefínicamente monoinsaturados de las mezclas A y B está en el intervalo de 30 a 100°C.

15 En una tercera realización preferida según la invención, se combinan las características de la primera y de la segunda realización según la invención. La composición de los monómeros de las mezclas A y B se selecciona de manera tal que la temperatura de transición vítrea (T_g) calculada de un copolímero compuesto de una combinación de únicamente los monómeros olefínicamente monoinsaturados de las mezclas A y B, está en el intervalo de 30 a 100°C, mientras que al mismo tiempo la mezcla A o la al menos una mezcla B, o la mezcla A y la al menos una mezcla B, comprenden al menos un monómero aromático en una proporción total de 10 a 50% en peso, respecto a la suma de los pesos de las mezclas A y B.

La invención permite la producción de dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex, con contenidos de sólidos de, por ejemplo, 30 a 60% en peso.

25 Es posible usar las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex, según la invención, para formular composiciones acuosas de revestimiento que se distinguen por unas propiedades reológicas concretas. En la práctica, las composiciones acuosas de revestimiento se distinguen por sus excelentes propiedades de desprendimiento, es decir por una baja tendencia a desprenderse. Si las composiciones acuosas de revestimiento son composiciones de revestimiento que contienen pigmentos con efectos especiales (pigmentos con efecto de escamas), estas composiciones se distinguen por un excelente desarrollo del efecto especial (excelente orientación de las escamas), por ejemplo, un excelente efecto metálico. La total, o virtualmente total, ausencia de tendencia hacia el moteado (formación de manchas) es notable. Comparado con las composiciones acuosas de revestimiento como las descritas en el documento WO 2006/118974, las composiciones acuosas de revestimiento que comprenden las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex, según la invención, exhiben una pureza de color mejorada. Lo mismo es verdad con respecto a los revestimientos aplicados a partir de las composiciones acuosas de revestimiento. Dicha mejora de la pureza del color es incluso más intensa si se usan las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex, preparadas según una realización preferida de la invención como aglomerantes al formular composiciones acuosas pigmentadas de revestimiento.

Por ejemplo, se pueden formular capas base de soporte acuoso adecuadas para la producción de revestimientos de dos capas, capa base/capa transparente, con las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex según la invención.

40 Las capas base de soporte acuoso se producen mezclando pigmentos con las dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex según la invención y con los siguientes componentes opcionales en cada caso: aglomerantes adicionales, agentes reticulantes, cargas (modificadores de la viscosidad), aditivos convencionales de revestimientos y disolventes orgánicos.

45 Las capas base, de soporte acuoso, tienen contenidos de sólidos de, por ejemplo, 10 a 45% en peso, preferiblemente 15 a 35% en peso. La relación, en peso, de contenido de pigmento respecto al contenido de sólidos resinosos es, por ejemplo, de 0,05:1 a 2:1; para capas base de soporte acuoso de efectos especiales es, por ejemplo, preferiblemente 0,06:1 a 0,6:1; para capas base de soporte acuoso de color sólido (un único tono) es, preferiblemente, superior a, por ejemplo, 0,06:1 a 2:1, en cada caso con respecto al peso de sólidos. Aparte del agua, al menos un pigmento, el contenido de sólidos resinosos, que comprende al menos un aglomerante introducido mediante una dispersión acuosa aglomerante de látex según la invención, opcionalmente uno o más aglomerantes adicionales diferentes y, opcionalmente, uno o más agentes reticulantes, opcionalmente una o más cargas y, opcionalmente, uno o más disolventes orgánicos, las capas base de soporte acuoso, en general, comprenden también uno o más aditivos de revestimiento convencionales. El al menos un aglomerante introducido por una dispersión acuosa aglomerante de látex según la invención y los aglomerantes opcionales adicionales diferentes forman el contenido de sólidos aglomerantes. La expresión "opcionalmente aglomerantes adicionales diferentes" incluye no solo resinas aglomerantes sino también resinas para dispersar pigmentos. El aglomerante introducido por una dispersión acuosa aglomerante de látex según la invención puede ser el aglomerante solo. Si, además del, al menos un, aglomerante introducido mediante la dispersión acuosa aglomerante de látex según la

invención, hay presentes también otros aglomerantes adicionales, cuya proporción en el contenido de sólidos aglomerantes es, por ejemplo, del 20 al 80% en peso.

5 Ejemplos de aglomerantes distintos de los aglomerantes introducidos por una dispersión acuosa aglomerante de látex según la invención son los aglomerantes convencionales que se diluyen en agua y que forman películas, que resultan familiares para los expertos en la técnica, tal como las resinas de poliéster que se diluyen en agua, resinas de copolímero (met)acrílico que se diluye en agua o híbridos de copolímeros de poliéster/(met)acrílico que se diluyen en agua y resinas de poliuretano que se diluyen en agua, o híbridos de copolímeros de poliuretano/(met)acrílico. Pueden ser resinas reactivas o no funcionales.

10 Las capas base de soporte acuoso se pueden secar ellas mismas (secado físico), reticular ellas mismas o reticular con algún medio externo. Por consiguiente, las capas base de soporte acuoso pueden comprender agentes reticulantes tales como, por ejemplo, poliisocianatos libres o bloqueados o amino-resinas, por ejemplo resinas de melanina. La selección de los agentes reticulantes opcionalmente usados depende del tipo de grupos que se pueden reticular en los aglomerantes y resulta familiar para los expertos en la técnica. Los agentes reticulantes se puede usar individualmente o en combinación. La relación de mezcla de los sólidos del agente reticulante respecto a los
15 sólidos del aglomerante asciende a, por ejemplo, de 10:90 a 40:60, preferiblemente 20:80 a 30:70.

Las capas base de soporte acuoso comprenden pigmentos convencionales de revestimiento, por ejemplo, pigmentos con efectos especiales y/o pigmentos seleccionados entre pigmentos blancos, negros y coloreados.

20 Ejemplos de pigmentos con efectos especiales son pigmentos convencionales que imparten a un revestimiento un color y/o una caída de la claridad dependiendo del ángulo de observación, tal como pigmentos metálicos, por ejemplo, hechos de aluminio, cobre u otros metales, pigmentos para interferencias tales como, por ejemplo, pigmentos metálicos revestidos con óxido de metal, por ejemplo aluminio revestido con óxido de hierro, mica revestida tal como, por ejemplo, mica revestida con dióxido de titanio, pigmentos que producen un efecto de grafito, pigmentos de óxido de hierro en forma de escamas, cristal líquido, pigmentos de óxido de aluminio revestido, pigmentos de dióxido de silicio revestido.

25 Ejemplos de pigmentos blancos, negros y coloreados son los pigmentos orgánicos e inorgánicos convencionales conocidos por los expertos en la técnica, tal como, por ejemplo, pigmentos de dióxido de titanio, de óxido de hierro, negro de carbono pigmentos azoicos, pigmentos de ftalocianina, pigmentos de quinacridona, pigmentos de pirrolopirrol, pigmentos de perileno.

30 Las capas base de soporte acuoso pueden comprender también cargas, por ejemplo, en proporciones de 0 a 30% en peso respecto al contenido de sólidos de la resina. Las cargas no constituyen parte del contenido de pigmentos. Son ejemplos el sulfato de bario, caolín, talco, dióxido de silicio, los silicatos estratificados.

35 Los pigmentos con efectos especiales se introducen, en general, inicialmente en forma de una pasta acuosa o no acuosa comercial convencional, opcionalmente combinada, preferiblemente, con disolventes orgánicos que se pueden diluir en agua y aditivos, y luego se mezclan con el aglomerante acuoso. Los pigmentos pulverulentos con efectos especiales se pueden tratar en primer lugar, preferiblemente, con disolventes orgánicos que se pueden diluir en agua y con aditivos para producir una pasta.

40 Los pigmentos blancos, negros y coloreados, y/o las cargas pueden, por ejemplo, dispersarse en una proporción del aglomerante acuoso. La dispersión puede, preferiblemente, tener lugar en una resina especial en forma de pasta que se puede diluir en agua. La formulación se completa luego con la proporción restante del aglomerante acuoso o de la resina en forma de pasta acuosa.

Las capas base de soporte acuoso pueden comprender aditivos de revestimientos convencionales en cantidades convencionales, por ejemplo, de 0,1 a 5% en peso, respecto a su contenido en sólidos. Son ejemplos los agentes neutralizantes, agentes antiespumantes, agentes humectantes, promotores de la adherencia, catalizadores, agentes niveladores, agentes contra la formación de cráteres, espesantes y estabilizantes frente a la luz.

45 Las capas base de soporte acuoso pueden comprender disolventes convencionales para revestimientos, por ejemplo, en una proporción de, preferiblemente, menos del 20% en peso, en particular, preferiblemente menos del 15% en peso. Hay disolventes convencionales para revestimientos, que se pueden originar, por ejemplo, a partir de la producción de los aglomerantes o añadirse por separado. Ejemplos de tales disolventes son alcoholes mono- y polihidroxílicos, por ejemplo propanol, butanol, hexanol; éteres o ésteres glicólicos, por ejemplo dietilenglicol-
50 dialquil-éter, dipropilenglicol-dialquil-éter, en cada caso con alquilos C1-6, etoxipropanol, etilenglicol-monobutil-éter; glicoles, por ejemplo etilenglicol, propilenglicol y sus oligómeros; N-alquilpirrolidonas, tales como, por ejemplo, N-metilpirrolidona; cetonas tales como, metil-etil-cetona, acetona, ciclohexanona e hidrocarburos aromáticos y alifáticos.

55 Las capas base de soporte acuoso se pueden usar para la producción de la capa de revestimiento que imparte color y/o un efecto especial dentro de un revestimiento de dos capas, capa base/capa transparente. Las capas base de soporte acuoso se pueden aplicar mediante métodos convencionales. Preferiblemente, se aplican por rociado hasta dar un espesor de película de, por ejemplo, 8 a 40µm; para capas base de soporte acuoso con un efecto especial,

5 el espesor de película es, por ejemplo, de 8 a 25 μm, mientras que para capas base de soporte acuoso de colores sólidos es preferiblemente superior, por ejemplo, 10 a 40 μm. La aplicación, preferiblemente, transcurre mediante el procedimiento de aplicar una capa antes de que seque la anterior, es decir, después de una fase de vaporización, por ejemplo, de 20 a 80°C, las capas base de soporte acuoso se recubren con una capa transparente hasta dar un espesor de película seca de, preferiblemente, 30 a 60 μm, y se seca o se reticula junto con la última a temperaturas de, por ejemplo, 20 a 150°C. Las condiciones de secado están determinadas por el sistema de capa transparente usado. Se prefieren, por ejemplo, temperaturas de 20 a 80°C a efectos de reparación. Para fines de revestimiento con producción en masa, se prefieren temperaturas por encima de 100°C, por ejemplo, por encima de 110°C.

10 Todas las capas transparentes conocidas son, en principio, adecuadas como capa transparente. Las capas transparentes que se pueden usar aquí son capas transparentes de un componente (1 paquete) o de dos componentes (2 paquetes), que contienen ambas disolvente, capas transparentes en 1 paquete o en 2 paquetes que se pueden diluir en agua, capas transparentes en forma de polvos, o suspensiones acuosas transparentes de polvos.

15 Los revestimientos multicapas producidos de esta manera se pueden aplicar sobre diversos tipos de sustrato. Los sustratos son, generalmente, de metal o de plástico. Estos, con frecuencia, están pre-revestidos, es decir los sustratos de plástico se pueden facilitar, por ejemplo, con una imprimación de plástico, los sustratos metálicos generalmente tienen una imprimación aplicada por electroforesis y, opcionalmente además, una o más capas adicionales de revestimiento, tal como, por ejemplo, una capa de imprimación para cubrir defectos (capa de carga). Estas capas, en general, están curadas.

20 Los revestimientos multicapas obtenidos con capas base de soporte acuoso cumplen los requisitos convencionales de hoy día, establecidos para los revestimientos en automóviles. Las capas base de soporte acuoso son, por consiguiente, adecuados para revestimientos originales y para reparación de vehículos, pero también se pueden usar, sin embargo, en otros sectores, por ejemplo revestimiento de plásticos, en particular revestimiento de partes de vehículos.

25 **Ejemplos**

Ejemplos 1 – 7 (Preparación de dispersiones acuosas aglomerantes de materiales de látex).

30 Se cargó un reactor con 688 partes en peso de agua desionizada y 16 partes en peso de Rhodapex EST30 (agente tensioactivo aniónico que se puede conseguir de Rhodia; en agua al 30% en peso). La carga de agua y de agente tensioactivo se calentó a 80°C bajo atmósfera de nitrógeno y se mantuvo a esa temperatura durante toda la reacción. Se preparó por separado una primera emulsión agitada de monómeros, consistente en los ingredientes listados en la Tabla 1. Se añadió al contenido del reactor una solución de 3,2 partes en peso de peroxodisulfato de amonio (APS) en 100 partes en peso de agua desionizada y se añadió luego al contenido del reactor la primera emulsión de monómeros antes de transcurrir 90 minutos. Después de que toda la primera emulsión de monómeros estuviera dentro, se mantuvo el contenido del reactor durante una hora más a 80°C, durante la cual se preparó por separado una segunda emulsión agitada de monómeros consistente en los ingredientes listados en la Tabla 1 y una solución de 13 partes en peso de 2-amino-2-metil-1-propanol (en agua al 90% en peso) y 98 partes en peso de agua desionizada. La solución acuosa de 2-amino-2-metil-1-propanol se añadió lentamente a la mezcla de reacción y luego, se añadió lentamente al contenido del reactor una solución de 1,1 partes en peso de peroxodisulfato de amonio (APS) en 70 partes en peso de agua desionizada. Se añadió luego al contenido de la reacción la segunda emulsión de monómeros antes de transcurrir 90 minutos. Después de que se hubo completado la adición, el contenido del reactor se mantuvo a 80°C durante una hora más. La dispersión acuosa aglomerante de látex obtenida se enfrió luego a temperatura ambiente.

Tabla 1

	1*)	2**)	3**)	4**)	5**)	6**)	7**)
	Ingredientes de la primera emulsión de monómeros (en partes en peso):						
Rhodapex EST30	45	45	45	45	45	45	45
Agua desionizada	349	349	349	349	349	349	349
MMA	317	281	299	317	144	445	270
BA	317	281	299	317	315	189	189
STY	--	--	--	--	175	--	175
HEA	36	36	36	36	36	36	36

	1*)	2**)	3**)	4**)	5**)	6**)	7**)
	Ingredientes de la primera emulsión de monómeros (en partes en peso):						
GMA	--	72	36	--	--	--	--
MMA	36	36	36	36	36	36	36
AMA	7	7	7	7	7	7	7
	Ingredientes de la primera emulsión de monómeros (en partes en peso):						
Rhodapex EST30	15	15	15	15	15	15	15
Agua desionizada	378	378	378	378	378	378	378
MMA	377	377	359	341	160	452	277
BA	327	327	309	291	297	180	180
STY	--	--	--	--	175	--	175
GMA	--	--	36	72	72	72	72
AMA	7	7	7	7	7	7	7
Tg ^{***)}	10	11	11	11	10	40	40
<p>*) ejemplo comparativo **) según la invención ***) temperatura de transición vítrea (°C), calculada según la ecuación de Fox para un copolímero compuesto de una combinación de únicamente monómeros olefinicamente monoinsaturados de la primera y la segunda emulsión de monómeros. AMA, metacrilato de alilo BA, acrilato de butilo GMA, metacrilato de glicidilo HEA, acrilato de hidroxietilo MAA, ácido metacrílico MMA, metacrilato de metilo STY, estireno</p>							

Ejemplo 8 (Preparación de una dispersión acuosa de aglomerante de poliuretano)

5 Se calentaron, a 90°C, 1005 g de un poliéster de cadena lineal (compuesto de ácido adípico, ácido isoftálico y hexanodiol, que tenía un índice de hidroxilo de 102 mg de KOH/G), y se añadieron 1,8 g de trimetilolpropano y 393 g de diisocianato de isoforona. La reacción se llevó a cabo a 90°C hasta que el índice de NCO fue constante. Después de enfriar a 60°C, se añadió una solución de 35 g de ácido dimetilol-propiónico, 26,1 g de trietilamina y 250 g de N-metilpirrolidona. Después de calentar a 80°C, se mantuvo la temperatura de la reacción hasta que el índice de NCO fue constante. Se mezcló la carga con una cantidad molar, basada en el contenido molar de NCO, y la solución se mantuvo a 80°C, hasta que no se pudo detectar más NCO. La carga se convirtió luego en una dispersión acuosa, que tenía un contenido de sólidos de 35%, en peso añadiendo agua desionizada.

10 Ejemplos 9a – g (preparación de capas base de soporte acuoso de color plateado):

Se prepararon capas base 9a – g de soporte acuoso de color plateado, mezclando los componentes listados en la Tabla 2. Las proporciones están en partes en peso. La Tabla 2 muestra también los datos colorimétricos (valor a* de la posición rojo-verde, y valor b* de la posición amarillo-azul, según el sistema CIELab, véase DIN 6174) de revestimientos multicapas preparados con las capas base de soporte acuoso.

Tabla 2

	Capas base 9 de soporte acuoso, de color plateado						
	a*)	a**)	c**)	d**)	e**)	f**)	g**)
Componentes:							
BE	7,3	7,3	7,3	7,3	7,3	7,3	7,3
Pasta de aluminio ¹⁾	5	5	5	5	5	5	5
NMP	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6
Dispersión aglomerante del Ejemplo 8	10,6	10,6	10,6	10,6	10,6	10,6	10,6
Agua desionizada	10	10	10	10	10	10	10
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 1	13,7	--	--	--	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 2	--	13,7	--	--	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 3	--	--	13,7	--	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 4	--	--	--	13,7	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 5	--	--	--	--	13,7	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 6	--	--	--	--	--	13,7	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 7	--	--	--	--	--	--	13,7
Agua desionizada	10	10	10	10	10	10	10
Composición ²⁾ estratificada de silicato	10	10	10	10	10	10	10
Maprenal® MF 900 ³⁾	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Agua desionizada	9	9	9	9	9	9	9
Espesante ⁴⁾	9	9	9	9	9	9	9
DMEA, solución en agua al 10% en peso	2,9	2,9	2,9	2,9	2,9	2,9	2,9
BuOH	3	3	3	3	3	3	3
DEGMBE	3,4	3,4	3,4	3,4	3,4	3,4	3,4
a* (15°) (unidades) ⁵⁾	0,1	0,1	0,1	0,1	0	0,1	0
a* (105°) (unidades) ⁵⁾	-0,9	-0,8	-0,9	-0,8	-0,7	-0,8	-0,7
b* (15°) (unidades) ⁵⁾	1,1	1	1	0,9	-0,4	0,9	-0,3
b* (105°) (unidades) ⁵⁾	-1,8	-1,7	-1,5	-1,6	-0,8	-1,5	-0,8
*) ejemplo comparativo							
**) según la invención							
BE, butoxi-etanol							
BuOH, n-butanol							
DEGMBE, dietilenglicol-monobutil-éter							
DMEA, dimetiletanolamina							
NMP, N-metilpirrolidona							
¹⁾ mezcla de 50 partes en peso de BE con 50 partes en peso de Stapa Hydrolac® WHH 2154 de Eckart.							
²⁾ mezcla de 3 partes en peso de Optigel® SH de Südchemie, 3 partes en peso de propilenglicol 900, y 94 partes en							

Capas base 9 de soporte acuoso, de color plateado							
	a*)	a**)	c**)	d**)	e**)	f**)	g**)
Componentes:							
peso de agua desionizada.							
³⁾ resina de melamina, de Surface Specialties.							
⁴⁾ mezcla de 33 partes en peso de Viscalex HV 30 de Allied Colloids, 2,5 partes en peso de DMEA y 64,5 partes en peso de agua desionizada.							
⁵⁾ las capas base de soporte acuoso se aplicaron cada una de ellas a los paneles de ensayo de acero provistos de un pre-revestimiento consistente en una imprimación de EDC e imprimación para cubrir defectos en un espesor de película seca de 14 µm. Después de un vaporización durante 5 minutos a 20°C, y 5 minutos adicionales a 80°C, los paneles de ensayo se revistieron cada uno de ellos, mediante rociado, con una capa transparente de poliuretano comercial de dos componentes, con un espesor de película de 40 µm y después de evaporación durante 5 minutos a 20°C, y cocidos al horno, durante 20 minutos, a una temperatura del objeto de 140°C.							

Se midieron los valores a* y b* en un ángulo de iluminación de 45 grados respecto a la perpendicular, y ángulos de observación de 15 y 105 grados respecto a la superficie especular, con el instrumento X-Rite MA 68, vendido por la empresa X-Rite Incorporated, Grandville, Michigan, EE.UU. (iluminación con una fuente luminosa D65 estándar).

Ejemplos 10a – g (Preparación de capas base negras de soporte acuoso)

- 5 Se prepararon capas base negras de soporte acuoso 10a – g mezclando los componentes listados en la Tabla 3. Las proporciones están en partes en peso. La Tabla 3 muestra también los datos colorimétricos (valor a* de la posición rojo-verde, y valor b* de la posición amarillo-azul, según el sistema CIELab, véase DIN 6174) de revestimientos multicapas preparados con las capas base de soporte acuoso. Además, la Tabla 3 muestra los valores del grado de negrura M_c calculados a partir de los coeficientes tricromáticos X, Y, Z.

10

Tabla 3

Capas base negras 10 de soporte acuoso							
	a*)	b**)	c**)	d**)	e**)	f**)	g**)
Componentes:							
Dispersión aglomerante del Ejemplo 8	15,5	15,5	15,5	15,5	15,5	15,5	15,5
Agua desionizada	10	10	10	10	10	10	10
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 1	12	--	--	--	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 2	--	12	--	--	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 3	--	--	12	--	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 4	--	--	--	12	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 5	--	--	--	--	12	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 6	--	--	--	--	--	12	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 7	--	--	--	--	--	--	12
Agua desionizada	10	10	10	10	10	10	10
Cymel® 325 ¹⁾	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5

	Capas base negras 10 de soporte acuoso						
	a*)	b**)	c**)	d**)	e**)	f**)	g**)
Componentes:							
Agua desionizada	16	16	16	16	16	16	16
Espesante ²⁾	7	7	7	7	7	7	7
DMEA, solución en agua al 10% en peso	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
Surfynol® (50% en peso en BE) ³⁾	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
BE	10	10	10	10	10	10	10
Dispersión de negro de carbono ⁴⁾	10	10	10	10	10	10	10
Luminosidad L* (unidades) ⁵⁾	2,00	1,83	1,82	1,82	1,73	1,77	1,44
a* (unidades)	0,01	0,03	0,02	0,04	-0,12	-0,26	-0,12
b* (unidades)	0,10	0,01	0,00	-0,03	-0,29	-0,22	-0,45
M _c (unidades) ⁵⁾	264	268	269	270	277	275	288
<p>*) ejemplo comparativo</p> <p>***) según la invención</p> <p>1) resina de melamina, de Cytec</p> <p>2) mezcla de 33 partes en peso de Viscalex HV 30 de Allied Colloids, 2,5 partes en peso de DMEA y 64,5 partes en peso de agua desionizada.</p> <p>3) desespumante de Air Products</p> <p>4) mezcla de 15 partes en peso de negro de carbono, 10 partes en peso de un agente tensioactivo no iónico, 22 partes en peso de DMEA y 53 partes en peso de agua desionizada.</p> <p>5) las capas base de soporte acuoso se aplicaron cada una de ellas a los paneles de ensayo de acero provistos de un pre-revestimiento consistente en una imprimación de EDC e imprimación para cubrir defectos en un espesor de película seca de 16 µm. Después de un vaporización durante 5 minutos a 20°C, y 5 minutos adicionales a 80°C, los paneles de ensayo se revistieron cada uno de ellos, mediante rociado, con una capa transparente de poliuretano comercial de dos componentes, con un espesor de película de 40 µm y después de evaporación durante 5 minutos a 20°C, y cocidos al horno, durante 20 minutos, a una temperatura del objeto de 140°C.</p>							

Los valores de L*, a* y b* con un ángulo de iluminación de 45 grados respecto de la perpendicular, y ángulos de observación de 45 grados respecto al plano especular, se midieron con el instrumento X-Rite MA 68, vendido por la empresa X-Rite Incorporated, Grandville, Michigan, EE.UU. (iluminación con una fuente luminosa D65 estándar). Los coeficientes tricromáticos se obtuvieron mediante las mismas medidas colorimétricas.

5 El valor del grado de negrura M_c se calculó según la ecuación:

$$M_c = 100[\log(X_n/X) - \log(Z_n/Z) + (\log(Y_n/Y))]$$

Ejemplos 11a – g (Preparación de capas base de soporte acuoso con tonalidad de color mica azulada)

Se prepararon capas base de soporte acuoso 11a – g con tonalidad mica azulada mezclando los componentes listados en la Tabla 4. Las proporciones están en partes en peso. La Tabla 4 muestra también los datos colorimétricos (cromacidad C*, según el sistema CIE Lab, véase DIN 6174) de revestimientos multicapas preparados con las capas base de soporte acuoso.

10

Tabla 4

	Capas base de soporte acuoso 11						
	a*)	b**)	c**)	d**d	e**)	f**)	g**)
Componentes:							
Dispersión aglomerante del Ejemplo 8	15,5	15,5	15,5	15,5	15,5	15,5	15,5
Aguas desionizada	10	10	10	10	10	10	10
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 1	12	--	--	--	--	--	
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 2	--	12	--	--	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 3	--	--	12	--	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 4	--	--	--	12	--	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 5	--	--	--	--	12	--	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 6	--	--	--	--	--	12	--
Dispersión acuosa aglomerante de látex del Ejemplo 7	--	--	--	--	--	--	12
Agua desionizada	10	10	10	10	10	10	10
Cymel® 325	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Agua desionizada	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5
Espesante ¹⁾	7	7	7	7	7	7	7
DMEA, solución en agua al 10% en peso	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
Surfynol® 104 (50% en peso en BE)	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
BE	10	10	10	10	10	10	10
Suspensión de mica ²⁾	11	11	11	11	11	11	11
Dispersión de negro de carbono ³⁾	3	3	3	3	3	3	3
Cromacidad C* 15° (unidades) ⁴⁾	34,3	34,5	34,6	34,6	36,2	34,7	36,4
<p>*) ejemplo comparativo</p> <p>**) según la invención</p> <p>¹⁾ mezcla de 33 partes en peso de Viscalex HV 30 de Allied Colloids, 2,5 partes en peso de DMEA y 64,5 partes en peso de agua desionizada.</p> <p>²⁾ mezcla de 40 partes en peso de Iriodin® 9221 SW de Merck, 10 partes en peso de BE y 40 partes en peso de agua desionizada.</p> <p>³⁾ mezcla de 15 partes en peso de negro de carbono, 10 partes en peso de un agente tensioactivo no iónico, 22 partes en peso de DMEA y 53 partes en peso de agua desionizada.</p> <p>⁴⁾ las capas base de soporte acuoso se aplicaron cada una de ellas a los paneles de ensayo de acero provistos de un pre-revestimiento consistente en una imprimación de EDC e imprimación para cubrir defectos en un espesor de película seca de 16 µm. Después de una vaporización durante 5 minutos a 20°C, y 5 minutos adicionales a 80°C, los paneles de ensayo se revistieron cada uno de ellos, mediante rociado, con una capa transparente de poliuretano comercial de dos componentes, con un espesor de película de 40 µm y después de evaporación durante 5 minutos a 20°C, y cocidos al horno, durante 20 minutos, a una temperatura del objeto de 140°C.</p>							

La cromacidad C* con un ángulo de iluminación de 45 grados respecto de la perpendicular, y ángulos de observación de 45 grados respecto al plano especular, se midió con el instrumento X-Rite MA 68, vendido por la empresa X-Rite Incorporated, Grandville, Michigan, EE.UU. (iluminación con una fuente luminosa D65 estándar).

REIVINDICACIONES

1. El uso de una composición acuosa de revestimiento como capa base de soporte acuoso en un procedimiento para la producción de revestimientos de dos capas, capa base/capa transparente, en la que dicha composición acuosa de revestimiento se produce usando como aglomerante una dispersión acuosa aglomerante de látex, en la que la dispersión acuosa aglomerante de látex se produce mediante polimerización en emulsión multietapas en fase acuosa, en la que el procedimiento para la producción de la dispersión acuosa aglomerante de látex comprende los sucesivos pasos:
- 5
- 1) polarización por radicales libres de una mezcla A de monómeros olefínicamente insaturados, polimerizables por radicales libres, que comprende al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado con al menos un grupo ácido en una proporción que corresponde a un índice de acidez de la mezcla A de 10 a 100 mg de KOH/g de 0,5 a 5% en peso, de al menos un monómero olefínicamente poliinsaturado, en la fase acuosa.
- 10
- 2) neutralización de grupos ácido del polímero formado en el paso 1) del procedimiento, y
- 3) polimerización por radicales libres de al menos una mezcla B de monómeros olefínicamente insaturados, polimerizables por radicales libres, que comprende al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado en una proporción que corresponde a un índice de acidez de la mezcla B, o cada una de las mezclas B de 0 a por debajo de 5 mg de KOH/g, al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado con al menos un grupo hidroxilo en una proporción que corresponde a un índice de hidroxilo de la mezcla B o de cada una de las mezclas B de 0 a por debajo de 5 mg de KOH/g, y al menos un monómero olefínicamente poliinsaturado en una proporción de 0,5 a 5% en peso, respecto a la mezcla B o de cada una de las mezclas B, en presencia del producto obtenido en el paso 2) del procedimiento.
- 15
- 20
2. El uso de la reivindicación 1, en el que al menos un monómero con funcionalidad epoxídica, olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres es (met)acrilato de glicidilo.
3. El uso de la reivindicación 1 ó 2, en el que la mezcla A comprende al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, con al menos un grupo hidroxilo en una proporción que corresponde a un índice de hidroxilo de la mezcla A por debajo de 60 mg de KOH/g.
- 25
4. El uso de la reivindicación 1, 2 ó 3, en el que la mezcla A y/o la, al menos una, mezcla B comprende al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, que tiene al menos un resto de hidrocarburo aromático en la molécula, en el que al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, que tiene al menos un resto de hidrocarburo aromático en la molécula, constituye del 10 al 50% en peso de la suma de los pesos de las mezclas A y B.
- 30
5. El uso de la reivindicación 1, 2 ó 3, en el que la composición de monómeros de las mezclas A y B se selecciona de tal manera que la temperatura de transición vítrea (Tg) de un copolímero compuesto de una combinación de únicamente los monómeros olefínicamente monoinsaturados de las mezclas A y B está en el intervalo de 30 a 100°C.
- 35
6. El uso de la reivindicación 1, 2 ó 3, en el que la composición de monómeros de las mezclas A y B se selecciona de tal manera que la temperatura de transición vítrea (Tg) de un copolímero compuesto de únicamente los monómeros olefínicamente monoinsaturados de las mezclas A y B está en el intervalo de 30 a 100°C, mientras que al mismo tiempo la mezcla A y/o la, al menos una, mezcla B comprende al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, que tiene al menos un resto de hidrocarburo aromático en la molécula, en la que el al menos un monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres que tiene al menos un resto de hidrocarburo aromático en la molécula, constituye del 10 al 50% en peso de la suma de los pesos de las mezclas A y B.
- 40
7. El uso de la reivindicación 4 ó 6, en el que el, al menos un, monómero olefínicamente monoinsaturado, polimerizable por radicales libres, que tiene al menos un resto de hidrocarburo aromático en la molécula, es estireno.
- 45
8. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que únicamente se usa una mezcla B.